

**UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE  
POLO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA  
ESCOLA DE ENGENHARIA INDUSTRIAL METALÚRGICA DE VOLTA REDONDA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA**

**TESE DE DOUTORADO**

**CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO DA LIGA AL  
AA1070 Prensada em Canais  
Equiangulares a Frio via Rotas A e C**

**RACHEL SANTOS MENDES**

**ORIENTADOR: Prof. Dr. JEFFERSON FABRÍCIO  
CARDOSO LINS.**

**Volta Redonda**

**2019**

RACHEL SANTOS MENDES

**CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO DA LIGA AL AA1070 PRENSADA EM  
CANAIS EQUIANGULARES A FRIO VIA ROTAS A E C**

Tese de doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Metalúrgica. Área de concentração: Processamento e Caracterização de materiais.

Orientador: Professor Dr. JEFFERSON FABRÍCIO CARDOSO LINS

**Volta Redonda**

**2019**


RACHEL SANTOS MENDES

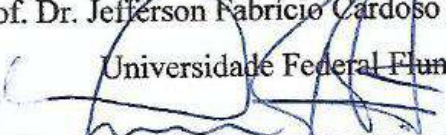
**CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO DA LIGA AL AA1070 PRENSADA EM  
CANALIS EQUIANGULARES A FRIO VIA ROTAS A E C.**

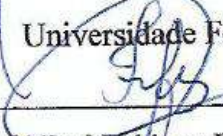
Tese de doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense, como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Metalúrgica. Área de concentração: Processamento e Caracterização de materiais.

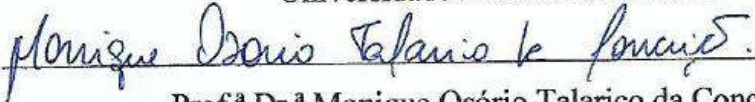
Aprovada em 03 de junho de 2019.

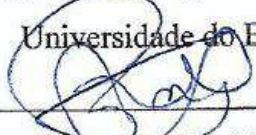
**BANCA EXAMINADORA**

  
Prof. Dr. Jefferson Fabrício Cardoso Lins - Orientador  
Universidade Federal Fluminense

  
Prof. Dr. Alexandre Furtado Ferreira  
Universidade Federal Fluminense

  
Prof.ª Dr.ª Fabiane Roberta Freitas da Silva  
Universidade Federal Fluminense

  
Prof.ª Dr.ª Monique Osório Talarico da Conceição  
Universidade do Estado do Rio de Janeiro

  
Prof.ª Dr.ª Sinara Borborema  
Universidade do Estado do Rio de Janeiro

**Volta Redonda**

**2019**

## **DEDICATÓRIA**

Aos meus pais Fernando e Luizareth e a mim mesma. Eu não sabia o quão forte e determinada eu era.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pelo dom da vida, pela família que me destes e principalmente por estar presente em minha vida. Obrigada pela força concedida para não desistir do curso diante todas as dificuldades enfrentadas. Agradeço à Nossa Senhora, Jesus e São José por intercederem sempre por mim.

Agradeço ao meu pai, à minha mãe, às minhas irmãs Fernanda e Marcella e à Esther, por serem a minha fortaleza. Pelo amor, carinho e paciência diante todos os meus momentos de alegria e tristeza. Amo vocês.

Agradeço imensamente ao Rodrigo, meu companheiro e inspiração. Obrigada por me incentivar, me ensinar, aconselhar e me acalmar. Você foi fundamental para que eu chegasse até aqui. Eu te amo muito.

Agradeço à minha grande amiga Ana Carolina Ribeiro Duarte que durante essa caminhada esteve sempre ao meu lado, dividiu momentos bons e ruins e sempre tentou me manter o mais calma possível, além de me fazer enxergar as situações sempre pelo lado positivo.

Agradeço imensamente à Dra. Fernanda Costa Pereira por cuidar da minha saúde, me acalmar e ser uma das minhas maiores incentivadoras e exemplo de pessoa e profissional

Agradeço à professora Fabiane Roberta de Freitas Silva pela disposição em ajudar, orientar e por fazer parte da banca avaliadora.. Sou muito grata a você e pela amizade.

Agradeço ao professor Rodrigo Pinto de Siqueira por toda a ajuda, ensinamento e disposição em ajudar.

Agradeço à todos os professores e funcionários da EEIMVR que contribuíram para minha formação.

Agradeço ao professor Alexandre Furtado pela disponibilidade em fazer parte da banca avaliadora e pelos ensinamentos desde a minha graduação.

Agradeço às professoras Monique Osório Talarico da Conceição e Sinara Borborema por aceitarem o meu convite para participar da banca, pela disponibilidade e conhecimentos compartilhados.

Agradeço em especial ao professor Jefferson Fabrício Cardoso Lins, pela orientação e pelos conhecimentos. Obrigada professor por acreditar em meu potencial.

## **EPIGRAFE**

“Aprendi que a coragem não é a ausência do medo, mas o triunfo sobre ele. O homem corajoso não é aquele que não sente medo, mas o que conquista esse medo.”

Nelson Mandela

## RESUMO

Este estudo teve por objetivo investigar a cinética de recristalização da liga de alumínio AA1070 prensada em canais equiangulares a frio e posteriormente recozidas, por meio do modelo cinético JMAK e do caminho microestrutural. A deformação verdadeira acumulada foi de 5,95 e a conformação foi conduzida via rota A e rota C em cinco passes consecutivos. O recozimento foi realizado a 200°C e 250°C durante o intervalo de 5 a 60 min. A caracterização microestrutural do material recozido foi analisada com o auxílio da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) no modo de elétrons retroespalhados. A metalografia quantitativa foi realizada a partir da análise de 30 campos aleatórios de cada amostra utilizados para calcular a fração volumétrica recristalizada ( $X_v$ ) e a área superficial por unidade de volume ( $S_v$ ). Os tamanhos de grão ao final do tratamento térmico a 200°C e 250°C foram respectivamente, de 1,91  $\mu\text{m}$  e 2,07  $\mu\text{m}$  para a rota A e 2,19  $\mu\text{m}$  e 2,33  $\mu\text{m}$  para a rota C. A fração recristalizada do material tratado termicamente a 200 °C foi de 0,45 e 0,28 para as rotas A e C, respectivamente, e de 0,62 e 0,46 ao final do tratamento a 250 °C. A textura cristalográfica não apresentou evolução significativa em relação ao material deformado. Observou-se um aumento no valor da intensidade global com o aumento do tempo de recozimento, um enfraquecimento das componentes de textura características do ECAP e o aumento da presença das componentes de textura de típicas de recristalização de materiais CFC, em especial Cubo, Goss e Goss girado. Na rota A, a componente Goss apresentou intensidade de 8,5, no tratamento a 250 °C e na rota C, a intensidade máxima da componente Cubo foi 6,5 durante o tratamento térmico a 200 °C. As medidas de dureza Vickers ao final do tratamento térmico a 200°C e 250°C foram de 44,7 e 40,1 HV0,1 para o material previamente deformado via rota A e 43,7 e 40,6 HV0,1 para o material deformado via rota C. Concluiu-se que, os modelos JMAK e Caminho microestrutural não descrevem a cinética de recristalização para o material severamente deformado. Um dos fatores mais prováveis de causar problemas na modelagem realista da cinética de recristalização, além das hipóteses simplificadoras de ambos os modelos, foi a ocorrência da recristalização dinâmica contínua durante a deformação plástica severa e o fato de as baixas temperaturas empregadas não forneceram energia suficiente para a completa recristalização da microestrutura.

**Palavras-chave:** ECAP, Alumínio, cinética de recristalização, recozimento

## ABSTRACT

*This study aims to report the kinetics of recrystallization aluminum alloy AA1070 deformed by equal channel angular pressing (ECAP) and subsequently annealed, using the kinetic model JMAK and microstructural path. The accumulated true stress was 5.95 and the deformation was conducted via routes A and C up to 5 passes. The annealing was performed at 200 °C and 250 °C during the range of 5 to 60 minutes. Microstructural characterization was analyzed with the aid of the technique of scanning electron microscopy (SEM) in backscattered electron mode. Quantitative metallography was performed by the analyzing of 30 images from each sample where the recrystallized volumetric fraction ( $X_v$ ) and the specific surface area ( $S_v$ ) were calculated. The grain sizes at the end of the heat treatment at 200°C and 250°C were respectively 1.91  $\mu\text{m}$  and 2.07  $\mu\text{m}$  for the material deformed via route A and 2.19  $\mu\text{m}$  and 2.33  $\mu\text{m}$  for the one deformed by route C. The recrystallized fraction of the heat treated material at 200 °C was 0.45 and 0.28 for routes A and C, respectively, and 0.62 and 0.46 at the end of the treatment at 250 °C. The crystallographic texture showed no significant evolution compared to the deformed material. There was an increase in the value of the overall intensity with increasing annealing time, a weakening of the ECAP characteristic texture components and the increased presence of the typical recrystallization texture of FCC materials, in particular Cube, Goss and rotated Goss. In route A, the Goss component showed intensity of 8.5, in the heat treatment at 250 °C and in route C, the maximum intensity of the Cube component was 6.5 during the heat treatment at 200 °C. The Vickers hardness measurements at the end of the heat treatment at 200°C and 250°C were 44.7 and 40.1 HV0.1 for the previously deformed material via route A and 43.7 and 40.6 HV0.1 for the deformed material via route C. It was concluded that the JMAK and microstructural path models do not describe the recrystallization kinetics for severely deformed material. One of the most likely factors to cause problems in the realistic modeling of recrystallization kinetics, besides the simplifying hypotheses of both models, was the occurrence of continuous dynamic recrystallization during severe plastic deformation and the fact that the low temperatures employed did not provide sufficient energy for the complete recrystallization of the microstructure.*

**Keyword:** ECAP, Aluminum, Recrystallization Kinetic, annealing



## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	21
2 objetivo .....	23
3 revisão bibliográfica .....	24
3.1 Prensagem em canais equiangulares – ECAP.....	24
3.3.1 O mecanismo de refinamento do grão promovido pelo ECAP.....	32
3.4 Estado deformado .....	35
3.5 Estado Recozido .....	37
3.5.1 Fenômenos de restauração .....	38
3.5.1 Fenômenos de restauração em materias severamente deformados .....	41
3.5.2 Cinética de recristalização.....	43
3.6 Textura Cristalográfica .....	47
3.6.1 Textura de deformação em metais com estrutura cristalina CFC .....	48
3.6.2 Textura de recristalização em materiais com estrutura cristalina CFC.....	49
3.6.3 Textura produzidas pelo ECAP.....	50
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	55
4.1 Material.....	55
4.2 Métodos .....	55
4.2.1 Processo de prensagem em canais equiangulares .....	55
4.2.2 Tratamento térmico .....	56
4.2.3 Caracterização Microestrutural .....	57
4.2.5 Ensaios Mecânicos .....	59
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	60
5.1 Caracterização microestrutural .....	60
5.1.1 Material de partida .....	60
5.1.2 Material deformado.....	62
5.1.3 Material Recozido.....	68
5.2 Comportamento Mecânico.....	97
5.2.1 Material deformado .....	97
5.2.2. Material Recozido .....	100
5.3 Cinética de recristalização .....	113
5.4 Evolução da textura cristalográfica.....	137
5.4.1 Material de partida .....	137
5.4.2 Estado deformado.....	138
5.4.3 Estado recozido .....	141

CONCLUSÃO .....	152
Referências Bibliográficas.....	154

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1: Ilustração esquemática do processo de prensagem por canais equiangulares e representação dos planos ortogonais. Adaptado de [20].	24
Figura 2: As quatro rotas fundamentais do ECAP. Adaptado de [2].	25
Figura 3: Sistemas de deslizamento associados às quatro rotas do ECAP. Adaptado de [2].	26
Figura 4: Modelo de refinamento de grão no ECAP mostrando as bandas de subgrãos, com largura $d$ : os resultados são ilustrados no plano Y após 1, 2 e 4 passes usando as rotas A, BC e C, indicadas pelas cores vermelho, roxo, verde e azul correspondendo ao 1º, 2º, 3º e 4º passe, respectivamente. Adaptado de [33].	34
Figura 5: Aparência da microestrutura no plano Y após 4 passes usando as rotas A, BC e C. Adaptado de [33].	34
Figura 6: Representação dos vários estágios da recuperação em metal deformado plasticamente. Adaptado de [25].	40
Figura 7: Figura de polo (111) mostrando as orientações principais e a textura de fibra em ECAP para materiais com estrutura CFC. Adaptado de [50].	51
Figura 8: Sistema ECAP mostrando o processo de deformação do tarugo.	56
Figura 9: Micrografia da seção transversal do material de partida. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV - Detector de elétrons retroespalhados; EHT = 10 kV).	60
Figura 10: Micrografia da seção longitudinal do material de partida. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV - Detector de elétrons retroespalhados; EHT = 10 kV).	61
Figura 11: Mapa da orientação da seção transversal do material de partida. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD – EHT = 20kV)	62
Figura 12: a) Mapa da orientação da seção transversa da liga Al AA1070 após o quinto passe de deformação via rota A; b) Mapa de índice de qualidade; c) Mapa KAM. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 15 kV; Mag = 8000x)	63
Figura 13: a) Mapa da orientação da seção transversa da liga Al AA1070 após o quinto passe de deformação via rota C; b) Mapa de índice de qualidade; c) Mapa KAM. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 15 kV; Mag = 8000x).	64

Figura 14: Distribuição das frações de contornos de ângulo do material deformado em ECAP por 5 passes via rota A.....	66
Figura 15: Distribuição das frações de contornos de ângulo do material deformado em ECAP por 5 passes via rota C.....	66
Figura 16: Tamanho de grão <i>versus</i> tempo de recozimento a 200 °C da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A. ....	69
Figura 17: Tamanho de grão <i>versus</i> tempo de recozimento a 200 °C da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A. ....	69
Figura 18: Fração de contorno de alto ângulo <i>versus</i> tempo de recozimento da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A. ....	69
Figura 19: Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após m) 45 min, o) 60 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade n) 45 min, p) 60 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).....	74
Figura 20: Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após m) 45 min, o) 60 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade n) 45 min, p) 60 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).....	79
Figura 21: Tamanho de grão <i>versus</i> tempo de recozimento a 200 °C da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C. ....	82
Figura 22: Tamanho de grão <i>versus</i> tempo de recozimento a 250 °C da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C. ....	82
Figura 23: Fração de contornos de alto ângulo <i>versus</i> tempo de recozimento da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C. ....	83
Figura 24: Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após m) 45 min, o) 60 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade n) 45 min, p) 60 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).....	87
Figura 25: Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após m) 45 min, o) 60 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade n) 45 min, p) 60 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).....	93
Figura 26: Evolução do Grain Orientation Spread <i>versus</i> tempo de recozimento da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A. ....	95

Figura 27: Evolução do Grain Orientation Spread versus tempo de recozimento da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C. ....	96
Figura 28: Mapa de dureza Vickers na seção transversal (plano DT-DN) do material de partida da liga Al AA1070. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. ....	97
Figura 29: Mapa de dureza Vickers na seção transversal (plano DT-DN) da liga Al AA1070 após o quinto passe de deformação em ECAP via Rota A. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente ....	98
Figura 30: Mapa de dureza Vickers na seção transversal (plano DT-DN) da liga Al AA1070 após o quinto passe de deformação em ECAP via Rota C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. ....	98
Figura 31: Evolução das medidas de dureza Vickers em função do tempo para cada temperatura de recozimento do material deformado via rota A. ....	101
Figura 32: Mapas de dureza Vickers na seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. ....	102
Figura 33: Mapas de dureza Vickers na seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. ....	103
Figura 34: Evolução das medidas de dureza Vickers em função do tempo para cada temperatura de recozimento do material deformado via rota C. ....	105
Figura 35: Mapas de dureza Vickers na seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. ....	106
Figura 36: Mapas de dureza Vickers na seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. ....	107
Figura 37: Relação de <i>Hall-Petch</i> para a liga AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida à 200 °C. ....	110

Figura 38: Relação de <i>Hall-Petch</i> para a liga AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida à 250 °C. ....	110
Figura 39: Relação de <i>Hall-Petch</i> para a liga AA1070 deformada em ECAP via rota C e posteriormente recozida à 200 °C. ....	111
Figura 40: Relação de <i>Hall-Petch</i> para a liga AA1070 deformada em ECAP via rota C e posteriormente recozida à 250 °C. ....	112
Figura 41: KAM da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após: e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x). ....	115
Figura 42: Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após: e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x). ....	117
Figura 43: Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após: e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x). ....	120
Figura 44: KAM da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após: e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x). ....	122
Figura 45: Curva de Avrami, dados experimentais ajustados por linearização para a liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C. ....	123
Figura 46: Curva de Avrami, dados experimentais ajustados por linearização para a liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C. ....	123
Figura 47: Cinética de recristalização da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida construída com a equação de JMAK para temperatura de 200 °C e 250 °C. (fração volumétrica recristalizada “ $X_v$ ” versus tempo de recozimento “ $t$ ”). ....	126
Figura 48: Cinética de recristalização da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C e posteriormente recozida construída com a equação de JMAK para temperatura de 200 °C e 250 °C. (fração volumétrica recristalizada “ $X_v$ ” versus tempo de recozimento “ $t$ ”). ....	127

Figura 49: Comprativo entre as frações recristalizadas obtidas por meio da metalografia quantitativa e em a relação com dureza do material deformado em ECAP via rota A e posteriormente recozido a: a) 200 °C e b) 250 °C. ....	130
Figura 50: Comprativo entre as frações recristalizadas obtidas por meio da metalografia quantitativa e em a relação com dureza do material deformado em ECAP via rota C e posteriormente recozido a: a) 200 °C e b) 250 °C. ....	131
Figura 51: Área superficial por unidade de volume <i>versus</i> tempo de recozimento e curva ajustada para a liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C.....	132
Figura 52: Área superficial por unidade de volume <i>versus</i> tempo de recozimento e curva ajustada para a liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C.....	132
Figura 53: Caminho microestrutural, área superficial por unidade de volume “S <sub>v</sub> ” versus a fração volumétrica “X <sub>v</sub> ” e curva ajustada para a liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida a: a) 200 °C e b) 250 °C.....	134
Figura 54: Caminho microestrutural, área superficial por unidade de volume “S <sub>v</sub> ” versus a fração volumétrica “X <sub>v</sub> ” e curva ajustada para a liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C e posteriormente recozida a: a) 200 °C e b) 250 °C. ....	135
Figura 55: ODF referente à (a) seção transversal do material de partida: $\phi_2 = 45^\circ$ (MEV/EBSD - EHT = 20 kV).....	137
Figura 56: Seções $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$ das ODF do material após cinco passes de deformação em ECAP: a) rota A e b) rota C. (MEV/EBSD - EHT = 15kV). ....	138
Figura 57: ODF da seção transversal (plano DT-DN) da liga Al AA1070 deformada via rota A após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 200 °C.....	142
Figura 58: ODF da seção transversal (plano DT-DN) da liga Al AA1070 deformada via rota A após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 250 °C.....	143
Figura 59: Evolução da intensidade das componentes de textura Cubo, Goss e Goss girado durante o tratamento térmico de recozimento a 200 °C da liga Al AA1070 deformada via rota A. ....	145
Figura 60: Evolução da intensidade das componentes de textura Cubo, Goss e Goss girado durante o tratamento térmico de recozimento a 250 °C da liga Al AA1070 deformada via rota A. ....	146

Figura 61: ODF da seção transversal (plano DT-DN) da liga Al AA1070 deformada via rota C após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 200 °C.....	148
Figura 62: ODF da seção transversal (plano DT-DN) da liga Al AA1070 deformada via rota C após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 250 °C.....	149
Figura 63: Evolução da intensidade das componentes de textura Cubo, Goss e Goss girado durante o tratamento térmico de recozimento a 200 °C da liga Al AA1070 deformada via rota C. ....	150
Figura 64: Evolução da intensidade das componentes de textura Cubo, Goss e Goss girado durante o tratamento térmico de recozimento a 250 °C da liga Al AA1070 deformada via rota C. ....	151



## LISTA DE TABELAS

Tabela 3: Características de cisalhamento para as seis rotas analisadas. Adaptado de [21]. ...	28
Tabela 4: Valores da constante $n$ de acordo com a dimensão do sistema analisado e com o tipo de nucleação ocorrida na matriz deformada. Adaptado de [25].	44
Tabela 5: Principais orientações de textura encontradas no alumínio e suas ligas após laminação. Adaptado de [47].	49
Tabela 6: Principais orientações do alumínio e suas ligas após a recristalização. Adaptado de [47].	50
Tabela 7: Orientações principais em materiais com estrutura Cúbica de Face Centrada, deformados por cisalhamento simples. Adaptado de [50].	51
Tabela 8: Composição química liga de alumínio AA1070 (teores expressos em % em peso).	55
Tabela 9: Medidas de tamanho de grão do material deformado via rota A.	68
Tabela 10: Medidas de tamanho de grão do material deformado via rota C.	81
Tabela 11: Medidas de dureza Vickers do material deformado via rota A.	100
Tabela 12: Medidas de dureza Vickers do material deformado via rota C.	104
Tabela 13: Fração recristalizada do material deformado via rota A calculadas a partir da metalografia quantitativa e KAM.	113
Tabela 14: Fração recristalizada do material deformado via rota C calculadas a partir da metalografia quantitativa e KAM.	118
Tabela 15: Parâmetros quantitativos ajustados para descrever cinética de recristalização da liga Al AA1070 deformada via rota A em ECAP e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C, onde $k$ e $n$ são constantes da equação do modelo JMAK e $R^2$ é o coeficiente de correlação da linearização.	124
Tabela 16: Parâmetros quantitativos ajustados para descrever cinética de recristalização da liga Al AA1070 deformada via rota C em ECAP e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C, onde $k$ e $n$ são constantes da equação do modelo JMAK e $R^2$ é o coeficiente de correlação da linearização.	124
Tabela 17: Fração recristalizada (amolecimento) do material deformado via rota A calculadas a partir da relação das durezas nos diferentes estágios.	129
Tabela 18: Fração recristalizada (amolecimento) do material deformado via rota C calculadas a partir da relação das durezas nos diferentes estágios.	129

Tabela 19: Parâmetros ajustados para descrever evolução de superfícies por unidade de volume, B e m são constantes e $R^2$ é o coeficiente de correlação do material previamente deformado via rota A.....	132
Tabela 20: Parâmetros ajustados para descrever evolução de superfícies por unidade de volume, B e m são constantes e $R^2$ é o coeficiente de correlação do material previamente deformado via rota C. ....	133
Tabela 21: Parâmetros ajustados na para descrever evolução de superfícies por unidade de volume em função da fração recristalizada liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C, onde, q e C são constantes do caminho microestrutural.....	135
Tabela 22: Parâmetros ajustados na para descrever evolução de superfícies por unidade de volume em função da fração recristalizada liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C, onde, q e C são constantes do caminho microestrutural.....	136
Tabela 23: Orientações e intensidades das componentes de textura identificadas na seção transversal das amostras da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A.....	141
Tabela 24: Orientações e intensidades das componentes de textura identificadas na seção transversal das amostras da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C.....	146

## LISTA DE ABREVIATURAS

AA – *Aluminium Alloy*

ABAL – Associação Brasileira do Alumínio

Al – Alumínio

ARB – *Accumulative Roll-Bonding*

DDW – Densas paredes de discordâncias

DL – Direção longitudinal

DN – Direção normal à direção de prensagem

DP – Direção de Prensagem

DPS – Deformação Plástica Severa

DT – Direção transversal à direção de prensagem

EBS – *Electron Backscatter Diffraction*

ECAP – *Equal Channel Angular Pressing*

EDE – Energia de Defeito de Empilhamento

EHT – Tensão de aceleração

GOS – *Grain Orientation Spread*

HPT – Torção sob alta pressão

JMAK – *Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov*

KAM – *Kernel Average Misorientation*

LB – Contorno lamelar

LEDS – Estrutura de discordâncias de baixa energia

MAG – Magnitude (aumento)

MB – Microbandas

MET – Microscopia eletrônica de transmissão

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

ODF – Função distribuição de orientação (*Orientation distribution function*)

$T_f$  = Temperatura de fusão absoluta

## LISTA DE SÍMBOLOS

- d – Tamanho de grão
- N – Número de passes realizados no processo de deformação via ECAP
- X – Plano transversal perpendicular à direção do fluxo
- Y – Plano de fluxo ou prensagem paralelo ao plano da face lateral no ponto de saída da matriz
- Z – Plano longitudinal que é paralelo à superfície de topo no ponto de saída da matriz
- $\varepsilon$  – Deformação plástica verdadeira acumulada
- $\eta$  – Variação angular
- $\xi$  – Variação angular
- $\Phi$  – Ângulo de interseção dos canais da matriz utilizada na técnica ECAP
- R – Arco de curvatura da interseção exterior dos dois canais
- $\Psi$  – Diferença de orientação cristalográfica
- $\langle uvw \rangle$  – Família de direções
- $\{hkl\}$  – Família de planos cristalográficos
- $\{hkl\}\langle uvw \rangle$  – Índices de Miller
- $X_V$  – Fração do material recristalizado
- $X_{VEX}$  – Fração recristalizada no espaço estendido
- k – Constante da equação de JMAK
- n – Constante de Avrami
- $S_V$  – Área interfacial por unidade de volume entre o material recristalizado e não recristalizado
- $SV_{EX}$  – Área interfacial estendida
- B – Constante da equação de Dehoff
- m – Constante da equação de Dehoff
- q – Constante da equação do Caminho Microestrutural
- C – Constante da equação do Caminho Microestrutural
- T – Temperatura do tratamento/processamento
- t – Tempo do tratamento
- Pp – Fração de pontos
- $P_L$  – Número de pontos de interseção entre as linhas e a interface entre as fases
- $S_{VRN}$  – Região recristalizada em contato com a região recuperada/deformada
- $K_5$  – Constante de escoamento
- c – Expoente de *Hall-Petch*
- $H_V$  – Dureza Vickers

$H_{V(t_0)}$  – Dureza na condição inicial

$H_{V(t)}$  – Dureza nos diferentes tempos de recozimento

$H_{V(t_{end})}$  – Dureza após a completa recristalização

## 1 INTRODUÇÃO

O controle da microestrutura assim como o refinamento do grão têm sido desenvolvido extensivamente desde a década de 70 e é reconhecido como sendo de grande importância técnica e científica. Convencionalmente, os métodos mais utilizados no refinamento da microestrutura envolve a deformação plástica a frio seguida do recozimento à elevadas temperaturas, ou durante o processamento termomecânico por meio da recristalização dinâmica. Em ambos os casos, a microestrutura refinada resulta da criação de núcleos de recristalização, seguidos da migração dos contornos de alto ângulo. Esses processos ocorrem em duas etapas, e são denominados na literatura como descontínuos [1].

Nas últimas duas décadas, a deformação plástica severa (DPS) tornou-se objeto de grande interesse científico, por ser uma técnica de conformação de metais, na qual a estrutura granular do material é refinada a partir da introdução de grandes deformações plásticas. A técnica de prensagem em canais equiangulares (ECAP) é considerada pela literatura como uma das mais eficientes técnicas de DPS [2]. Neste caso, a microestrutura refinada é produzida em temperaturas relativamente baixas. No entanto, os mecanismos que produzem o refinamento dos grãos sob essas condições não foram tão amplamente estudados quanto os de materiais conformados convencionalmente a quente. Os grãos refinados gerados pela deformação plástica severa se desenvolvem uniformemente ao longo de todo o volume conforme a deformação é aumentada, por meio da evolução dos contornos de baixo ângulo para contornos de alto ângulo. Este mecanismo de refinamento de grão é, portanto, referido como recristalização dinâmica *in situ* ou contínua [1]. O recozimento de metais após sua conformação tem sido frequentemente estudado devido à importância de se controlar as microestruturas e texturas resultantes, além do fato de que as microestruturas produzidas pelos processos de recristalização dinâmica contínua e descontínua são, geralmente, instáveis à temperaturas elevadas.

Estudos [3-6] têm mostrado que a deformação em ECAP leva ao aumento do tamanho das células de discordâncias e da desorientação dos grãos, conforme aumentam-se o número de passes de deformação. Desta forma, Cao *et al.* [7] pontuam que o estudo do comportamento de materiais severamente deformados frente ao recozimento é muito interessante e promissor, no que diz respeito ao esclarecimento da influência da microestrutura inicial deformada ao longo do tratamento térmico. Normalmente, o recozimento é necessário para transformar a matriz deformada em uma matriz mais equiaxial e com uma configuração mais estável. No entanto, são poucas as informações sobre o

comportamento frente ao recozimento de materiais severamente deformados [8]. Humphreys [9] sugere que o recozimento em materiais com elevada fração de contornos de alto ângulo, como os materiais deformados em ECAP, é descrito por um processo contínuo de coalescimento de grãos. Yu *et al.* [8] chegaram a essa mesma conclusão no estudo da evolução microestrutural durante o recozimento da liga de alumínio AA1050. Os autores observaram que a evolução não se encaixa no processo típico de recristalização com os dois estágios distintos de nucleação e crescimento, e sim em um processo envolvendo apenas um estágio, denominado de recristalização contínua.

O presente trabalho baseou-se na aplicação em escala industrial da técnica de ECAP assim não foi realizado o tratamento térmico de recozimento do material de partida antes da prensagem. Esta metodologia foi estabelecida visando atender a necessidade constante da indústria em aperfeiçoar seu processo de produção a partir de diversos parâmetros, entre eles o tempo, custo, maquinário e mão de obra. Associada a melhoria das diversas propriedades do material de acordo com sua aplicação no produto final.

Todavia, devido ao caráter altamente inovativo, a literatura recente possui poucos estudos que contemplem a cinética de recristalização de ligas de alumínio aplicando os modelos de cinética de recristalização JMAK e do caminho microestrutural. Este trabalho traz como proposta principal a determinação da cinética de recristalização da liga de alumínio AA1070 deformada em ECAP via rotas A e C. Para isso, os modelos JMAK e do caminho microestrutural foram empregados a fim de verificar a cinética de recristalização para as condições previamente estipuladas. O comportamento mecânico foi avaliado por meio dos ensaios de dureza Vickers e as evoluções da microestrutura e da textura cristalográfica foram analisadas sistematicamente com o auxílio das técnicas de MEV e EBSD.

## 2 OBJETIVO

O objetivo geral desse trabalho foi determinar a cinética de recristalização da liga de alumínio AA1070 prensada em canais equiangulares a frio via rotas A e C e posteriormente submetidas ao recozimento.

Os objetivos específicos foram:

1. Avaliar a estabilidade térmica do material após a deformação em diferentes rotas, por meio de recozimentos isotérmicos variando-se os tempos de tratamento.
2. Comparar a evolução das microestruturas e das texturas cristalográfica durante o tratamento térmico.
3. Verificar se existe alguma influência em relação à rota de processamento na cinética de recristalização da liga.
4. Avaliar a cinética de recristalização do material a partir dos modelos de cinética de recristalização JMAK e Caminho Microestrutural.
5. Avaliar o comportamento mecânico do material após o recozimento por meio do ensaio de dureza Vickers.



### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 PRENSAGEM EM CANAIS EQUIANGULARES – ECAP

A técnica de ECAP (Equal Channel Angular Pressing), também conhecida como prensagem em canais equiangulares, foi desenvolvida por Segal e seus colaboradores na década de 70 em um instituto em Minsk, na antiga União Soviética. Esforços foram dedicados a fim de desenvolver um processo de conformação de metais à partir da introdução altas deformações de natureza cisalhante. Apesar de ter o seu principal objetivo atingido, essa técnica não foi muito valorizada na época pela comunidade científica. Porém, essa situação mudou na década de 90 quando surgiram relatórios que documentavam a produção de metais com grãos ultrafinos e propriedades singulares a partir da técnica de ECAP. Esse novo cenário deu início a uma intensa investigação da aplicação deste processo de conformação de metais a níveis industriais [10].

O princípio da técnica de ECAP consiste em pressionar o corpo de prova através de uma matriz que possui dois canais com seções transversais iguais com o auxílio de um punção. Esses canais se interceptam em um ângulo  $\Phi$  e possuem um ângulo adicional  $R$  que define o arco de curvatura da interseção exterior dos dois canais [11]. A natureza da deformação é cisalhamento simples e ocorre toda vez que o corpo de prova passa pela região de interseção dos canais [10]. A esquematização desse processo está ilustrada na Figura 1.

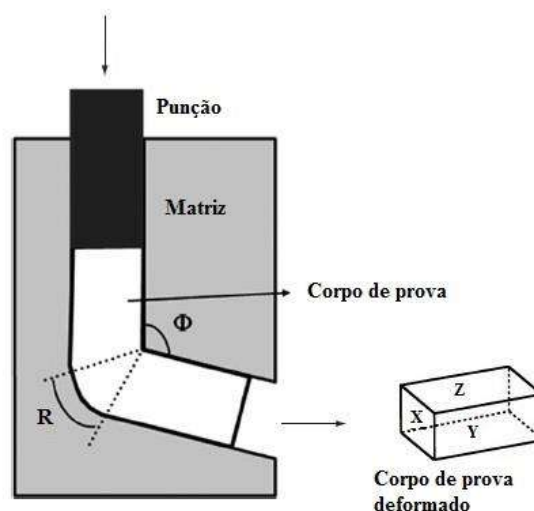


Figura 1: Ilustração esquemática do processo de prensagem por canais equiangulares e representação dos planos ortogonais. Adaptado de [12].

O ângulo de interseção dos canais,  $\Phi$ , determina o nível de deformação do processo. Assumindo que não haja atrito entre o corpo de prova e a matriz devido à lubrificação prévia,

a deformação verdadeira total após cada passe ( $N$ ), pode ser calculada pela Equação 2. Essa equação é aplicada para matrizes que possuem raio de adoçamento  $R$ .

$$\varepsilon = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cot \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{R}{2} \right) + R \operatorname{cosec} \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{R}{2} \right) \right] \quad (2)$$

São diversas as vantagens da técnica de ECAP, dentre elas estão, a melhoria das propriedades mecânicas, a produção de uma estrutura granular ultrafina e uma variedade de textura. Mas a principal vantagem dessa técnica é que o material pode ser altamente deformado sem que haja redução de sua seção transversal [10].

Uma vez que, a área da seção transversal se mantém inalterada, é possível realizar repetidas prensagens até que as deformações se acumulem em altos níveis. E a repetição dos passes de deformação permite que diferentes sistemas de deslizamento sejam ativados em cada passe, por meio da rotação do corpo de prova em diferentes ângulos. Cada ângulo é associado a uma rota de processamento de ECAP [10].

A Figura 2 ilustra as quatro rotas fundamentais definidas para o processamento de ECAP.

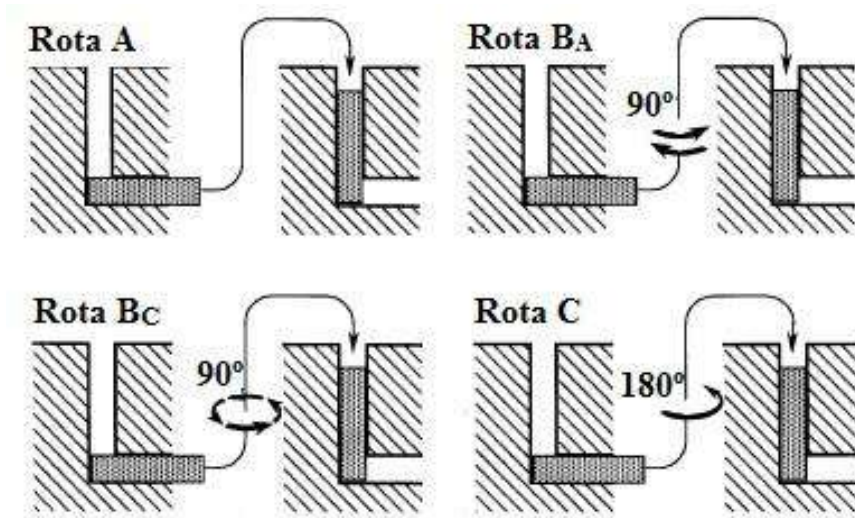


Figura 2: As quatro rotas fundamentais do ECAP. Adaptado de [10].

A rota A não envolve nenhuma rotação do corpo de prova entre os passes de deformação. A rota  $B_A$ , por sua vez, envolve rotações alternadas de  $90^\circ$  nos sentidos horário e anti-horário em relação à direção de prensagem. A rota  $B_C$  envolve rotações de  $90^\circ$  no mesmo sentido entre cada prensagem. E por fim, a rota C envolve rotações de  $180^\circ$  entre cada passe [10].

A ativação de diferentes sistemas de deslizamentos associados a essas quatro rotas podem ser vistos na Figura 3, onde X, Y e Z representam os três planos ortogonais. O plano X

é plano transversal perpendicular à direção do fluxo. O plano Y é o plano de fluxo ou de prensagem, paralelo ao plano da face lateral no ponto de saída da matriz. E o plano Z é o plano longitudinal, paralelo à superfície de topo no ponto de saída da matriz [13].

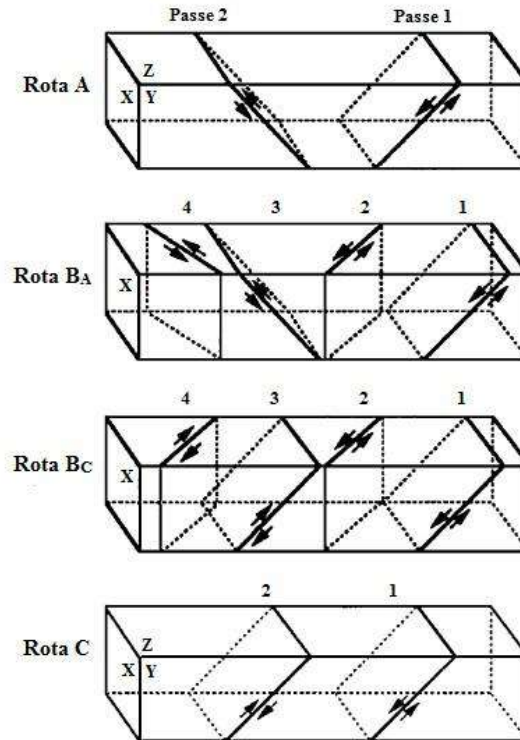


Figura 3: Sistemas de deslizamento associados às quatro rotas do ECAP. Adaptado de [10].

A rota C é caracterizada como sendo um processo de deformação redundante uma vez que a deformação é restaurada após cada passe. Isso porque, o cisalhamento ocorre no mesmo plano e somente sua direção é invertida em cada passe. Na rota  $B_C$ , o cisalhamento do primeiro passe se cancela no terceiro passe e o cisalhamento do segundo passe é cancelado no quarto passe. Por isso, essa rota também pode ser descrita como um processo de deformação redundante. Estudos têm mostrado que a rota  $B_C$  é a rota que fornece as condições ideais de processamento para a obtenção de uma microestrutura homogênea de grãos equiaxiais com contornos de alto ângulo. As rotas A e  $B_A$  não possuem essa característica restaurativa, já que dois planos de cisalhamento interceptam-se e as deformações são cumulativas em cada passe. Na rota A, os planos se interceptam em ângulos de  $90^\circ$ , enquanto na rota  $B_A$ , o ângulo de interceptação é de  $120^\circ$  [10,13].

Segal [11] observou que a repetição de passes oferece uma oportunidade de desenvolver diferentes microestruturas por meio da rotação em que o corpo de prova é submetido entre os passes consecutivos. Essa variação na rotação do corpo de prova leva a ativação de diferentes planos e direções de cisalhamento. Existem evidências experimentais

que mostram que a natureza da evolução microestrutural em processos de ECAP depende da rotação sofrida pela amostra entre cada passe. Com base nessas evidências, Furukawa e colaboradores [14] estudaram as características das deformações cisalhantes associadas ao processo de ECAP através de seis rotas: A, B<sub>A</sub>, B<sub>C</sub>, C, B<sub>A</sub>-A e B<sub>C</sub>-A. Observaram que após o primeiro passe, uma amostra com formato cúbico passa a ter formato romboédrico, logo as deformações seguintes dependerão do tipo de rotação em que a amostra será submetida. A partir da Tabela 3 concluíram que as rotas B<sub>C</sub> e C restauram o formato cúbico inicial, assim são preferíveis a rotas B<sub>A</sub> e A. Por sua vez a rota B<sub>C</sub> é preferível à rota C, visto que na última o plano Z não sofre deformações. Já a rota B<sub>A</sub>-A não se apresentou muito atrativa, pois a distorção aumenta com o número de passes para os três planos ortogonais. Por fim concluíram que a rota que otimiza o processo é a rota B<sub>C</sub>-A uma vez que combina a introdução de altas deformações em cada plano e suas conseqüentes recuperações a fim de se restaurar, após 8 passes, o formato cúbico inicial.

Tabela 1: Características de cisalhamento para as seis rotas analisadas. Adaptado de [14].

Rota	Plano	Número de passes								
		0	1	2	3	4	5	6	7	8
A	X	□	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	□	□	□	□	□	□	□	□
B <sub>A</sub>	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
B <sub>C</sub>	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
C	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	□	□	□	□	□	□	□	□
B <sub>A-A</sub>	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
B <sub>C-A</sub>	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱

Ainda em [14], Furukawa *et al.* analisaram a distorção do elemento cúbico durante cada rota do ECAP a fim de explicar o efeito de cada rota no refinamento do grão. Os autores argumentam que as rotas B<sub>C</sub> e C são mais efetivas do que as rotas B<sub>A</sub> e A. Isso porque, o elemento cúbico é restaurado após 4N passes na rota B<sub>C</sub> e 2N passes na rota C, enquanto que nas rotas A e B<sub>A</sub> este elemento se deforma continuamente. Valiev e Langdon [10] resumiram a efetividade das rotas no refinamento do grão quando uma matriz com o ângulo  $\Phi = 90^\circ$  é utilizada em rota B<sub>C</sub> > rota C > rotas B<sub>A</sub> e A. Apesar de essas duas teorias conseguirem explicar alguns resultados experimentais quando se utiliza uma matriz com o ângulo  $\Phi = 90^\circ$ , elas não são consistentes com os resultados obtidos a partir de amostras processadas através de uma matriz com um ângulo  $\Phi = 120^\circ$ . Para o último caso, os resultados apresentados por Gholinia *et al.* [5] mostraram que a rota A é mais efetiva no refinamento do grão e na formação de contornos de alto ângulo para a liga Al-3%Mg. A rota B<sub>C</sub> é levemente mais

efetiva do que a rota  $B_A$  enquanto a rota C é a menos efetiva. Os autores argumentam que na rota C a deformação cisalhante é revertida pela deformação do passe seguinte, caracterizando uma deformação redundante, isso torna esta rota menos efetiva no refinamento do grão. Por outro lado na rota A, a deformação é cumulativa. Porém esta teoria da deformação redundante não explica porque a rota  $B_A$  é menos efetiva do que a rota  $B_C$ , uma vez que a rota  $B_A$  também não envolve deformação redundante.

No geral, os estudos sobre refinamento de grão no ECAP mostram que o processo se inicia com a formação de subgrãos alongados e inclinados na direção do plano de cisalhamento após o primeiro passe. Nota-se ainda, um aumento na diferença de orientação cristalográfica dos subgrãos com o aumento do número de passes. E que, alguns desses subgrãos se tornam grãos com contornos de alto ângulo conforme o número de passes aumenta. Desta maneira, tem-se que durante a deformação, qualquer mecanismo que facilite a acumulação de discordâncias promove o refinamento de grão. A rotação da amostra de acordo com as rotas de processamento pode alterar a textura e a orientação dos grãos frente a deformação do passe seguinte. Isso significa que a microestrutura de subgrão pode variar de grão para grão dependendo da sua orientação individual. Assim, a orientação do grão determina a microestrutura de subgrãos e, esta por sua vez, governa o processo de subdivisão e a orientação de grãos e subgrãos. Além disso, a textura e a orientação do grão resultante do processo de laminação também vão afetar no processo de refinamento do grão. Conseqüentemente, a textura desenvolvida durante o processo de ECAP pode também desempenhar um papel importante no refinamento de grão em materiais policristalinos [15,16].

Mendes [3] caracterizou a evolução microestrutural da liga Al AA1070 deformada via ECAP pela rota A. O autor reportou que, após o primeiro passe de processamento via ECAP a microestrutura da liga Al AA1070, previamente laminada a quente, alterou consideravelmente. Esta alteração é justificada devido à intensa deformação a qual o material foi submetido durante o ensaio. O tamanho médio de grão encontrado após o 1º passe de foi de 5,2  $\mu\text{m}$ , uma redução significativa de aproximadamente 70% do tamanho de grão em relação ao tamanho inicial encontrado no material de partida. A microestrutura mostrou-se composta, principalmente, de uma estrutura bandeada constituída de grãos alongados. Essa microestrutura não homogênea já foi relatada em outros trabalhos sobre cristais de Al processados via ECAP após o primeiro passe de deformação [17]. Humphreys e Hatherly [18] relataram que é comum em ligas de alumínio deformada a frio, as células ou subgrãos se arranjam em bandas, geralmente alinhadas aos planos de cisalhamento. Uma microestrutura

semelhante foi encontrada por Kawasaki e colaboradores em [19] submetem via ECAP um alumínio de alta pureza. Observaram que, após o primeiro passe de deformação, a microestrutura se mostrou constituída de matrizes regulares de células e subgrãos alongados orientados paralelamente entre si e separados por contornos com caráter de baixo ângulo.

Após o segundo passe de deformação o material apresentou tamanho médio de grão de  $3,0 \mu\text{m}$ , o que representa uma redução de 42% do tamanho de grão em relação ao primeiro passe. Uma microestrutura composta por grãos alongados continuou a ser observada no material submetido ao segundo passe de deformação, porém com uma menor presença de subestruturas no interior dos grãos. Justificando a redução na fração de contornos de baixo ângulo para 0,57. Ao terceiro passe de deformação o valor do tamanho médio de grão foi de  $2,7 \mu\text{m}$ . E a fração de contornos de baixo ângulo reduziu para um valor de 0,42.

Nos passes seguintes a microestrutura da liga Al AA1070 processa via rota A, continuou a refinar-se, alcançando ao final do quinto passe de deformação o um tamanho médio de grão de  $2,4 \mu\text{m}$ , uma redução 85% em relação o tamanho de grão inicial do material partida. Verificou-se ainda, que após o quinto passe de deformação a morfologia dos grãos ainda se apresenta alongada, porém com elevada fração de contornos de alto ângulo, 0,69. O autor verificou que após os primeiros passes de deformação, a microestrutura caracterizou-se por uma elevada fração de contornos de baixo ângulo. Pois, nos estágios iniciais de refinamento são desenvolvidas estruturas de células de discordâncias com contornos de grãos de baixo ângulo, e estes se encontram em um estado de não equilíbrio. Com o aumento do numero de passes contornos atingiram um estado de maior equilíbrio evoluindo para contornos com caráter de alto. E essa evolução é considerada uma consequência natural da técnica de ECAP devido ao grande número de discordâncias introduzidas no material a cada passe de deformação. Assim, a tendência de crescimento na média da orientação cristalográfica dos contornos de grão com o aumento do número de passes, proporciona ao ECAP uma oportunidade única de uso como uma ferramenta na produção de materiais com diferentes, porém controladas, distribuições de orientação cristalográfica.

Ainda existem algumas questões divergentes sobre qual das rotas de ECAP e quantos números de passes são mais efetivos para a obtenção de grãos ultrafinos com contornos de alto ângulo, sendo a comparação entre as rotas, à linha de pesquisa mais estudada por diversos autores. No entanto, para cada experimento realizado as condições de processamento, material de partida e ferramentas de análise, por exemplo, são distintas. Não cabendo assim, a afirmação de preferência entre as principais rotas de ECAP.

Mendes [3] ainda em seu trabalho estudou o comportamento mecânico da liga Al AA1070 submetida ao ECAP via rota A por meio do ensaio de dureza Vickers. Foram analisadas as seções transversais do material de partida e do material após cada passe de deformação. Os resultados mostraram um acentuado aumento da medida de dureza após o primeiro passe. E este comportamento também foi relatado por diversos trabalhos [3, 6, 20-23] e pode ser explicado devido ao intenso refinamento do material após o primeiro passe de deformação. Além disto, notou-se que do primeiro passe para os demais passe a alteração nos valores de dureza não foi significativa levando-se em conta os desvios padrões. Este comportamento caracteriza um estado estacionário que se justifica pela ocorrência do fenômeno de recuperação dinâmica durante o processo de deformação via ECAP, onde a quantidade de defeitos gerados durante a deformação é compensada pela quantidade de defeitos eliminados pela movimentação das discordâncias [24].

Rezende [6] também avaliou o comportamento mecânico da liga Al AA1070 prensada via ECAP pela Rota B<sub>C</sub> em cinco passes, através de medidas de dureza Vickers. Encontrou que após o 1º passe a dureza aumentou 58%, aproximadamente, em relação ao material de partida e nos passes seguintes um estado estacionário foi observado. Notou ainda que após o 5º passe a dureza sofreu uma ligeira queda justificada pela atenuação do processo de recristalização dinâmica.

Iwahashi e colaboradores [20] compararam a evolução da dureza Vickers em relação ao número passes através da rota A e C para o alumínio de alta pureza e observaram que em ambas as rotas houve um aumento significativo na dureza, de aproximadamente o dobro, após o primeiro passe. Subsequentemente, a dureza sofreu um ligeiro aumento até o terceiro passe de deformação e posteriormente houve um decréscimo gradual em seus valores com os passes seguintes.

Muitas investigações sobre o ECAP têm mostrado que para obter uma microestrutura com granulometria ultrafina é necessário realizar o processo através de múltiplos passes. No entanto, o desenvolvimento de uma homogeneidade em função do número de passes e da rota utilizada ainda é uma questão crítica no processo de ECAP [25]. Logo, uma maneira de analisar tal questão experimentalmente é plotar a distribuição da dureza ao longo da seção transversal utilizando-se mapas. Mendes [3] plotou os mapas de dureza e verificou que a distribuição dos valores da dureza para a liga Al AA1070 prensada em canais equiangulares via rota A se apresentou heterogênea para todos os passes. Assim sendo, os resultados obtidos em relação ao comportamento mecânico, permitiram concluir que o processamento via ECAP, pelo menos para a rota A, não levou a um desenvolvimento de homogeneidade da distribuição



da dureza em nenhum dos cinco passes de deformação. O desenvolvimento de homogeneidade na distribuição da dureza em materiais processados via ECAP também foi estudado por Xu e Langdon em [25]. Reportaram que a dureza tanto para um alumínio puro quanto para uma liga Al-6061 cresceu de maneira significativa após o primeiro passe de deformação em aproximadamente o dobro em relação ao material de partida, conforme apresentado no presente trabalho. O Al puro, igualmente ao reportado neste estudo, alcançou um valor máximo de dureza após o segundo passe de deformação e este se manteve em praticamente o mesmo nos passes subsequentes. Já para a liga Al-6061 houve um pequeno aumento adicional no valor de dureza até o sexto passe de deformação. Xu e Langdon explicaram que, este comportamento para o alumínio puro pode ser atribuído ao fato de ele possuir uma elevada energia de defeito de empilhamento, uma alta taxa de endurecimento por deformação e uma rápida taxa de recuperação.

### **3.3.1 O mecanismo de refinamento do grão promovido pelo ECAP**

Ainda que diversos trabalhos reportem a evolução microestrutural de materiais processados via DPS, o mecanismo exato de refinamento de grãos ainda não está bem definido. De acordo com Langdon [26] um primeiro modelo para tal mecanismo foi inicialmente desenvolvido para explicar os resultados obtidos em ferro puro processado em HPT (*High pressure torsion*). Neste modelo, uma alta densidade de discordâncias é introduzida nos primeiros estágios de deformação levando à formação de uma estrutura intragranular constituída de grossas paredes de células com baixo ângulo de orientação. Conforme a deformação aumenta, a densidade de discordâncias nas paredes celulares aumenta simultaneamente. Assim, as discordâncias de sinais opostos se aniquilam levando a uma diminuição na espessura das paredes celulares. E as discordâncias de mesmo sinal em excesso levam à formação de uma estrutura de grãos ultrafinos separados por contornos de alto ângulo de não equilíbrio. O autor considera este modelo adequado para ser aplicado ao ECAP uma vez que fornece uma explicação para o aumento da diferença de orientação cristalográfica dos contornos com o aumento do número de passes. Todavia, este modelo é insuficiente, pois prediz um aumento gradual de refinamento na microestrutura com o aumento da tensão e isso não é consistente com os resultados obtidos pelo autor. Além do mais, este modelo não relaciona a formação de subgrãos e a ocorrência de deslizamentos dentro do grão.

Baseado no modelo desenvolvido para ferro puro processado em HPT, Langdon [26] propôs um modelo de refinamento de grão no ECAP. A Figura 4 apresenta a ilustração esquemática do modelo de refinamento de grãos proposto por ele, onde cada desenho

representa a aparência da microestrutura no plano Y para os passes 1, 2 e 4 das rotas A, B<sub>C</sub> e C, e  $\eta$  representa a variação angular total para os vários sistemas de deslizamento. E ainda, a largura das bandas de subgrão que compõem a microestrutura é definida sendo igual a “d”.

Diversos sistemas de deslizamento se interceptam quando a rota B<sub>C</sub> é empregada o que gera uma alta densidade de discordâncias. Dessa maneira, pode-se assumir que estas discordâncias irão se rearranjar e se aniquilar a fim de formar estruturas com o intuito de minimizar energia (LEDS – *Low Energy Dislocation Structure*), de maneira similar à evolução proposta pelo modelo do HPT. Assim quando a rota B<sub>C</sub> é utilizada formam-se, em cada plano ortogonal, grãos equiaxiais conforme ilustrado na Figura 5. Porém comportamento oposto é encontrado nas rotas A e C, onde o desenvolvimento de grãos equiaxiais é menos avançado e os grãos se mantêm alongados após o quarto passe em virtude da baixa variação angular,  $\eta$ . A ocorrência deste comportamento decorre das condições nas quais os planos de cisalhamento se interceptam em cada rota. Na rota C, quando visto do plano Y, o encontro desses planos ocorre consistentemente em um ângulo de 45° com a direção de prensagem. Já na rota A os planos de cisalhamento se encontram a 8°, 11°, 18° e 45° com a direção de prensagem associados ao passe 1, 2, 3 e 4 respectivamente. Desse modo é sugerido que os grãos ou subgrãos alongados se encontram a uma média de ângulo de aproximadamente 20° com a direção de prensagem [26].

A consistência entre a esquematização da evolução do refinamento de grão e os resultados experimentais fornece um grande suporte ao modelo de refinamento de grãos em ECAP proposto por Langdon.

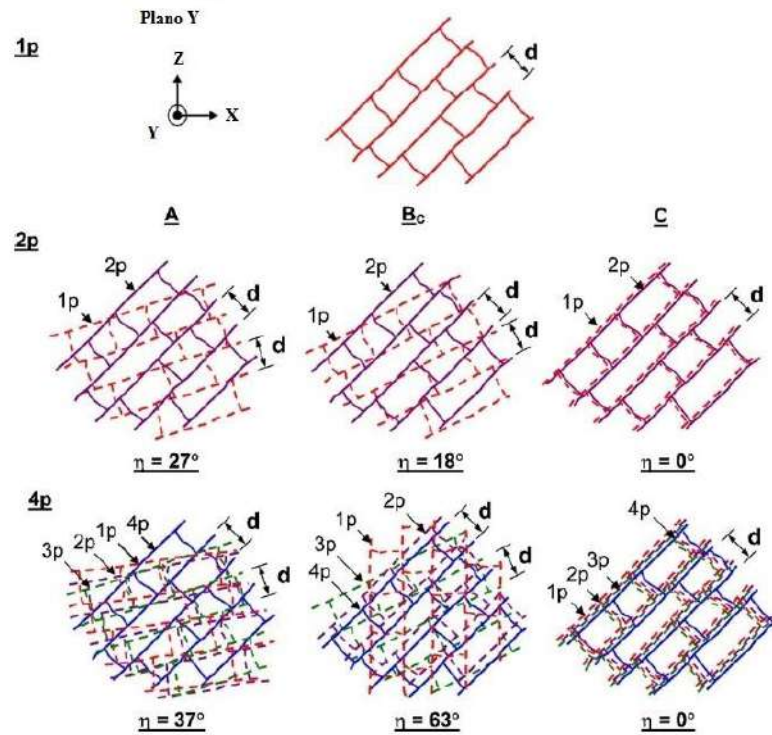


Figura 4: Modelo de refinamento de grão no ECAP mostrando as bandas de subgrãos, com largura  $d$ : os resultados são ilustrados no plano Y após 1, 2 e 4 passes usando as rotas A, BC e C, indicadas pelas cores vermelho, roxo, verde e azul correspondendo ao 1º, 2º, 3º e 4º passe, respectivamente. Adaptado de [26].

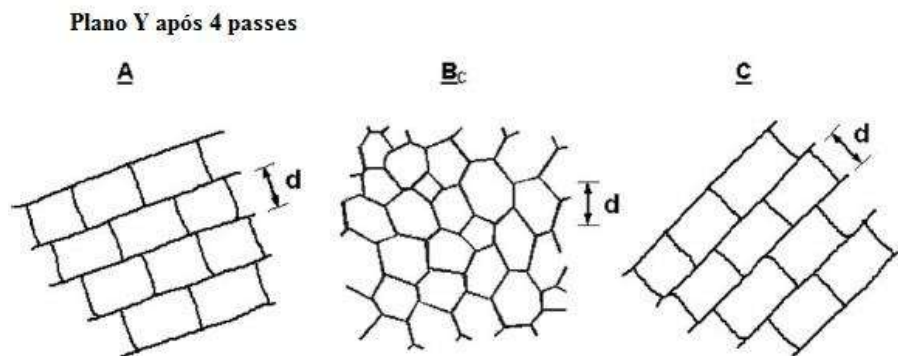


Figura 5: Aparência da microestrutura no plano Y após 4 passes usando as rotas A, BC e C. Adaptado de [26].

Xu *et al.*[23] também desenvolveram um modelo de refinamento de grão no ECAP, porém, somente para materiais com estrutura cúbica de face centrada e utilizando apenas a rota  $B_C$ . Neste modelo, o desenho esquemático mostra a microestrutura após 1, 2, 4 e 8 passes de deformação e apresenta  $\xi$  como sendo a fração de contornos que apresentam caráter de alto ângulo. Após o oitavo passe, considera-se que a fração de contornos de alto ângulo alcança

uma média de 62%. Analogamente ao modelo proposto por Langdon [26], neste também há a formação inicial de uma estrutura composta de subgrãos alongados e com a aplicação de passes consecutivos e da rotação da estrutura, grãos equiaxiais são gerados. Propõe-se também que após o quarto passe de deformação a estrutura se torna mais homogênea e que após o oitavo passe ela sofre poucas mudanças. Este equilíbrio é obtido devido ao rearranjo da estrutura para uma configuração de baixa energia. Os pesquisadores puderam então concluir que o tamanho final do grão é ditado pela largura da banda de subgrão introduzida no primeiro passe de deformação.

Mendes [3], Rezende [6], Hauegen [21] e Castro [4] caracterizaram a microestrutura da liga Al AA1070 ao longo dos cinco passes de deformação via ECAP pelas rotas A, B<sub>A</sub>, B<sub>C</sub> e C respectivamente. Verificaram que a evolução para as quatro rotas foi de acordo com o modelo de refinamento de grãos proposto por Langdon [26]. E que os principais mecanismos responsáveis pela redução do tamanho de grão foram a fragmentação e rotação de grão, conforme sugerido por Valiev e Langdon [10].

### **3.4 ESTADO DEFORMADO**

Durante o processo de deformação plástica a microestrutura de um metal sofre sucessivas mudanças, principalmente quanto ao formato dos grãos e ao desenvolvimento de discordâncias. Essas discordâncias passam a interagir entre si. As de sinais opostos se aniquilam, enquanto a maior parte se dissocia levando a multiplicação das mesmas e por consequência a formação de subestruturas mais complexas [24,27]. Essas subestruturas são formadas por arranjos de discordâncias que tendem a se agrupar em células ou subgrãos, a fim de acomodar as crescentes tensões geradas e também as crescentes diferenças de orientação entre cristais. A estrutura será de células de discordâncias quando o contorno deste conjunto for difuso, caso este contorno seja bem definido a estrutura será de subgrãos. A diferença de orientação entre esses subcontornos exibe caráter de baixo ângulo, geralmente menor do que 15° [24].

O modelo de subdivisão dos grãos propõe que o processo de deformação plástica ocorre em duas escalas: macroscópica e microscópica. Na escala macroscópica, os grãos grosseiros subdividem-se em diferentes componentes cristalográficos através da rotação do cristal e da formação de bandas de deformação e de cisalhamento. Microscopicamente, a subdivisão do cristal continua a ocorrer por meio da multiplicação de discordâncias e da formação de contornos geometricamente necessários a fim de acomodar as crescentes mudanças de orientação [27]. Os contornos geometricamente necessários são formados por

arranjos complexos de discordâncias. Eles separam os cristalitos que se deformam por ativação de diferentes sistemas de escorregamento e/ou diferentes amplitudes de tensão. As células de discordâncias com formato equiaxial representam os menores volumes desta subdivisão. Numa maior proporção, após pequenas e médias deformações ( $\epsilon = 0,06 - 0,8$ ), os grupos de células de discordâncias são separados por densas paredes de discordâncias (DDW – *Dense Dislocation Walls*) e quando essas paredes são mais espessas, são chamadas de microbrandas (MB - *Microbands*). Quando a deformação aumenta as células de discordâncias se achatam e as DDWs e MBs são substituídas por contornos lamelares (LB – *Lamellar Boundaries*). Uma fração significativa desses contornos possui caráter de alto ângulo. Com o aumento gradativo da deformação, estes contornos lamelares com caráter de alto ângulo tendem a alinhar-se com a direção de laminação. E ainda devido ao aumento de deformação o espaçamento interlamelar diminui e conseqüentemente a diferença de orientação entre as regiões delimitadas pelos contornos aumenta [28]. Esse mecanismo de subdivisão do grão é fundamental no refinamento obtido na DPS [1].

A deformação plástica ocasionalmente ocorre de maneira homogênea nos metais. A tendência natural é que as deformações plásticas ocorram localmente em determinadas regiões do material. Materiais com grãos mais finos tendem a desenvolver uma estrutura de deformação mais homogênea, enquanto que as heterogeneidades de deformação tendem a se desenvolver em metais com estrutura granular grosseira. Essas heterogeneidades de deformação são constituídas por arranjos de discordâncias específicos que subdividem a microestrutura [28].

No primeiro passe de deformação em ECAP a fração de contornos de baixo ângulo é elevado devido à quantidade de defeito gerado na microestrutura. Com o aumento do número de passes, a deformação acumulada é alta e os contornos de baixo ângulo evoluem para caráter de alto ângulo, resultando em uma microestrutura altamente refinada com elevada fração de contornos de alto ângulo [29]. Pode-se considerar que apenas um estágio é envolvido na formação dos grãos refinados a partir desse conceito, e ocorre de forma homogênea em todo o volume. Esse mecanismo de refinamento é referido na literatura como recristalização dinâmica contínua [1,18].

É válido ressaltar que na DPS a formação de uma microestrutura refinada é acompanhada de redução significativa da densidade de discordância. Desta forma, Sakai *et al.* [1] explicam que os materiais severamente deformados possuem grãos finos quase livres de discordâncias. Tal afirmação foi comprovada por Belyakov *et al.* [29]. Análises de microscopia eletrônica de transmissão indicaram a presença de grandes distorções no interior

da microestrutura refinada. Os grãos selecionados para a avaliação dessas distorções não apresentaram discordâncias em seu interior, assim, os autores atribuíram as distorções elásticas e as tensões internas ao estado de não equilíbrio dos contornos de alto ângulo gerados durante a deformação severa. Essas tensões internas podem atuar como barreiras a movimentação das discordâncias, portanto, podem ser responsáveis pela diminuição da densidade de discordâncias e também pela elevada dureza apresentada por esses materiais.

### **3.5 ESTADO RECOZIDO**

O comportamento frente ao recozimento de metais é um assunto frequentemente estudado devido a grande importância de se controlar a microestrutura e textura final. Ademais, a microestrutura resultante dos fenômenos de recristalização dinâmica contínua e/ou descontínua são instáveis em temperaturas elevadas [1]. Desta forma, tratar termicamente o material após a deformação severa a frio objetiva reduzir as tensões internas e levando os contornos de alto ângulo a um estado de equilíbrio [1,29].

Zhao e seus colaboradores estudaram em [30] o efeito do recozimento na microestrutura e nas propriedades mecânicas de um alumínio comercialmente puro. Os autores observaram que a estrutura lamelar evoluiu para uma estrutura com grãos equiaxiais logo nos primeiros instantes do tratamento. Notaram ainda, um aumento drástico na fração de contornos de alto ângulo (29,3% a 76,3%) na temperatura de 60 °C, que é bem abaixo do valor que foi estipulado para o presente trabalho, e os contornos continuaram a evoluir com o aumento da temperatura. Ao final o tratamento foi constatado uma diminuição considerável na densidade de discordâncias reduzindo assim os valores de dureza do material. Esse decréscimo justifica o aumento da fração de contornos de alto ângulo. O tamanho final do grão depende principalmente do grau de deformação e, em menor grau, da temperatura de recozimento, sendo normalmente menor quanto maior o grau de deformação e menor a temperatura de recozimento. Quanto maior o tamanho de grão original, maior a quantidade de deformação necessária para fornecer temperatura e tempo de recristalização, equivalentes [31].

O comportamento de recozimento de um alumínio severamente deformado plasticamente por ECAP, foi estudado por Yu e seus colaboradores em [8]. Ao contrário da estrutura convencional trabalhada a frio, foi notado que o alumínio severamente deformado continha a maioria de seus grãos e subgrãos livres de discordâncias em seu interior e a maioria dos contornos era de alto ângulo. Devido a essa estrutura já com algum equilíbrio e elevada fração de contornos de alto ângulo foi observado um crescimento de grão limitado

nas amostras recozidas a uma temperatura de 275 °C. Assim, a fronteira entre grãos "recristalizados" e "não recristalizados" nesta estrutura severamente deformada se apresentou bastante desfocada. Concluíram então, que o comportamento frente ao recozimento pode ser considerado como um processo de crescimento de grão contínuo, ou recristalização contínua, pois se tornou muito difícil a distinção entre os grão recristalizados e não recristalizados. E também porque, a textura resultante do ECAP pouco se modificou após o crescimento significativo dos grãos.

Um estudo sobre o comportamento do alumínio de elevada pureza deformado por ECAP e submetido ao recozimento também foi realizado por Cao e seus colaboradores [7]. Verificou-se que, para as amostras submetidas a um passe de deformação o recozimento resultou num processo de recristalização descontínua convencional. A ocorrência de recristalização descontínua é justificada pela elevada fração de contornos de baixo ângulo, logo a evolução da microestrutura durante o recozimento envolve os dois estágios de nucleação e crescimento. Com o aumento do número de passes de deformação e por consequência aumento da fração de contornos de alto ângulo, esse processo foi considerado misto pois, continuou sendo observado em alguns pontos o processo de recristalização descontínua, mas com prevalência de recristalização contínua.

### **3.5.1 Fenômenos de restauração**

Durante o recozimento, a microestrutura e as propriedades de um metal deformado podem ser parcialmente restaurados para os seus valores iniciais, por meio da recuperação, onde ocorre o rearranjo a aniquilação de discordâncias. As modificações microestruturais que ocorrem durante esse fenômeno são relativamente homogêneas e normalmente não afetam os contornos dos grãos deformados. A recuperação pode ocorrer de maneira semelhante durante a deformação em processamentos termomecânicos e é denominada recuperação dinâmica. O fenômeno de recuperação geralmente envolve apenas uma restauração parcial das propriedades, pois as estruturas de discordâncias não são completamente removidas, mas atingem um estado metaestável [18].

Este fenômeno envolve uma sequência de eventos que alteram a estrutura de células de discordâncias. Durante a recuperação, as discordâncias são reagrupadas de forma que àquelas de sinais opostos se aniquilam e as restantes se rearranjam, formando subcontornos que levam a diminuição da energia armazenada. Esse mecanismo é denominado de poligonização [32,33]. O termo recuperação engloba todas as mudanças que não envolvem a varredura da estrutura deformada pela migração de contorno de alto ângulo. A estrutura

crystalina mantém suas características, enquanto a densidade dos defeitos no interior dos grãos e sua distribuição mudam [31].

As mudanças microestruturais que ocorrem durante a recuperação são:

1. Reação entre defeitos puntiformes, levando a uma diminuição da quantidade dos mesmos;
2. Aniquilação de discordâncias de sinais opostos e encolhimento dos anéis de discordâncias;
3. Rearranjo de discordâncias de modo a formar configurações de menor energia;
4. Formação de contornos de alto ângulo.

Essas mudanças microestruturais ocorrem de acordo com a ativação térmica, por exemplo, em temperaturas maiores que  $0,2 T_f$  (temperatura de fusão absoluta) ocorrem principalmente a aniquilação de intersticiais e lacunas e a migração de defeitos puntiformes para contornos de grão e discordâncias. Já em temperaturas na faixa de  $0,2$  a  $0,3 T_f$  tem-se a aniquilação de discordâncias de sinais opostos assim como o rearranjo das mesmas, de maneira a delinear os subcontornos de grão, também denominado contornos de baixo ângulo. Uma vez que a formação de subgrãos se dá por meio dos mecanismos em grande escala de escorregamento com desvio e escalada uma maior ativação térmica é requerida, assim acontecem geralmente em temperaturas maiores que  $0,4 T_f$  [33]. Os vários estágios da recuperação em um metal deformado plasticamente estão representados na Figura 6.



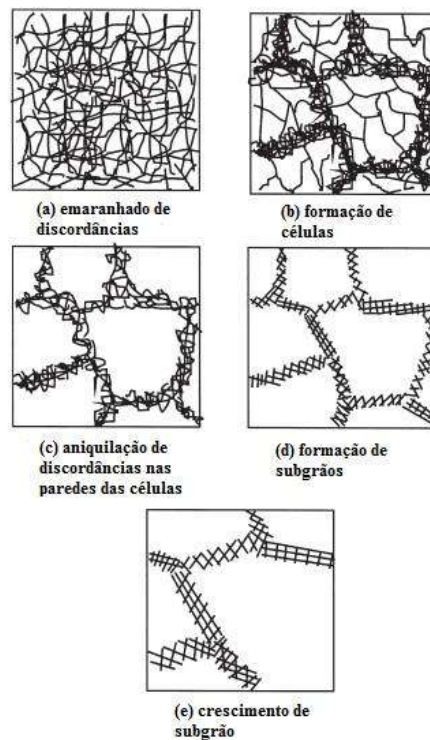


Figura 6: Representação dos vários estágios da recuperação em metal deformado plasticamente. Adaptado de [18].

Outro fenômeno de restauração denominado recristalização consiste na formação de novos grãos livres de discordâncias no interior da estrutura deformada ou recuperada. Estes por sua vez, crescem e consomem os grãos antigos, resultando em uma nova estrutura granular com baixa densidade de discordâncias [18]. A recristalização pode ser tratada como uma transformação de fases que se dá por meio de nucleação e crescimento. As modificações microestruturais que geralmente ocorrem durante a recristalização são: absorção de defeitos pontiformes e discordâncias por contornos de alto ângulo em migração e redução da área total de contornos de grão [33]. Apesar de a recristalização remover as discordâncias, alguns contornos de grãos ainda presentes no material são termodinamicamente instáveis. Uma condição mais estável pode ser alcançada através de um recozimento adicional. Este processo pode acarretar o crescimento de grãos, onde os grãos menores são eliminados e os maiores crescem e contornos assumem uma configuração de menor energia. Porém em algumas circunstâncias, pode ocorrer o crescimento seletivo de alguns grãos maiores ao invés do crescimento normal esperado. Este fenômeno é denominado como o crescimento anormal de grãos ou de recristalização secundária [18].

Recuperação e recristalização são fenômenos competitivos, pois ambos são governados pela energia armazenada durante o processo de deformação. Uma vez que a recristalização já ocorreu e a subestrutura deformada já foi consumida, não será possível a

ocorrência de recuperação adicional. A extensão da recuperação irá depender, dessa maneira, da facilidade com que a recristalização ocorre. Por outro lado, visto que a recuperação diminui a força motriz para a recristalização, uma recuperação significativa pode ocorrer previamente, influenciando dessa maneira a natureza e a cinética de recristalização [18].

A recuperação e recristalização, quando ocorrem durante a deformação do material, principalmente a elevada temperatura são denominadas de recuperação dinâmica e recristalização dinâmica [18]. Assim esses fenômenos são diferenciados daqueles que ocorrem durante o tratamento térmico, denominados de recuperação estática e recristalização estática. De acordo com Stuwe e colaboradores [33] a ocorrência da recristalização dinâmica está associada à geração de um número grande de defeitos durante a deformação a quente. Esses defeitos não podem ser eliminados apenas por recuperação dinâmica, seja devido às altas taxas de deformação ou devido à baixa EDE do material, aumentando o potencial termodinâmico para a recristalização. Na maioria das condições de deformação a quente, a nucleação da recristalização dinâmica ocorre preferencialmente nos contornos de grão. Esse mecanismo consiste na nucleação dos novos grãos em etapas, que avançam sequencialmente para o interior do grão original, e é conhecido pela formação de colares sucessivos (“*necklacing*”).

### **3.5.1 Fenômenos de restauração em materiais severamente deformados**

Em metais encruados, a recristalização estática ocorre quando o material é tratado termicamente em temperaturas superiores a metade da temperatura de fusão, ou seja,  $0,5 T_f$ ; esta é a temperatura na qual o material se recristaliza inteiramente e é usualmente denominada como temperatura de recristalização [1]. No caso do alumínio, a temperatura de fusão é  $660\text{ }^\circ\text{C}$  ( $933,15\text{ K}$ ), segundo a ABAL [34], logo, a temperatura de recristalização é aproximadamente  $330\text{ }^\circ\text{C}$  ( $603,15\text{ K}$ ). Contrastando, a recristalização dinâmica convencional ocorre quando o material é deformado em processo termomecânicos em temperaturas superiores à  $0,5 T_f$ . Os novos grãos nucleiam durante a deformação e crescem com o aumento da deformação acumulada, consumindo a matriz deformada [1,18]. Semelhantemente à recristalização estática descontínua, há uma transformação gradual dos subgrãos formados principalmente na vizinhança dos grãos dos núcleos delineados por contornos com caráter de alto ângulo. Esses processos dinâmicos envolvendo o estágio de nucleação de grãos, é análogo ao que ocorre durante a recristalização estática descontínua e comumente chamado de recristalização dinâmica descontínua. Diferentemente, no mecanismo de recristalização dinâmica contínua, os novos grãos são formados em decorrência do aumento da desorientação

dos contornos dos subgrãos gerados pela contínua acumulação de discordâncias introduzidas pelas altas deformações [1]. Ou seja, as mudanças na microestrutura estão relacionadas com a evolução contínua de contornos com caráter de baixo ângulo em contornos alto ângulo devido ao acúmulos desses defeitos. Desta forma, a fração de contornos de alto ângulo gradualmente se eleva durante a deformação, até que quase todos os grãos sejam delineados por este tipo de contorno [1,18]. Em metais com elevada EDE, como o alumínio e suas ligas, a recristalização dinâmica contínua só ocorre, se acompanhada de recuperação dinâmica. Condição essa, que se estende em todo o intervalo de temperatura de processamento,  $0 < T/T_f < 1$  [1].

Em materiais severamente deformados ( $\epsilon > 3$ ), a microestrutura resultante da recristalização dinâmica contínua evolui homogeneamente em grão refinados. Essa microestrutura é caracterizada por contornos de alto ângulo de não equilíbrio e com elevada densidade de discordâncias em seu interior. Com seu posterior recozimento, o coalescimento de grãos é limitado e acompanhado da transformação de contornos de não equilíbrio para contornos equilibrados. E ainda como, a mudança textura é mínima, a recristalização estática contínua, ou simplesmente recristalização contínua é considerada um processo que envolve apenas um estágio, diferindo assim da recristalização estática convencional ou descontínua, processo que ocorre em dois estágios: nucleação e crescimento. O coalescimento normal de grãos ocorre somente após a completa recristalização de modo contínuo [1].

Durante a deformação plástica severa os novos grãos são formados sem aplicação de um tratamento térmico subsequente. Esses grãos refinados são delineados por contornos de alto ângulo de não equilíbrio e podem ser transformados em contornos de alto ângulo equilibrados com o posterior recozimento. A principal distinção entre os novos grãos resultantes da recristalização estática descontínua e da recristalização dinâmica contínua é que os contornos de alto ângulo no primeiro caso são formados durante o recozimento, enquanto no segundo caso se originam durante a deformação plástica severa [1]. Os núcleos são formados nos materiais durante a deformação plástica, seja ela alta ou baixa. No entanto, sua conversão em grãos é diferente na recristalização estática descontínua (baixa deformação) e recristalização dinâmica contínua (alta deformação). Em condições de baixa deformação, os núcleos se desenvolvem durante o recozimento, enquanto naquelas envolvendo elevadas deformações, eles são delineados por contornos de alto ângulo de não equilíbrio com elevada densidade de discordâncias. Durante a recristalização estática descontínua, a distribuição dos núcleos de novos grãos não é homogênea e seu crescimento envolve a migração de longo alcance dos contornos de alto ângulo. Se um material com granulometria ultrafina, proveniente da recristalização dinâmica contínua é recozido, a migração de contornos de alto

ângulo é de curto alcance e ocorre de forma homogênea. Ou seja, a forma como os novos grãos são formados tem mais relação com intensidade da deformação do processo do que com as condições de recozimento em si. Logo, em processos com baixas deformações, o tratamento térmico de recozimento desempenha o papel mais importante na formação de novos grãos, enquanto, em processos cuja deformação é severa, o papel principal na formação de novos grãos é desempenhado pela própria deformação [1].

### 3.5.2 Cinética de recristalização

#### 3.5.2.1 O modelo de JMAK

Durante o recozimento a energia armazenada é liberada por meio da recuperação e recristalização. A recuperação envolve o rearranjo de discordâncias, formação de subcontornos de grão, aniquilação de discordâncias de sinais opostos e queda do potencial termodinâmico sem avanço de interfaces. A recristalização é termicamente ativada pela energia armazenada e leva ao desenvolvimento de uma nova estrutura de grãos com baixa densidade de discordância, por meio da formação e migração de contornos de alto ângulo [35]. Esse fenômeno ocorre por meio da nucleação e crescimento de grão. A nucleação corresponde à aparição de novo grãos e durante o crescimento, esses novos grãos tomam lugar da microestrutura deformada [18]. Neste contexto, a teoria proposta por Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov, o modelo de JMAK, tem sido amplamente empregada para descrição da cinética de recristalização de um material [18]. Este modelo considera que os grãos crescem na matriz deformada com uma taxa linear, que os núcleos são esferas e seu crescimento é isotrópico. Ou seja, o volume de cada grão varia com o cubo de seu raio e a fração do material recristalizado ( $X_V$ ) aumenta rapidamente com o tempo. Considera ainda, que a amostra recristalizada é infinita e a nucleação ocorre de maneira aleatória e homogênea [18,36,47].

Supondo-se que os núcleos crescem independentemente um do outro, isto é, sem a ocorrência do “*impingement*”, é possível obter a fração recristalizada no espaço estendido,  $X_{VEX}$ . É como se os grãos crescessem uns para dentro dos outros, assim o volume total recristalizado é muito maior do que o real. E para calcular a fração recristalizada no espaço estendido é necessário definir a taxa de nucleação, a forma e a taxa de crescimento dos grãos estendidos [18,36,37].

A fração recristalizada em função do volume estendido é expressa pela Equação 3:

$$X_V = 1 - \exp(-X_{VEX}) \quad (3)$$

ou ainda, de uma forma mais genérica, pela Equação 4:

$$X_V = 1 - \exp(-kt)^n \quad (4)$$

onde  $k$  e  $n$  são constantes. Esta equação é conhecida por equação de Avrami ou equação JMAK.

A recristalização é usualmente descrita graficamente pela evolução da fração recristalizada em função do tempo, cuja curva tem a forma sigmoideal, característica das transformações que ocorrem por nucleação e crescimento. A princípio, observa-se um período de incubação referente ao tempo que se decorreu até a formação dos primeiros grãos recristalizados. Em sequência, verifica-se um aumento na taxa de nucleação e por fim, uma queda dessa taxa quando a fração recristalizada tende à 1. A constante  $n$  pode variar de acordo com a Tabela 4 [18,31].

Tabela 2: Valores da constante  $n$  de acordo com a dimensão do sistema analisado e com o tipo de nucleação ocorrida na matriz deformada. Adaptado de [18].

<b>Dimensão de análise</b>	<b>Saturação de Sítios</b>	<b>Nucleação a uma taxa constante</b>
3D	$n = 3$	$n = 4$
2D	$n = 2$	$n = 3$
1D	$n = 1$	$n = 2$

Saturação de sítio é quando todos os núcleos começam a crescer no mesmo instante de tempo, ou seja, os núcleos crescem a partir de  $t = 0$ . Já a taxa de nucleação constante considera que os núcleos vão surgindo com o tempo [31].

As análises acima supõem que até o “*impingement*”, os grãos crescem isotropicamente em três dimensões. Caso os grãos sejam restringidos pela geometria da amostra ou por alguma restrição microestrutural interna, eles se limitam a crescer apenas em uma ou duas dimensões e dessa forma, o expoente JMAK é menor do que os valores da Tabela 4 [18].

A teoria JMAK se baseia em modelos matematicamente exatos que corrigem os cálculos de evolução dos grãos quando eles se encontram dentro da matriz. Desta forma, sua fundamentação física baseia-se em algumas suposições conforme descrito anteriormente. No entanto, existem algumas situações em que estas suposições não são verdadeiras podendo acarretar erros na análise do processo experimental. Um exemplo clássico é a suposição de nucleação aleatória em materiais que contêm precipitados, maclas ou bandas de deformação. Uma vez que, resultados experimentais e teóricos sugerem que os núcleos surgem preferencialmente nestes locais de maior energia [18,36,37].

As constantes  $k$  e  $n$  podem ser calculadas fazendo um gráfico de  $\ln(-\ln(1-X_V)) \times \ln(t)$  e realizando uma regressão linear para se obter a reta que melhor se ajusta aos resultados experimentais. Silva Filho *et al.* [37] estudando a cinética de recristalização de um aço microligado processado via ARB, encontrou os valores de 1,07 para  $n$  e  $4,5 \times 10^{-4}$  para  $k$ . O autor concluiu que o método JMAK não poderia ser usado para se obter conclusões sobre a forma de nucleação de novos grãos, uma vez que, os valores encontrados diferiram daqueles que indicam saturação de sítio e taxa de nucleação constante. Concluiu ainda, o modelo JMAK forneceu uma análise quantitativa da cinética de recristalização do aço microligado, no entanto, diferindo do comportamento real, como mostraram os valores de  $n$  e  $k$ . Este fato pode estar relacionado com as hipóteses simplificadoras do modelo, que nem sempre se ajustam a casos reais.

Na verdade, é muito incomum encontrar dados experimentais que, em análise detalhada, exibam uma boa concordância com a cinética de recristalização proposta pelo modelo de JMAK [37]. Ou o *plote* de Avrami é não linear, ou sua inclinação é inferior a 3 ou ambos. Outro exemplo é o trabalho de Vandermeer e Gordon [38] em 40% de alumínio laminado a frio contendo pequenas quantidades de cobre. A inclinação da curva do *plote* de Avrami foi de 1,7. Logo, esse desvio da cinética de recristalização do ideal linear da teoria de JMAK e os baixos valores do expoente de Avrami que são comumente encontrados em investigações experimentais são, na maioria dos casos, diretamente atribuíveis a heterogeneidade da microestrutura. Isso leva a distribuição não aleatória de sítios de nucleação e da energia armazenada, além de uma taxa de crescimento que diminui ao longo do tempo [18].

Conclui-se, portanto, que a teoria de JMAK discutida acima é muito simples para modelar quantitativamente um processo tão complexo quanto à recristalização. Em particular, a mudança na microestrutura durante a recristalização precisa ser descrita por mais parâmetros do que a fração do material recristalizado [18].

### **3.5.2.2 Metodologia do caminho microestrutural**

O estudo da cinética de recristalização envolve também a análise das interfaces. Essas interfaces podem ser entre regiões recristalizadas e deformadas (não recristalizadas), e entre duas regiões recristalizadas. Assim, a microestrutura pode ser caracterizada pela relação entre a área interfacial por unidade de volume entre o material recristalizado e não recristalizado ( $S_V$ ) e a área interfacial estendida ( $S_{VEX}$ ) [36], pela Equação 5:

$$S_V = (1 - X_V) S_{VEX} \quad (5)$$

Ainda, a fração de área interfacial de volume estendida pode ser calculada pela Equação 6:

$$S_{VEX} = Bt^m \quad (6)$$

onde  $t$  é o tempo de recozimento e  $B$  e  $m$  são constantes do material. Agrupando as Equações 3 e 5, tem-se a Equação 7:

$$S_V = (-\exp(-X_{VEX}))S_{VEX} \quad (7)$$

Dehoff [39] correlacionou então, o caminho microestrutural percorrido pelo material por meio da Equação 8:

$$S_V = (1 - \exp(-Kt^n))Bt^m \quad (8)$$

Buscando aproximar mais da condição real os resultados obtidos a partir do modelo de JMAK, Vandermeer e Rath utilizaram em seu trabalho [40], o conceito de caminho microestrutural proposto por Gokhale e Dehoff [41]. Assim, o modelo do caminho microestrutural pode ser descrito pela Equação 9:

$$S_V = C(1 - X_V)^q \quad (9)$$

onde,  $q$  é uma constante que descreve o tipo de nucleação:  $2/3$  para saturação de sítio e  $4/3$  para nucleação constante, e  $C$  é uma constante que se refere ao fator geométrico de crescimento [37]. Particularmente, os valores experimentais de  $q$  podem ser usados para avaliar o caráter “*impingement*” dos novos grãos [42].

A metodologia do caminho microestrutural fornece maiores detalhes sobre as taxas de nucleação e crescimento de grão a partir das análises experimentais, do que o modelo JMAK. Embora também para o caso deste modelo, seja necessário assumir que a distribuição dos núcleos na recristalização é aleatória e que a recristalização ocorre de maneira homogênea. No entanto, em materiais reais, onde a recristalização é heterogênea e os grãos nucleiam em maior quantidade nos sítios preferenciais gerados no processo de deformação, e também, onde mecanismos de recuperação estão atuando antes da recristalização, existe um afastamento das condições consideradas no modelo [18].

Torres *et al.* [36] ao desenvolverem um código 3D para simular a recristalização pelo método do autômato celular, estudaram a influência da distribuição dos núcleos na cinética e no caminho microestrutural. Concluíram que o tempo para que a recristalização se dê por completa é menor para um arranjo periódico quando com o aleatório, devido à interferência entre os grãos. Já, quando a nucleação é periódica, os núcleos ficam equidistantes, o que permite que as interfaces dos grãos avancem na matriz deformada sem qualquer impedimento, Isso resulta numa completa recristalização em menor tempo. Para uma distribuição aleatória

dos núcleos os grãos interferem mais rapidamente, o que retarda o crescimento dos grãos e aumenta o tempo de recristalização. Assim, quanto mais aleatória for a distribuição dos núcleos na matriz deformada, mais rápido será a interação entre os grãos.

### 3.6 TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

A compreensão da cristalografia do material é fundamental para a completa caracterização de sua microestrutura, por isso faz-se necessário conhecer a textura ou a orientação preferencial dos grãos [43]. A orientação cristalográfica, ou simplesmente orientação, refere-se a como os planos atômicos em um volume de cristal estão relativamente posicionados em relação a um referencial fixo. Os materiais policristalinos são constituídos por um conjunto de grãos ou cristais separados por uma fronteira denominada contorno de grão. Cada grão do agregado policristalino possui uma orientação cristalográfica que difere de seus vizinhos. As orientações dos grãos desse agregado podem estar distribuídas aleatoriamente com relação a um sistema de referência ou concentrada em maior ou menor grau em torno de orientações particulares. Logo, pode-se dizer que um material apresenta textura ou orientação preferencial quando a distribuição da orientação de seus grãos não é aleatória [24].

Diversas propriedades mecânicas e físicas dos cristais são anisotrópicas. Isso quer dizer que, as propriedades de um agregado policristalino irão depender da maneira na qual os grãos ou subgrãos que compõem o agregado estão orientados. Ou seja, se a orientação cristalográfica é aleatória ou se apresenta uma tendência preferencial [18]. O efeito da textura nas propriedades dos materiais é explorado no campo da tecnologia dos materiais a fim de se produzir materiais com características ou comportamentos específicos. Um material, seja ele de origem natural ou industrializado, exibirá frequentemente uma textura completamente diferente após processos como deformação, recristalização e transformações de fases [44].

A princípio, a difração de raios-X era o método mais utilizado para medir texturas. Essa técnica fornece uma medida de uma fração de volume de uma determinada família de planos, como por exemplo,  $\{111\}$  e  $\{0001\}$ , que são orientados por difração. Por esta razão, a medida da textura fornece um valor médio de um volume que compreende milhares de grãos, no entanto, ela não diz como os grãos estão distribuídos ao longo de todo o material. A análise da microtextura lida estatisticamente com a orientação de uma população de grãos individuais, e, geralmente engloba a localização espacial dos grãos [44]. De acordo com Randle e Engler [44] a microtextura é uma conjunção da microestrutura e textura. Assim, a



microtextura se concentra na análise da textura de uma região local e permite que ela seja correlacionada com a microestrutura.

Os elétrons são ideais para estudos que envolvam a combinação da microestrutura e da cristalografia. Para obter informações a nível microestrutural é necessário que o tamanho das sondas de radiação seja menor do que o tamanho das próprias unidades microestruturais. Desta forma, a difração de raios-X não é a ideal para este tipo de análise e a técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET) foi a principal técnica utilizada para este tipo de análise. Essa técnica realiza avaliações intragranulares, porém a região espacial passível de análise da amostra é muito pequena. Essa deficiência foi suprida por volta dos anos 80 com o advento da técnica de EBSD [44]. Nessa técnica, o dispositivo de EBSD é acoplado ao microscópio eletrônico de varredura, que é um tipo de microscópio eletrônico que produz imagens em alta resolução a partir da captação das informações geradas pela reflexão do feixe eletrônico que incide na amostra. Esse conjunto permite a descrição completa a microtextura, população de orientações individuais relacionadas a detalhes da microestrutura e da mesotextura, textura entre grãos ou geometria do contorno de grão, com resolução espacial compatível com o tamanho do grão [45]. A difração de elétrons retroespalhados é técnica que mais tem sido utilizada na análise de textura, microtextura e mesotextura. Os dados gerados pelas medidas desta técnica podem ser interpretados e avaliados por meio de figuras de pólo (inversa e direta), perfil de distribuição de diferenças de orientação, mapas de qualidade da imagem e as funções distribuição de orientação – ODF [43].

### 3.6.1 Textura de deformação em metais com estrutura cristalina CFC

Para muitos metais com estrutura cúbica de face centrada (CFC) e suas ligas existe uma forte dependência entre a textura de laminação e a energia de defeito de empilhamento. A EDE depende o tipo da amostra e é fortemente afetada por elementos de liga. A influência da EDE na textura de laminação pode ser entendida em termos do seu impacto nos mecanismos de deformação [44].

Em metais CFC as orientações de fibras mais importantes são as fibras  $\alpha$  e  $\beta$ . Em baixo níveis de deformação encontra-se a fibra  $\alpha$  com orientação  $\{0\ 1\ 1\}$  // DL, que vai da orientação Goss  $\{1\ 0\ 0\}$   $\langle 1\ 0\ 0 \rangle$  até a orientação Brass  $\{0\ 1\ 1\}$   $\langle 2\ 1\ 1 \rangle$ . Para níveis mais altos de deformação a fibra  $\beta$  é que prevalece e percorre da orientação Cu  $\{1\ 1\ 2\}$   $\langle 1\ 1\ 1 \rangle$  através da orientação S  $\{1\ 2\ 3\}$   $\langle 6\ 3\ 4 \rangle$  até a orientação Brass  $\{0\ 1\ 1\}$   $\langle 2\ 1\ 1 \rangle$ , onde esta encontra com a fibra  $\alpha$ . A fibra  $\beta$  não possui um caminho definido no espaço de Euler. A Tabela 5

apresenta os índices de Miller e os ângulos de Euler das orientações mais importantes do alumínio e suas ligas após a deformação por laminação e recristalização [44].

Tabela 3: Principais orientações de textura encontradas no alumínio e suas ligas após laminação. Adaptado de [44].

Nome da orientação	Índices de Miller $\{h\ k\ l\} \langle u\ v\ w \rangle$	Ângulos de Euler $\phi_1\ \Phi\ \phi_2$
<i>Copper</i> (Cu)	$\{1\ 1\ 2\} \langle 1\ 1\ 1 \rangle$	90° 30° 45°
S	$\{1\ 2\ 3\} \langle 6\ 3\ 4 \rangle$	59° 34° 65°
<i>Brass</i> (Bs)	$\{0\ 1\ 1\} \langle 1\ 0\ 0 \rangle$	35° 45° 0°/90°
<i>Goss</i>	$\{0\ 1\ 1\} \langle 1\ 0\ 0 \rangle$	0° 45° 0/90

A temperatura de deformação pode influenciar no desenvolvimento das texturas, assim, como a maioria dos processos de laminação na indústria é realizada a morno ou a quente, a temperatura é um importante parâmetro para a formação da textura. Um aumento na taxa de recuperação dinâmica e da homogeneidade de deformação ou a ativação de diferentes sistemas de deslizamentos são fatores que podem levar a alterações na textura durante o processo de laminação a quente [18].

### 3.6.2 Textura de recristalização em materiais com estrutura cristalina CFC

A recristalização em materiais deformados ocorre por meio da nucleação de novo grãos não deformados e seu posterior crescimento na matriz deformada. Esse fenômeno é caracterizado pela formação e movimento de contornos de alto ângulo, E ainda, a recristalização causa mudanças na distribuição das orientações cristalográficas que conseqüentemente gera alterações na textura cristalográfica do material deformado. Materiais com alta EDE, como por exemplo, alumínio, níquel e cobre geralmente apresentam textura de recristalização Cubo  $\{0\ 0\ 1\} \langle 1\ 0\ 0 \rangle$  [44,45].

No campo do alumínio e suas ligas é de grande interesse a investigação de texturas uma vez que estas determinam a anisotropia plástica que é muito importante em diversas aplicações práticas. Segundo Engler e Randle [44] é comum, para o alumínio comercialmente puro, encontrar a componente Cubo acompanhada da orientação R  $\{1\ 2\ 4\} \langle 2\ 1\ 1 \rangle$ , que é similar a orientação S da textura de laminação. Grãos com orientação R se formam através da nucleação de contornos de alto ângulo pré-existent e crescem, posteriormente, no interior da matriz deformada. Ao laminar-se à frio ligas de alumínio com elevadas quantidades de soluto,

cobre ou magnésio, bandas de cisalhamento podem se formar. A nucleação dessas bandas leva a formação de duas novas orientações, a orientação Goss  $\{0\ 1\ 1\} \langle 1\ 0\ 0 \rangle$  e a orientação Q  $\{0\ 1\ 3\} \langle 2\ 3\ 1 \rangle$ . Já em ligas de alumínio que contém partículas maiores do que  $1\ \mu\text{m}$ , a nucleação da recristalização se dá nas zonas deformadas que se formam em torno dessas grandes partículas durante o processo de deformação. A Tabela 6 apresenta as principais orientações do alumínio e suas ligas após a recristalização.

Tabela 4: Principais orientações do alumínio e suas ligas após a recristalização. Adaptado de [44]

Nome da orientação	Índices de Miller $\{h\ k\ l\} \langle u\ v\ w \rangle$	Ângulos de Euler $\phi_1\ \Phi\ \phi_2$
<i>Goss</i>	$\{0\ 1\ 1\} \langle 1\ 0\ 0 \rangle$	$0^\circ\ 45^\circ\ 0^\circ/90^\circ$
Cubo	$\{0\ 0\ 1\} \langle 1\ 0\ 0 \rangle$	$0^\circ\ 0^\circ\ 0^\circ/90^\circ$
Cub <sub>DL</sub>	$\{0\ 1\ 3\} \langle 1\ 0\ 0 \rangle$	$0^\circ\ 22^\circ\ 0^\circ/90^\circ$
Cub <sub>DN</sub>	$\{0\ 0\ 1\} \langle 3\ 1\ 0 \rangle$	$22^\circ\ 0^\circ\ 0^\circ/90^\circ$
R	$\{1\ 2\ 4\} \langle 2\ 1\ 1 \rangle$	$53^\circ\ 36^\circ\ 60^\circ$
P	$\{0\ 1\ 1\} \langle 1\ 2\ 2 \rangle$	$65^\circ\ 45^\circ\ 0^\circ/90^\circ$
Q	$\{0\ 1\ 3\} \langle 2\ 3\ 1 \rangle$	$45^\circ\ 15^\circ\ 10^\circ$

### 3.6.3 Textura produzidas pelo ECAP

Na literatura existe um número razoável de referências de dados que envolvem o estudo sistemático da textura cristalográfica, bem como sua evolução, em ECAP para alumínio de alta pureza e ligas de alumínio de diferentes níveis de pureza. Na maioria das vezes essas referências comparam o desenvolvimento da textura via ECAP com aquelas desenvolvidas após deformação por cisalhamento simples, como por exemplo, após um ensaio de torção. Essa comparação é natural uma vez que a deformação via cisalhamento simples é dominante na técnica de ECAP [46]. A Tabela 7 mostra as orientações principais e as texturas de fibra para materiais com estrutura cúbica de face centrada após deformação por cisalhamento simples

Tabela 5: Orientações principais em materiais com estrutura Cúbica de Face Centrada, deformados por cisalhamento simples. Adaptado de [46].

Notação	$\{h k l\} \langle u v w \rangle$	Ângulos de Euler (°) <sup>a</sup>		
		$\varphi_1$	$\phi$	$\varphi_2$
$A_1^*$	$(111)[\bar{1}\bar{1}2]$	35.26/215.26 125.26	45 90	0/90 45
$A_2^*$	$(111)[11\bar{2}]$	144.74 54.74/234.74	45 90	0/90 45
$\underline{A}$	$(\bar{1}\bar{1}1)[110]$	0	35.26	45
$\overline{A}$	$(\bar{1}\bar{1}1)[\bar{1}\bar{1}0]$	180	35.26	45
$B$	$(112)[110]$	0/120/240	54.74	45
$\overline{B}$	$(\bar{1}\bar{1}2)[\bar{1}\bar{1}0]$	60/180	54.74	45
$C$	$\{001\}\langle 110 \rangle$	90/270 0/180	45 90	0/90 45

<sup>a</sup>  $\varphi_1 = 0-270^\circ$  e  $\varphi_2 = 0^\circ, 45^\circ$  e  $90^\circ$

A Figura 7 ilustra as informações contidas na Tabela 6 e nos mostra a existência de dois tipos de fibras parciais: fibra A  $\{111\} \langle u v w \rangle$  e a fibra B  $\{h k l\} \langle 110 \rangle$ .

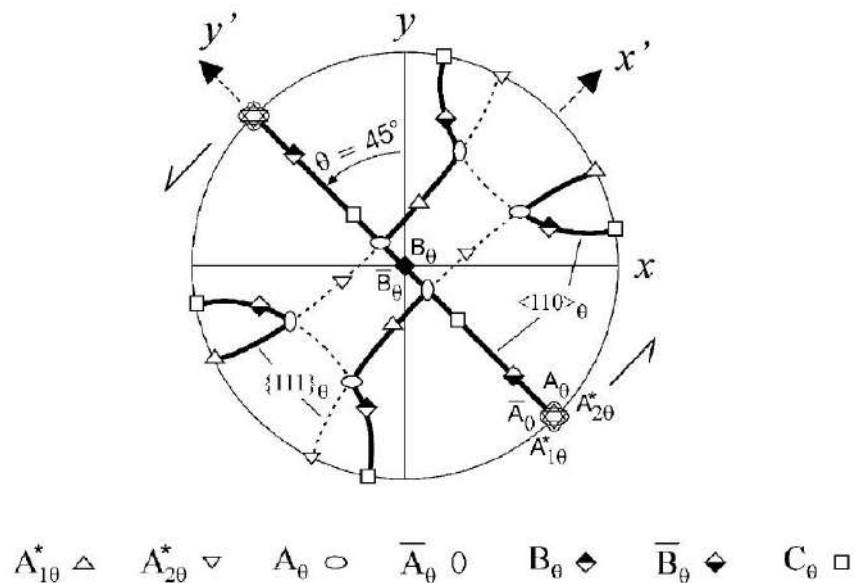


Figura 7: Figura de polo (111) mostrando as orientações principais e a textura de fibra em ECAP para materiais com estrutura CFC. Adaptado de [46].

Conforme proposto por Segal em [11] a natureza da deformação promovida pelo ECAP no plano de interseção entre os canais é semelhante a deformação cisalhante simples. Desta forma, as componentes ideais de textura desenvolvidas no alumínio processado no ECAP são as mesmas já conhecidas para a textura deformação cisalhante simples, orientadas

ao longo das fibras de cisalhamento, fibra A  $\{1\ 1\ 1\} \langle u\ v\ w \rangle$  e fibra B  $\{h\ k\ l\} \langle 1\ 1\ 0 \rangle$ . A única diferença é que elas estão giradas em  $45^\circ$  segundo o sistema referencial do ECAP. Ademais, em materiais com estrutura CFC as seções  $\phi_2 = 0^\circ$  e  $\phi_2 = 45^\circ$  das funções distribuição de orientação, são as mais utilizadas para análises de textura de deformação cisalhante simples, pois elas contêm as principais orientações.

A fim de auxiliar na avaliação da evolução da intensidade de textura um referencial foi proposto por Ferrasse e seus colaboradores [47]. Os autores assumem que para a análise da intensidade da textura através de ODFs, níveis de intensidade entre 1 e 3 correspondem a uma textura de intensidade aleatória a fraca; índices entre 3 e 5 correspondem a uma intensidade de textura fraca a média; índices entre 5 e 20 correspondem a uma textura com intensidade que vai de média a forte e índices acima de 20 correspondem a intensidade de textura extremamente forte.

Experimentos e modelagens tem mostrado que a técnica de ECAP fornece certa liberdade no controle das orientações e intensidades das texturas. Dois parâmetros específicos do ECAP estão provando ser muito eficientes para estes controles, são eles, a rota e o número de passes. A rota é o fator que exerce maior influência na orientação da textura, pois envolve um grupo selecionado de planos e direções de cisalhamento a cada passe e os ativam numa ordem precisa. No entanto, mesmo que o cisalhamento simples haja a cada passe e tenda a produzir a mesma textura, esta vai diferir entre as rotas devido às rotações sofridas pela amostra entre os passes de deformação via ECAP. Como resultado, a textura final após as N passagens completas da amostra será diferente para cada rota. Comparados à rota do ECAP, o número de passes e a textura inicial influenciam de forma limitada na orientação da textura. A textura inicial desempenha um papel importante dos três primeiros passes de deformação, após o terceiro passe esse efeito não aparece. Isso pode ser justificado uma vez que a deformação a cada passe é tão alta que qualquer influência inicial é mínima. E ainda, todas as intensidades de texturas podem ser obtidas controlando o número de passes. De média a muito forte em poucos números de passes ( $N < 4$ ) e de muito fraca, quase aleatória, para média-forte em muitos números de passes ( $N > 4$ ) [47].

Enfim, a textura desenvolvida durante o ECAP pode variar muito, pois depende, por exemplo, das condições de processo, microestrutura inicial e principalmente da rota de processamento, ou seja, das rotações sofridas pela amostra e do número de passes [48]. A partir dessa afirmação, Furukawa *et al.* [14] concluíram que uma forte textura de laminação é desenvolvida quando a rota A for utilizada. Se as amostras forem processadas via rota B<sub>A</sub> a

textura desenvolvida será de extrusão. E por fim, caso a amostra seja submetida as rota  $B_C$  ou  $C$  a evolução da textura será limitada.

A avaliação da evolução da textura cristalográfica da liga Al AA1070 pensada em canais equiagulares via rota A foi realizada por Mendes [3] por meio das funções distribuição de orientação, as ODF. As análises das ODF identificaram a presença de componentes de texturas de laminação e recristalização típicas de ligas de alumínio, além de componentes de textura de deformação cisalhante. A componente de textura Cubo,  $\{0\ 0\ 1\} \langle 1\ 0\ 0 \rangle$  foi identificada nos passe 1, 2 e 4, porém sua intensidade fraca e influência não significativa, não permite afirmar a ocorrência do fenômeno de recristalização dinâmica durante a deformação via ECAP. A componente Goss  $\{0\ 1\ 1\} \langle 1\ 0\ 0 \rangle$ , que é uma componente de textura de laminação e recristalização, já observada no material de partida, se manteve ao longo dos cinco passes porém sua intensidade foi diminuindo gradualmente. As componentes S, B, R, P e Q também foram identificadas ao longo dos passes, porém com intensidades bem fracas.

Foram identificadas também componentes das fibras: A  $\{1\ 1\ 1\} \langle u\ v\ w \rangle$  e B  $\{h\ k\ l\} \langle 1\ 1\ 0 \rangle$ , características da textura de fibra em ECAP para materiais com estrutura CFC. A componente C foi a que apresentou intensidade mais elevada entre o primeiro e terceiro passe, porém não foi identificada nos passes seguintes. Foram observadas também as componentes A e B com intensidades mais fracas. Assim, como Ferrasse e seus colaboradores [47], Mendes [3] concluiu que a prensagem em canais equiagulares através da rota A leva somente a algumas mudanças graduais na orientação da textura, uma vez que a deformação acumulada nesta rota é próxima a monotônica e planar. Apesar de o valor da intensidade de textura ter sido reduzido em 50% ao final do quinto passe, nenhuma evolução significativa foi notada ao longo do estudo. E que um enfraquecimento global da intensidade da textura de média para muito fraca foi observado conforme o aumento do número de passes, especialmente após o 3º e 4º passes.

Rezende [6] ao caracterizar a evolução da textura cristalográfica da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota  $B_C$ , também observou que a intensidade foi mais alta após o primeiro passe e que nos passes seguintes a intensidade reduziu aproximadamente 50%. Outro detalhe é que a intensidade apresentou comportamento cíclico, assim como a evolução microestrutural. Nos passes em que se observou maior fração volumétrica de contornos de baixo ângulo a intensidade de textura foi mais alta. Esta característica confirma que a textura cristalográfica é intimamente ligada à evolução microestrutural. Castro [5] por sua vez, notou que no 2º e 4º passe, a orientação predominante encontrada foi a Goss Girado  $\{011\} \langle 011 \rangle$ . A orientação Cubo  $\{001\} \langle 100 \rangle$  se mostrou presente e com forte intensidade nos passes 3, 4 e 5.

O autor aponta que isto é um indício, de que a estagnação do processo de refino da microestrutura após o 2º passe pode estar ligado ao processo de competição microestrutural entre recuperação e recristalização dinâmicas. Ressalta ainda, que os resultados obtidos das análises da textura, corroboraram com a ideia de que a rota C tenha características restaurativas.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 MATERIAL

A liga de alumínio AA1070 utilizada no presente trabalho foi previamente laminada à quente até a espessura de 32 mm e sua temperatura de saída foi estimada em 380 °C. Da forma como foi recebido o material foi submetido ao processamento por ECAP.

Os corpos de prova foram provenientes de uma liga de alumínio AA1070, em forma de uma placa, fornecida pela empresa Novelis do Brasil Ltda. A Tabela 8 mostra a composição química nominal da placa de Al AA1070. Uma chapa foi lingotada para a confecção da placa de 610 mm de espessura que, em seguida, foi desbastada via laminação a quente até a espessura de 32 mm ( $\epsilon = 3,40$ ) e sua temperatura de saída foi superior a 380 °C.

Tabela 6: Composição química liga de alumínio AA1070 (teores expressos em % em peso).

Mn	Mg	Si	Pb	Fe	Ti	Cu	Ga	Al
-	-	0,07	0,002	0,18	0,02	-	0,001	99,72

### 4.2 MÉTODOS

#### 4.2.1 Processo de prensagem em canais equiangulares

Foram cortados seis corpos de prova com dimensão de 10 x 10 x 70 mm da placa de alumínio AA1070, previamente laminada a quente para o processamento via ECAP. O sistema ECAP utilizado está montado no Laboratório de Ensaios Mecânicos da EEIMVR/UFF, como mostra a Figura 8, e é composto por:

1. Uma máquina de ensaios universal EMIC DL-60 com capacidade máxima de carga de 600 KN;
2. Uma matriz bipartida de aço ferramenta H13 com dois canais idênticos com dimensões de 10 x10 mm formando um ângulo de 90° e um raio de adoçamento dos canais de 5 mm ( $R \approx 37^\circ$ ) a fim de facilitar o fluxo do tarugo entre os canais e reduzir a carga de prensagem;
3. Um punção de aço prata ao tungstênio.





Figura 8: Sistema ECAP mostrando o processo de deformação do tarugo.

Antes da deformação, o canal e o corpo de prova foram lubrificados com uma graxa a base de sulfonato de cálcio. Os tarugos foram prensados à velocidade de até 5 mm/s através da rota A em cinco passes de deformação, à temperatura ambiente. A deformação plástica verdadeira ( $\epsilon$ ) após cada passe foi calculada conforme a Equação 2 [12] descrita no item 3.3. Cada passe atingiu  $\epsilon_1 = 1,19$  e a deformação verdadeira acumulada foi de  $\epsilon_5 = 5,95$ .

#### 4.2.2 Tratamento térmico

O tratamento térmico de recozimento isotérmico foi realizado a temperaturas de 200 °C e 250 °C durante 5, 10, 15, 20, 25, 30, 45, 60 min. O equipamento utilizado nesta etapa foi um forno tubular Carbolite, instalado no Laboratório de Caracterização Microestrutural do PPGEM/UFF. Estas condições foram escolhidas com o objetivo de se avaliar a estabilidade térmica durante o tratamento térmico e sua influência nas propriedades mecânicas finais, promover a eliminação das elevadas tensões introduzidas no material e investigar a competição entre os fenômenos de restauração. Amostras deformadas em cinco passes via rotas A e C foram recozidas à 300 °C durante 120 min para obter uma microestrutura completamente recristalizada.

## 4.2.3 Caracterização Microestrutural

### 4.2.3.1 Preparação Metalográfica

As amostras foram preparadas, no Laboratório de Caracterização Microestrutural na EEIMVR/ UFF, com métodos padrões de metalografia com lixamento até a lixa com granulometria 2500 Em seguida, o polimento eletrolítico foi realizado com equipamento ElectroMet® 4 da Buehler, empregando-se uma solução composta por 59 partes de CH<sub>4</sub>O (metanol), 35 partes de C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>(OH)<sub>2</sub> (etileno-glicol) e 6 partes de HClO<sub>4</sub> (ácido perclórico) (em volume). A diferença de potencial aplicada foi de 55 V durante 15s, em temperatura média de 21 °C.

### 4.2.3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV

As microestruturas das amostras foram observadas com auxílio de um microscópio eletrônico de varredura, do modelo EVO MA10 do fabricante Zeiss com filamento de hexaboreto de lantânio (LB<sub>6</sub>), que se encontra instalado no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da EEIMVR/UFF e, no Laboratório de Análises de Imagens (LAIMAT) da FEG/UNESP, em um microscópio eletrônico de varredura, modelo EVO LS15 do fabricante Zeiss com filamento de tungstênio. Os microscópios foram operados no modo de elétrons retroespalhados, tensão de aceleração 10-15 kV, com um detector de estado-sólido de quatro quadrantes.

### 4.2.3.3 Metalografia Quantitativa

A metalografia quantitativa foi realizada por meio de análises estereológicas segundo a metodologia de Russ e DeHoff [49]. Foram capturadas imagens no MEV em 30 campos diferentes com área analisada 161.296,4 μm<sup>2</sup> da amostra. Para cada imagem foi utilizado o método de sobreposição de grade para a determinação das frações volumétricas a partir da igualdade  $P_p = X_v$  (fração de pontos é igual à fração volumétrica). Assim, uma grade com 100 pontos foi sobreposta em cima de cada micrografia e calculou-se a fração de pontos contida dentro de regiões recristalizadas.

Posteriormente, foram calculadas as áreas superficiais por unidade de volume  $S_{VRN}$  e  $S_{VR}$  a partir da análise das mesmas 30 imagens utilizadas na contagem da fração volumétrica. Em cada imagem foi sobreposta uma grade compostas por 10 linhas horizontais e 10 linhas verticais. O comprimento de cada linha da grade foi de 84,67 μm para as imagens do material

recozido a 200 °C e 90,71 µm para as imagens do material recozido a 250 °C, assim o comprimento total das linhas foi de 0,8467mm e 0,9071 mm, respectivamente.

A área da interface entre duas fases foi determinada com a aplicação da Equação 10.  $S_V$  é a área da interface por unidade de área, enquanto  $P_L$  é o número de pontos de interseção entre as linhas e a interface entre as fases, por unidade de comprimento das linhas da grade.

$$S_V = 2 * P_L \quad (10)$$

Verificou-se então, a quantidade de interseções ocorridas entre as regiões recristalizadas e recuperada/deformada, em cada linha, para calcular o  $S_{VRN}$  (região recristalizada em contato com a região recuperada/deformada). A fim de facilitar o desenvolvimento e a compreensão deste trabalho o  $S_{VRN}$  será representado por  $S_V$ .

Como todo estudo experimental foi preciso calcular o erro das medidas. Para isso, calculou-se o erro absoluto descrito pela Equação 11:

$$erro = \frac{2*\sigma}{\sqrt{n}} \quad (11)$$

onde,  $\sigma$  é o desvio padrão e  $n$  é o número de medidas realizadas por amostra.

#### **4.2.3.4 Difração de Elétrons Retroespalhados – EBSD**

As medidas de tamanho de grão, microtextura e macrotextura foram realizadas com o auxílio da técnica de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD). Foi utilizado o equipamento do modelo Pegasus MX4i da marca EDAX, com câmera de alta velocidade modelo HIRAKI, integrado ao equipamento MEV instalado no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da EEIMVR/UFF.

Para a análise de EBSD, as amostras foram inclinadas a 70° em relação à base do microscópio. O microscópio foi operado com uma tensão de aceleração de 10-15 kV e com corrente do feixe de elétrons da ordem de 1nA. A área mapeada em cada amostra foi de aproximadamente de 0,306 mm<sup>2</sup> com *step size* variando de 0,3 a 0,7 µm de acordo com a morfologia dos elementos da subestrutura presentes. As informações foram integradas e processadas pelo *software* OIM 7.0 da EDAX para gerar os mapas de orientação, cálculo do tamanho de grão e cálculos das frações de contornos de alto e baixo ângulo. Foram gerados os mapeamentos de KAM (Kernel Average Misorientation) com 3 vizinhos para analisar a diferença de orientação entre cada pixel e seus vizinhos. A avaliação da evolução da textura cristalográfica foi realizada por meio das funções distribuição de orientação, as ODFs, representadas pelos cortes nos quais são alcançados níveis mais altos de intensidade,  $f(g)$ , também calculadas pelo *software*. Os cálculos foram realizados utilizando 21 iterações para

cada análise estatística, através do método de *Bunge* por expansão de séries harmônicas. Em todos os mapas de orientação, as regiões pretas representam pontos que não foram indexados durante a varredura de EBSD.

#### **4.2.5 Ensaios Mecânicos**

##### **4.2.5.1 Dureza Vickers**

O ensaio mecânico de dureza Vickers foi realizado a fim de avaliar a evolução da dureza em relação ao tempo e temperatura de recozimento bem como a evolução da heterogeneidade microestrutural. O ensaio foi realizado em um microdurômetro da *Shimadzu* modelo HMV-2T instalado no Laboratório de Caracterização Microestrutural na EEIMVR/UFF. Foram realizadas 225 impressões Vickers na seção transversal de cada amostra, com carga de 100 gf durante 30 s. Os resultados foram manipulados pelo programa *Origin® 9.0* gerando os mapas de dureza e o gráfico de evolução.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

#### 5.1.1 MATERIAL DE PARTIDA

A caracterização do material de partida, liga laminada a quente, foi realizada por meio da análise das seções transversal e longitudinal da amostra. As Figuras 9 e 10 apresentam as micrografias da seção transversal e seção longitudinal, obtidas com o auxílio da técnica de microscopia eletrônica de varredura.

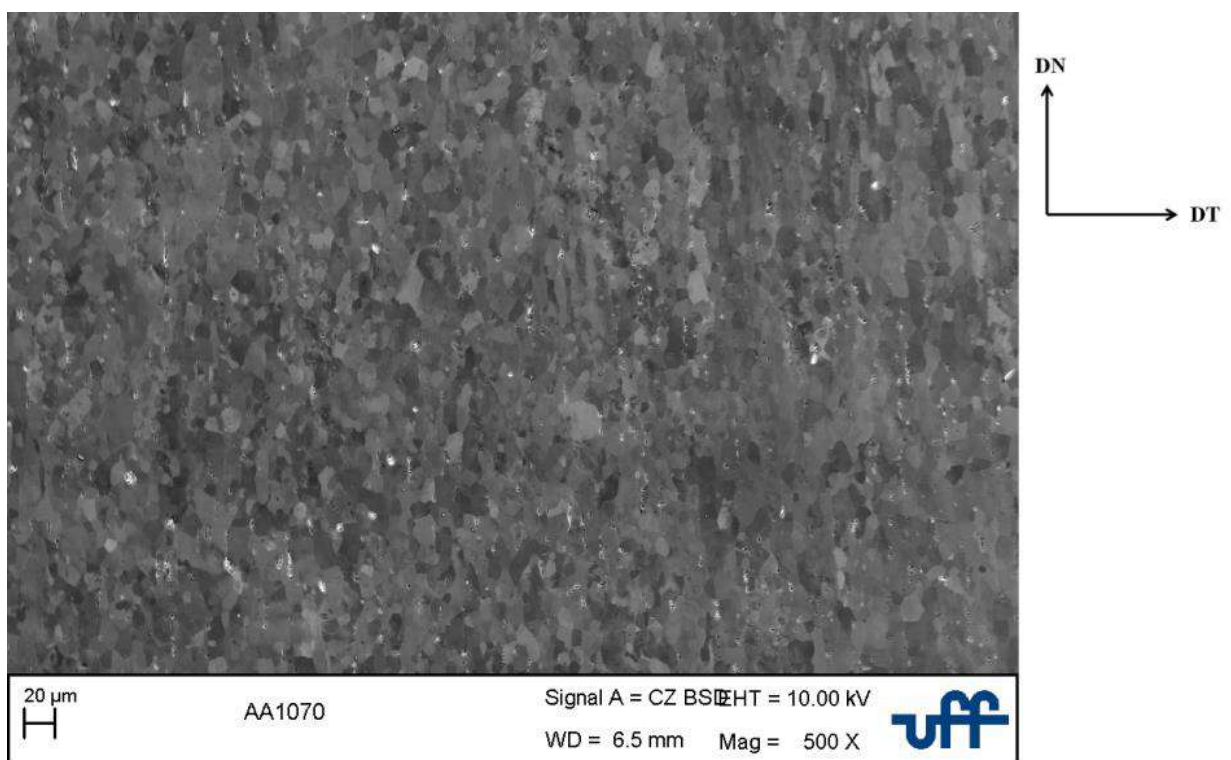


Figura 9: Micrografia da seção transversal do material de partida. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV - Detector de elétrons retroespalhados; EHT = 10 kV).

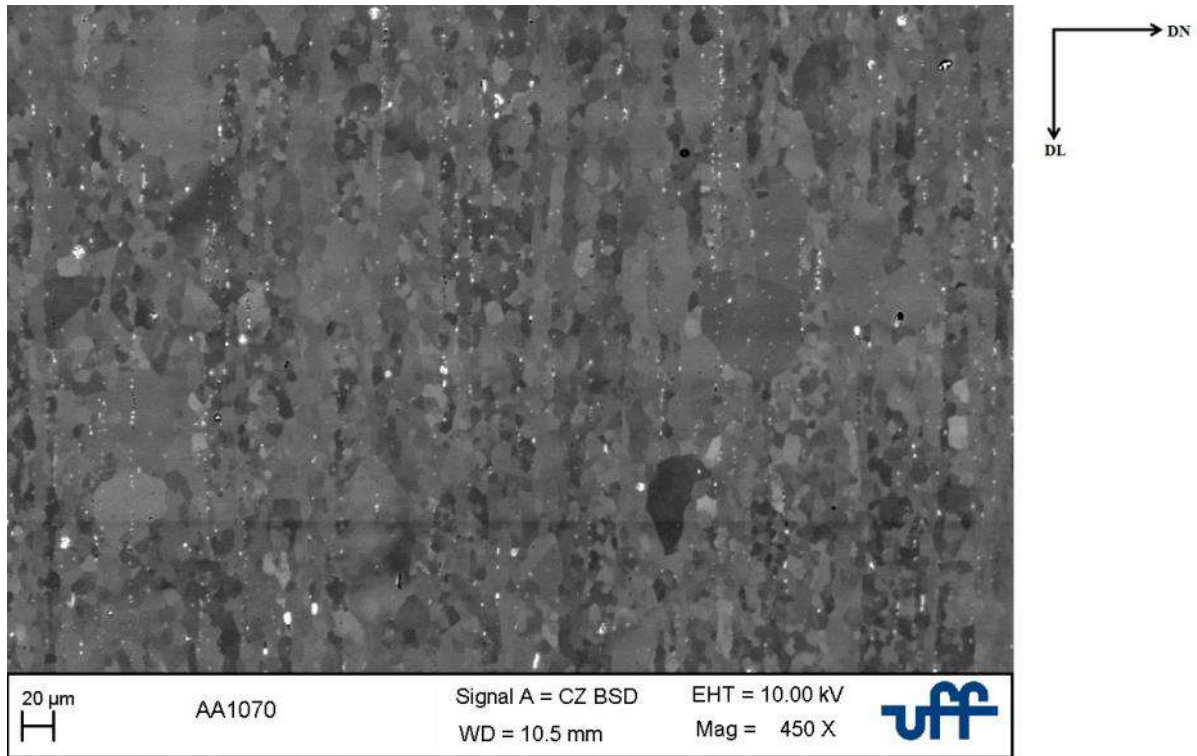


Figura 10: Micrografia da seção longitudinal do material de partida. Onde DL e DN referem-se às direções longitudinal e normal, respectivamente. (MEV - Detecor de elétrons retroespalhados; EHT = 10 kV).

A Figura 9, micrografia da seção transversal, mostra uma microestrutura parcialmente recristalizada (fração recristalizada próxima a 80%) e bastante heterogênea constituída por grãos com diferentes morfologias e tamanhos irregulares. Essas características indicam a ocorrência dos fenômenos de recuperação dinâmica e recristalização dinâmica durante o processo de laminação a quente. Por sua vez, a Figura 10, micrografia da seção longitudinal, exibe a presença de grãos alongados e orientados na direção de laminação, caracterizando uma microestrutura típica de processos de laminação a quente.

Para mais detalhes, a microestrutura do material de partida foi analisada por meio da técnica de EBSD, com um *step size* de 2  $\mu\text{m}$ . A Figura 11 apresenta o mapa de orientação da seção transversal do material de partida. Sugere-se, que são regiões onde ocorreram corrosões por pites em decorrência do polimento eletrolítico. O tamanho médio do grão foi de  $25 \mu\text{m} \pm 3 \mu\text{m}$ .

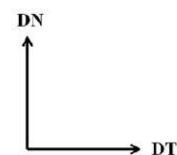




Figura 11: Mapa da orientação da seção transversal do material de partida. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD – EHT = 20kV)

É possível verificar que houve crescimento anormal de grãos, fenômeno também conhecido como recristalização secundária e de comum ocorrência em ligas de alumínio deformadas a quente. Ademais, a coloração diferenciada no interior de alguns grãos caracterizam as subestruturas advindas do fenômeno de recuperação dinâmica ocorrido durante o processamento termomecânico. Segundo Jonas e McQueen [32] o fenômeno de recuperação dinâmica ocorre durante deformações realizadas em altas temperaturas, resultam em um arranjo de discordâncias onde àquelas de sinais opostos se aniquilam e as restantes se rearranjam, formando subcontornos.

Rezende em [6] caracterizou este mesmo material de partida processado em condições semelhantes e também observou por meio de mapas de orientação a presença de grãos anormais. Esses grãos apresentaram morfologia tendendo a equiaxial e alguns deles apresentaram tamanho de grão de 132  $\mu\text{m}$ . Em uma análise macro da microestrutura, Rezende encontrou um valor médio de tamanho de grão de  $14,5 \pm 19,1 \mu\text{m}$ . O elevado valor do desvio padrão sugere uma distribuição bimodal ou falha na contagem pelo *software* do EBSD. Oliveira [50] analisou com o auxílio da técnica de microscopia eletrônica de transmissão esta mesma liga também laminada a quente e observou que parte do material se encontrava recristalizada (regiões isentas de discordâncias) e recuperada (regiões com grãos contendo subgrãos em seu interior). Ainda encontrou um tamanho médio de grão de  $63,1 \pm 4,9 \mu\text{m}$ . Essa diferença em relação ao tamanho de grão inicial pode estar relacionada com a região da amostra em que foi feita a análise.

### 5.1.2 MATERIAL DEFORMADO

Posteriormente, o material foi submetido a cinco passes de deformação em canais equiangulares via rotas A e C. As Figuras 12 e 13 apresentam os mapas de orientação e seus

respectivos mapas de qualidade ao final dos cinco passes de deformação em ECAP para as rotas investigadas.

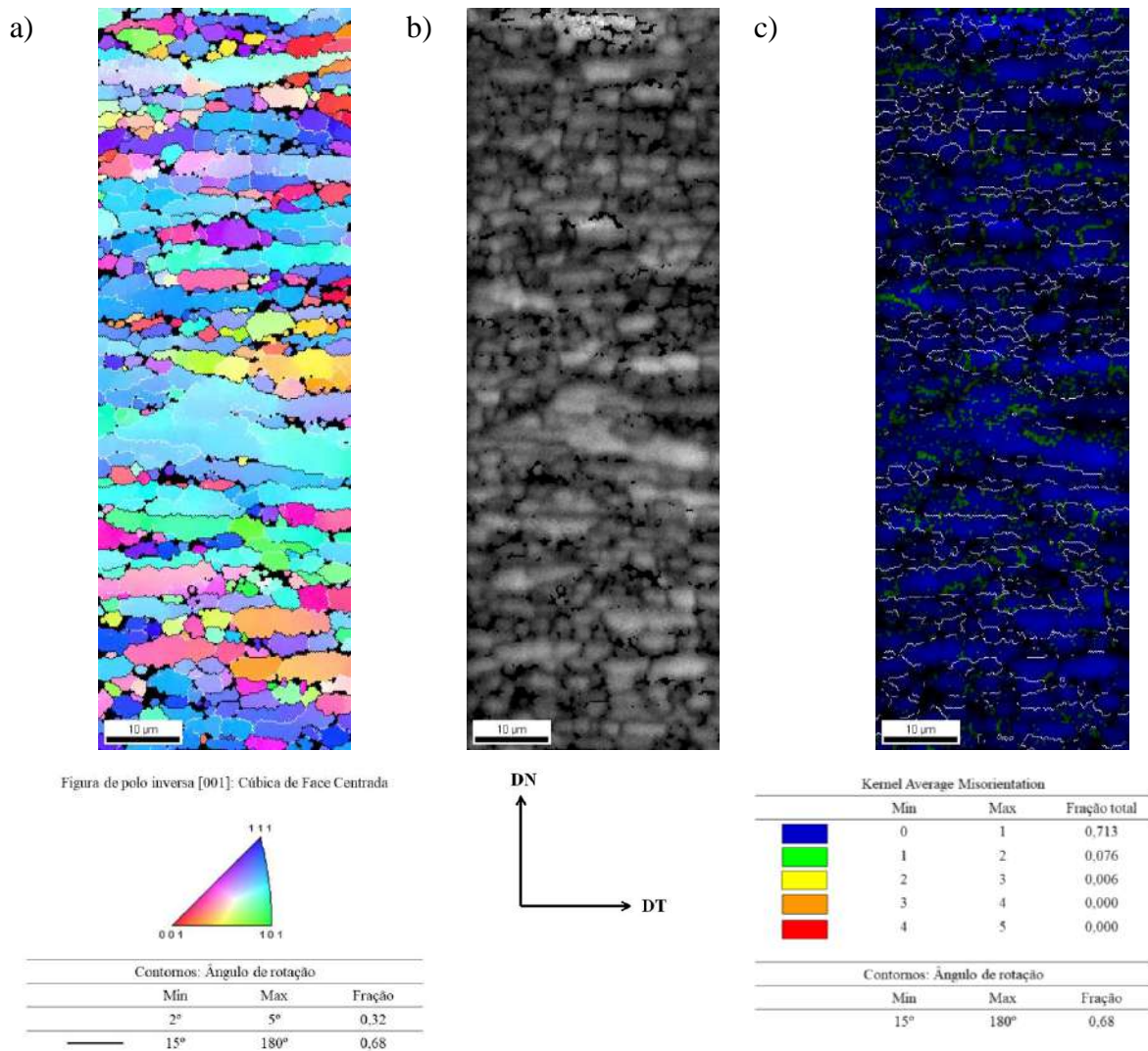


Figura 12: a) Mapa de orientação da seção transversal da liga Al AA1070 após o quinto passe de deformação via rota A; b) Mapa de índice de qualidade; c) Mapa KAM. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 15 kV; Mag = 8000x)

O quinto passe de deformação via rota A resultou em um tamanho médio de grão de 2,42  $\mu\text{m}$ , uma redução 85% em relação o tamanho de grão inicial do material partida. A morfologia dos grãos apresentou-se alongada e com elevada fração de contornos de alto ângulo, 0,69. A fração final de contornos de alto ângulo na rota A foi alta e sua evolução foi de acordo com a prevista em [51], onde após os primeiros passes de deformação, a microestrutura é caracterizada por uma elevada fração de contornos de baixo ângulo. Pois, nos estágios iniciais de refinamento são desenvolvidas estruturas de células de discordâncias com contornos de grãos de baixo ângulo, e estes se encontram em um estado de não equilíbrio.



Com o aumento do número de passes é esperado que esses contornos atinjam um estado de maior equilíbrio evoluindo para contornos com caráter de alto ângulo. Essa evolução é considerada uma consequência natural da técnica de ECAP devido ao grande número de discordâncias introduzidas no material cada passe de deformação. Assim, a tendência de crescimento na média da orientação cristalográfica dos contornos de grão com o aumento do número de passes, proporciona ao ECAP uma oportunidade única de uso como uma ferramenta na produção de materiais com diferentes, porém controladas, distribuições de orientação cristalográfica.

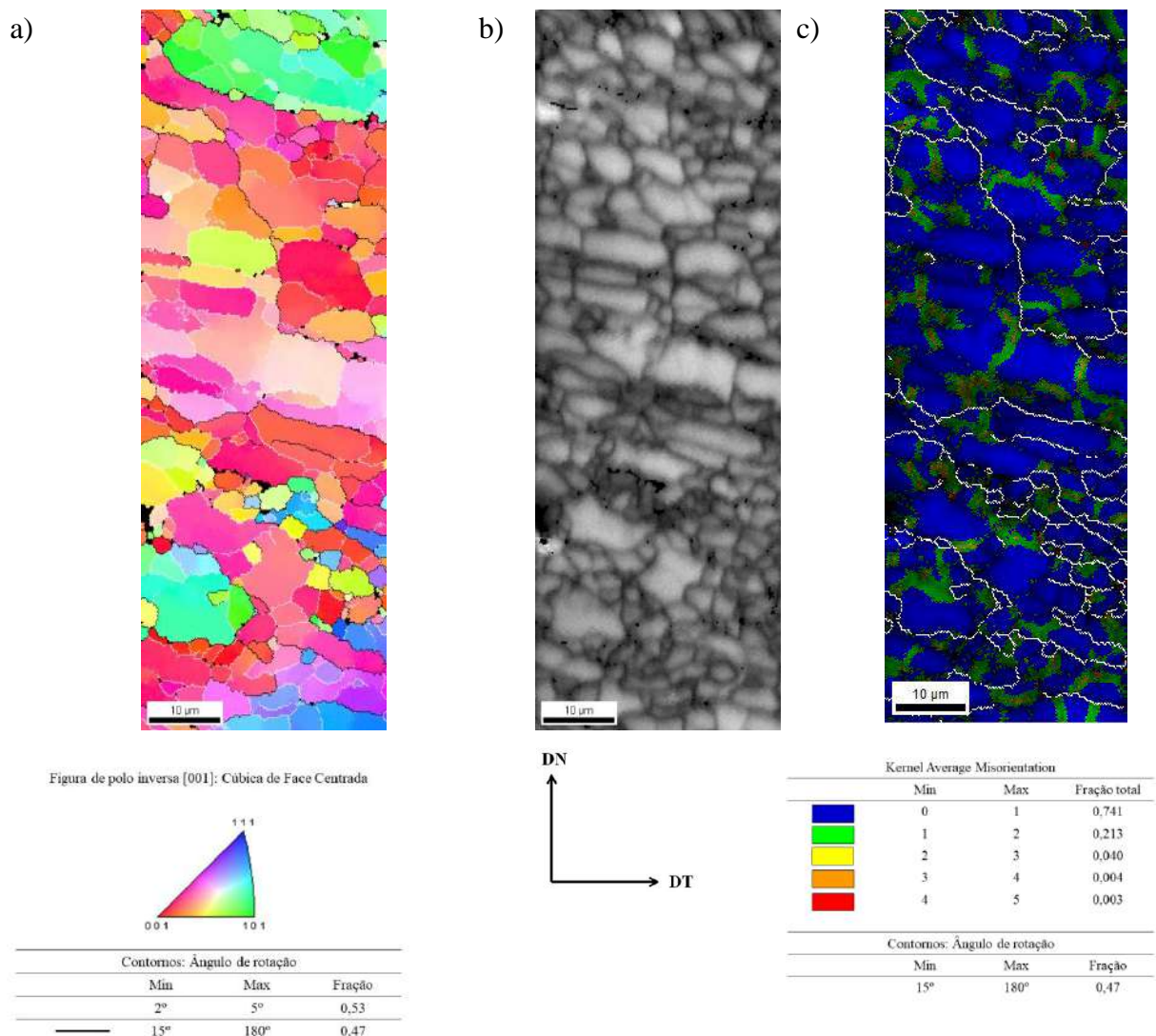


Figura 13: a) Mapa da orientação da seção transversa da liga Al AA1070 após o quinto passe de deformação via rota C; b) Mapa de índice de qualidade; c) Mapa KAM. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 15 kV; Mag = 8000x).

Na rota C, os grãos e subgrãos apresentaram uma morfologia mais próxima da equiaxial e seu tamanho de grão médio foi de 3,38  $\mu\text{m}$ . Observou-se ainda, que com a alteração da morfologia dos grãos mediante as tensões cisalhantes presentes no processamento, a fração volumétrica de contornos de alto ângulo alcançou o nível de 0,47.

O corpo de prova deformado pela rota C foi rotacionado a  $180^\circ$  em torno de seu eixo entre os passes subsequentes. O material se deforma apenas em números ímpares de passes. Durante os passes de números pares a microestrutura do material, teoricamente, retorna à sua forma original devido a natureza redundante das deformações [14]. Em conformidade com Segal [11], que também obteve grãos equiaxiais e uniformes no material processado por essa rota. A deformação cisalhante sofrida pelo sobre o mesmo plano do corpo de prova toda vez que ele passa pela zona de deformação, leva a tal deformação reduntante responsável por pelo retorno da microestrutura às condições iniciais.

Por sua vez, no material deformado pela rota A, dois planos cisalhantes interceptam-se em um ângulo reto a cada passe de deformação e são os responsáveis pela deformação plástica do material. Desta forma, pode-se concluir que as principais diferenças em relação a microestrutural final apresentando pelo material nas diferentes rotas é pelas distorções sobre o elemento cúbico causadas pelos sistemas de deslizamentos atuantes em cada uma dessas rotas, conforme apresentado na Tabela 3. A geometria original é recuperada a cada dois passes de deformação quando a rota C é aplicada, por outro lado, as distorções são mais severas quando a deformação é feita pela rota A.

Diferentemente do encontrado por Iwahashi *et al.* [20] os resultados mostram que apesar de a rota C, aparentemente, produzir grãos tendendo mais ao formato equiaxial do que a rota A, cuja morfologia é predominantemente lamelar, a evolução de contorno de baixo ângulo em contornos de alto ângulo se dá mais rapidamente via rota A. As Figuras 14 e 15 mostram a evolução da desorientação dos contornos de grão ao material deformado em ECAP por 5 passes via rotas A e C respectivamente.

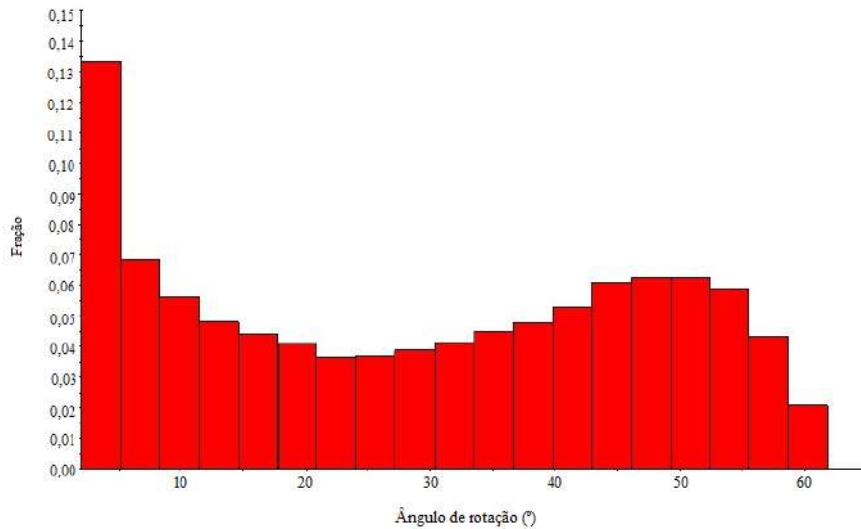


Figura 14: Distribuição das frações de contornos de ângulo do material deformado em ECAP por 5 passes via rota A.

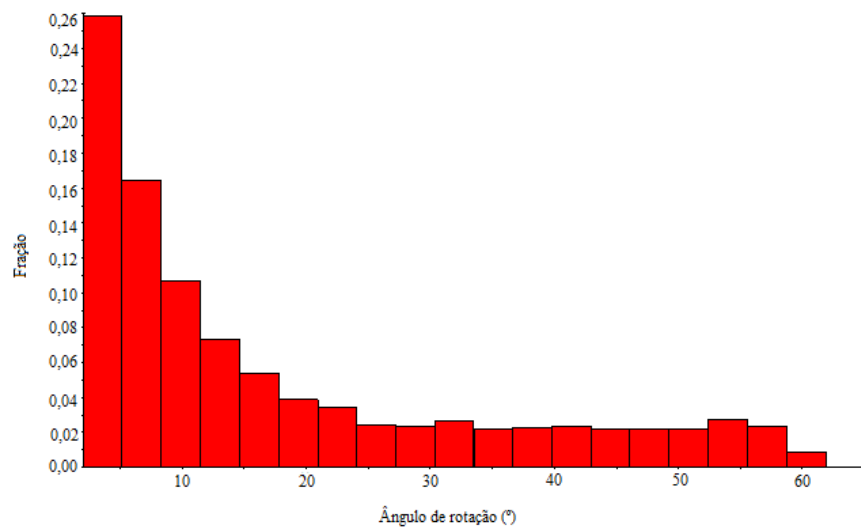


Figura 15: Distribuição das frações de contornos de ângulo do material deformado em ECAP por 5 passes via rota C.

Existem diferenças significativas na distribuição da desorientação entre as rotas. Na rota C, 25% da desorientação do grãos dizem respeito ao intervalo de  $2^\circ - 3,6^\circ$  caracterizando um valor elevado contornos de baixa orientação. Observa-se também, que os grãos orientados com contornos de ângulo se mantiveram distribuídos em baixas frações ao longo do intervalo aproximado de  $15^\circ$  a  $60^\circ$  e totalizaram 50%. Na rota A, assim como encontrado por Mishin *et al.*[52], frequências maiores foram observadas com desorientação entre  $30^\circ$  e  $55^\circ$ . O aumento da frequência dessas desorientações são responsáveis pelo alto valor de contornos de alto ângulo observados nessa rota.

Considerando os resultados apresentados, pode-se concluir que a rota C não necessariamente produz maiores frações de contornos de alto ângulo do que a rota A, nem que

é mais eficiente no refinamento da granulometria, diferindo do proposto na literatura [20,52,53]. É provável que essa diferença observada na literatura seja devido à combinação de outros fatores como, como material, condição da microestrutura do material de partida, tratamento térmico prévio à deformação, condições de fricção, determinação da amostragem, o local da investigação, ângulo de interseção externo dos canais, entre outros tantos fatores que podem influenciar a análise. Desta forma, concordando com Kim *et al.*[53] não se pode assumir que exista uma regra universal simples que determine qual rota do ECAP é mais eficaz para refinar a microestrutura, aumentando a área de superfície dos contornos de alto ângulo.

Os resultados sugerem a ocorrência de recristalização dinâmica contínua e recuperação dinâmica em ambas as rotas durante a deformação por canais equiangulares à temperatura ambiente, devido às altas deformações impostas. Sendo esses, os principais fenômenos responsáveis pela microestrutura final. Ainda, de acordo com Suwas *et al.*[54], também observou-se que microestrutura final é refinada com grãos levemente alongados.

Durante a deformação plástica severa, os contornos de baixo ângulo formados durante os passes iniciais transformaram-se em contornos de alto ângulo e é essa transformação, segundo a literatura [1,18] que originou a microestrutura refinada, tanto na rota A quanto na rota C. Essa série de reações induzidas pelas deformações contínua caracteriza o fenômeno de recristalização dinâmica contínua, que ocorre em uma etapa. A recristalização dinâmica contínua só ocorre em materiais com elevada EDE se acompanhada de recuperação contínua. A evolução dos contornos de alto ângulo em contornos de alto ângulo ao longo do aumento da deformação é a essência da recristalização dinâmica contínua. Embora os novos grãos sejam formados primeiro de forma heterogênea, posteriormente, eles tendem a se espalhar homogeneamente pela maior parte do volume restante. Desta forma, com o aumento do número de passes, o tamanho de grão não se alterou de forma significativa. Obviamente, diferenças em relação ao tamanho de grãos e fração de contornos de alto ângulo foram observadas entre as rotas. Essa diferença é devido as características intrínsecas de cada rota e seus sistemas de deslizamento. Outro ponto que permite concluir que a recristalização dinâmica contínua associada a recuperação contínua são os principais fenômenos responsáveis pela evolução da microestrutura severamente deformada é que, de acordo com Sakai *et al.* [1] a recristalização dinâmica contínua ocorre em todos os metais e ligas, independente de sua EDE, desde que a deformação severa seja conduzida em  $T/T_f < 0,5$ .

### 5.1.3 MATERIAL RECOZIDO

#### 5.1.3.1 Rota A

As medidas de tamanho de grão do material deformado em canais equiangulares via rota A e posteriormente submetido ao tratamento térmico de recozimento estão apresentadas na Tabela 9 e sua evolução pode ser vista nas Figuras 16 e 17.

Tabela 7: Medidas de tamanho de grão do material deformado via rota A e posteriormente recozido.

Tempo de Recozimento (min)	Temperatura	
	200 °C	250 °C
	Tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ )	
Como deformado	2,42 $\pm$ 1,80	
5	1,77 $\pm$ 0,70	1,97 $\pm$ 0,75
10	1,81 $\pm$ 0,69	1,98 $\pm$ 0,73
15	1,96 $\pm$ 0,81	1,99 $\pm$ 0,76
20	1,88 $\pm$ 0,70	2,00 $\pm$ 0,82
25	1,89 $\pm$ 0,70	2,04 $\pm$ 0,79
30	1,88 $\pm$ 0,70	2,05 $\pm$ 0,82
45	1,89 $\pm$ 0,70	2,04 $\pm$ 0,79
60	1,91 $\pm$ 0,65	2,07 $\pm$ 0,82

Rota A - 200°C

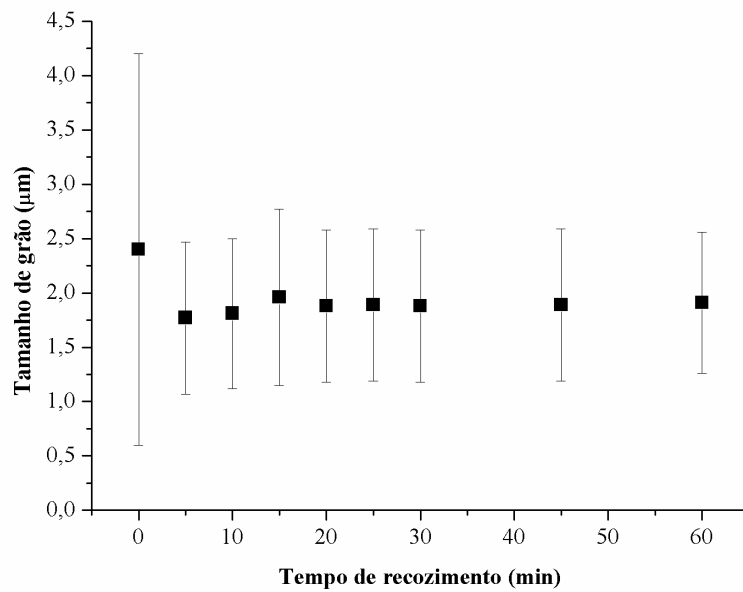


Figura 16: Tamanho de grão *versus* tempo de recozimento a 200 °C da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A.

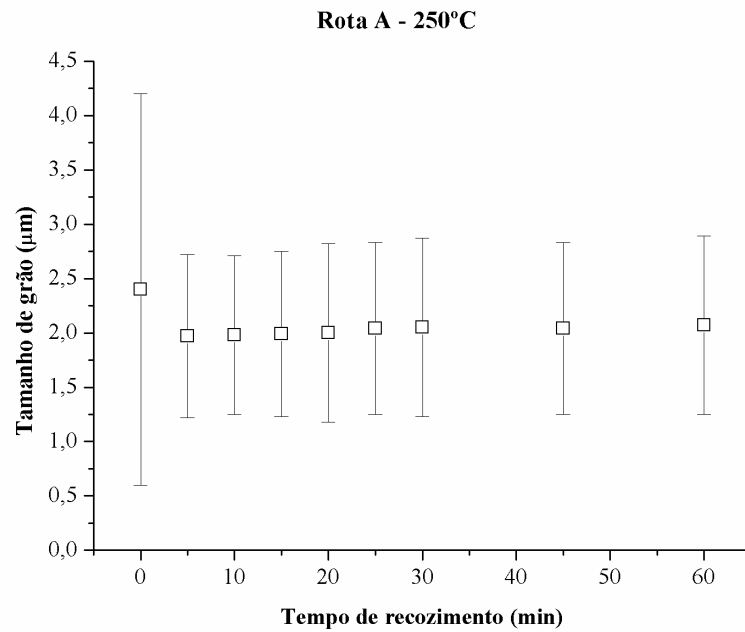


Figura 17: Tamanho de grão *versus* tempo de recozimento a 200 °C da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A.

A Figura 18 apresenta a evolução da fração de contornos de alto ângulo durante os tempos de recozimento em ambas as temperaturas do material deformada pela rota A.

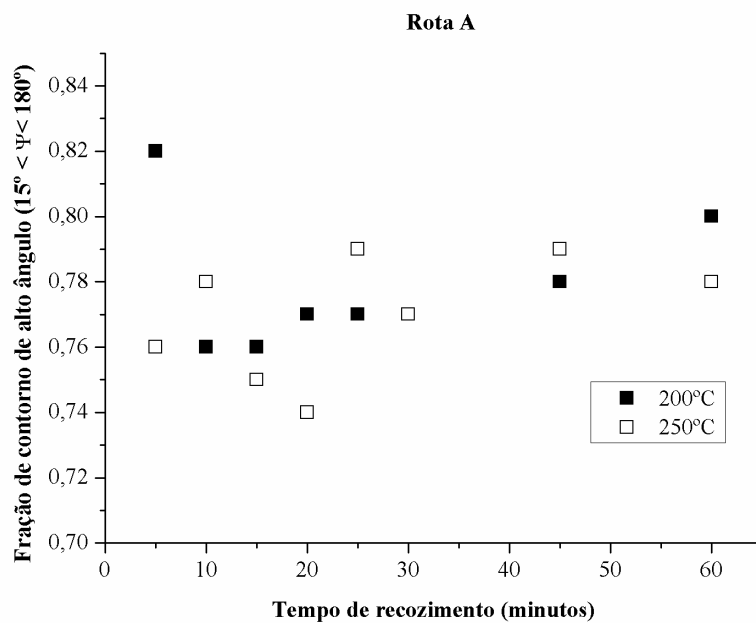


Figura 18: Fração de contorno de alto ângulo *versus* tempo de recozimento da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A.

Os mapas de orientações do material deformado via rota A e posteriormente recozido estão apresentados nas Figuras 19 e 20. A distribuição do caráter dos contornos ser observadas nos mapas. As linhas pretas limitam os contornos com caráter de alto ângulo ( $>15^\circ$ ), enquanto as linhas brancas limitam os contornos com caráter de baixo ângulo ( $2^\circ < \psi < 15^\circ$ ).

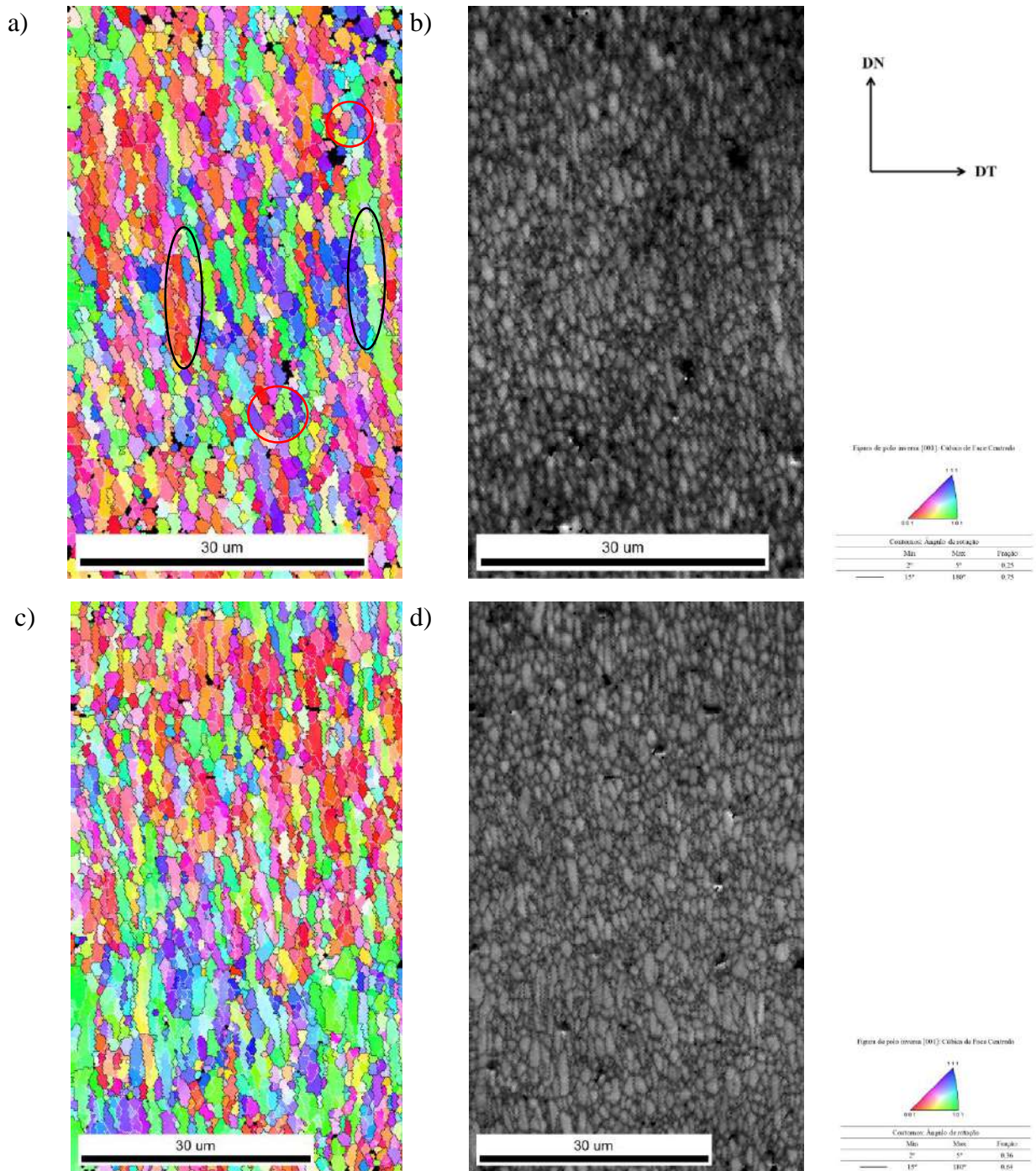


Figura 19: Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após: a) 5 min, c) 10 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade b) 5 min, d) 10 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).



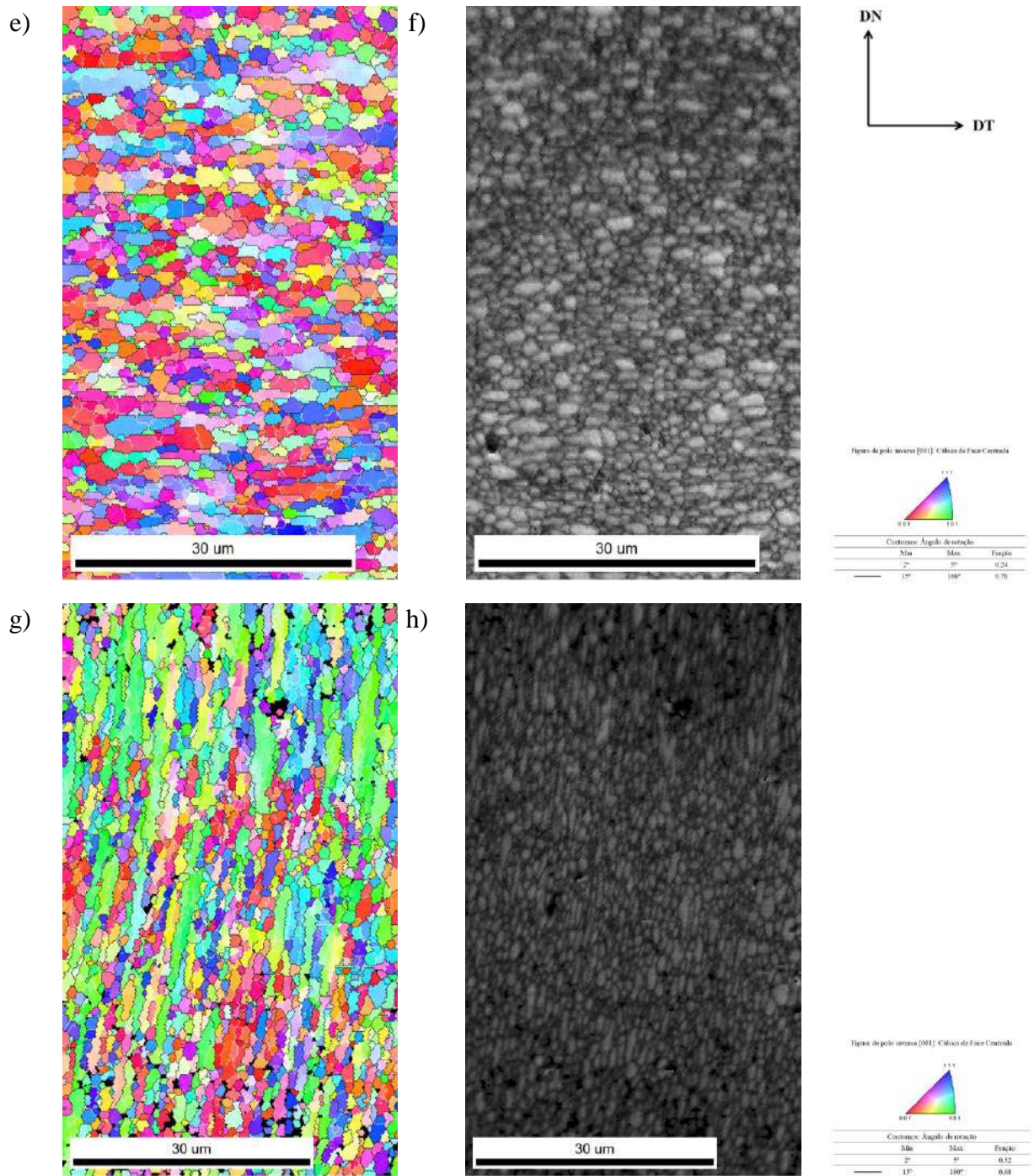


Figura 19 (continuação): Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após: e) 15 min, g) 20 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade f) 15 min, h) 20 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

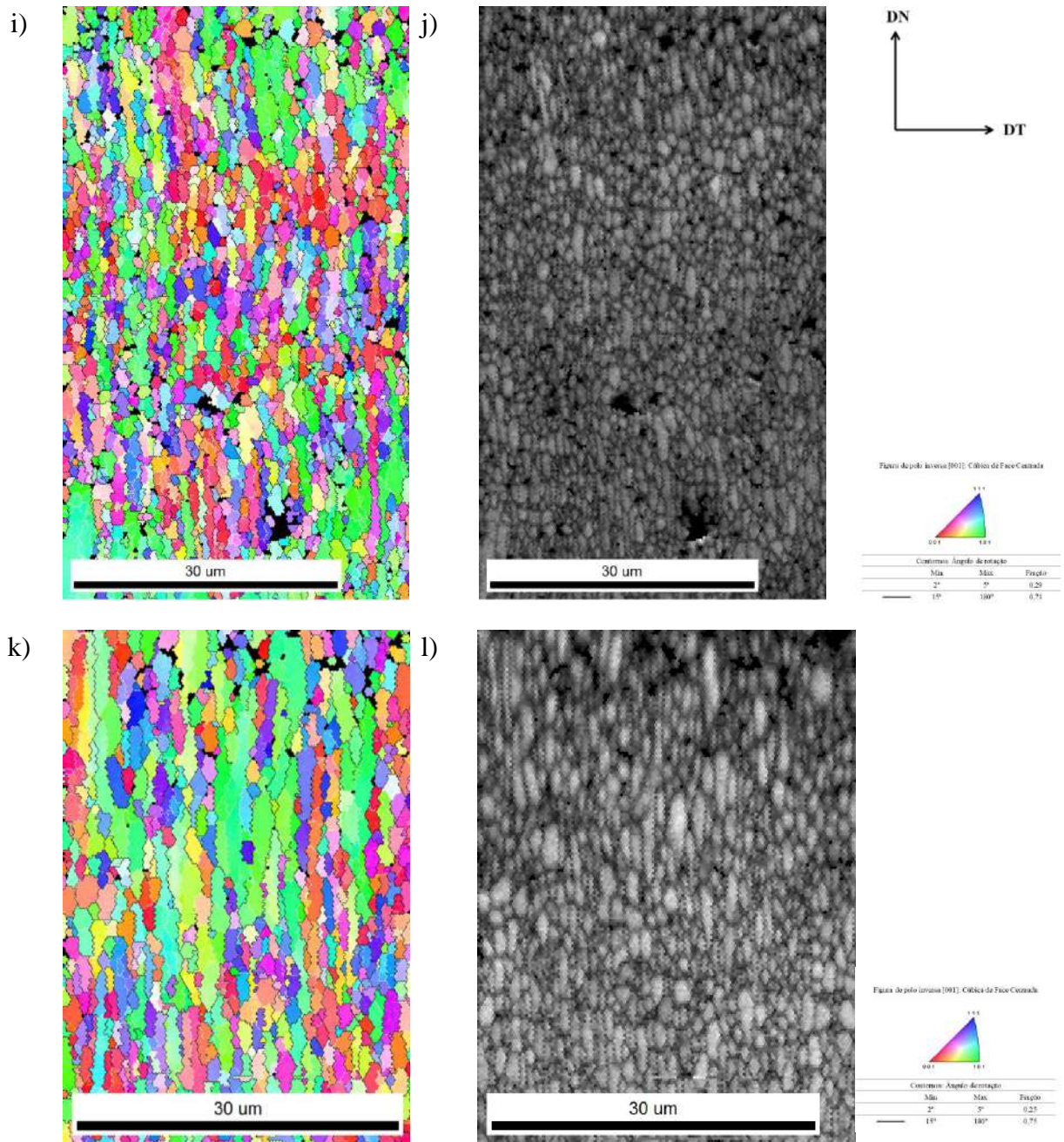


Figura 19 (continuação): Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após: i) 25 min, k) 30 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade j) 25 min, l) 30 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

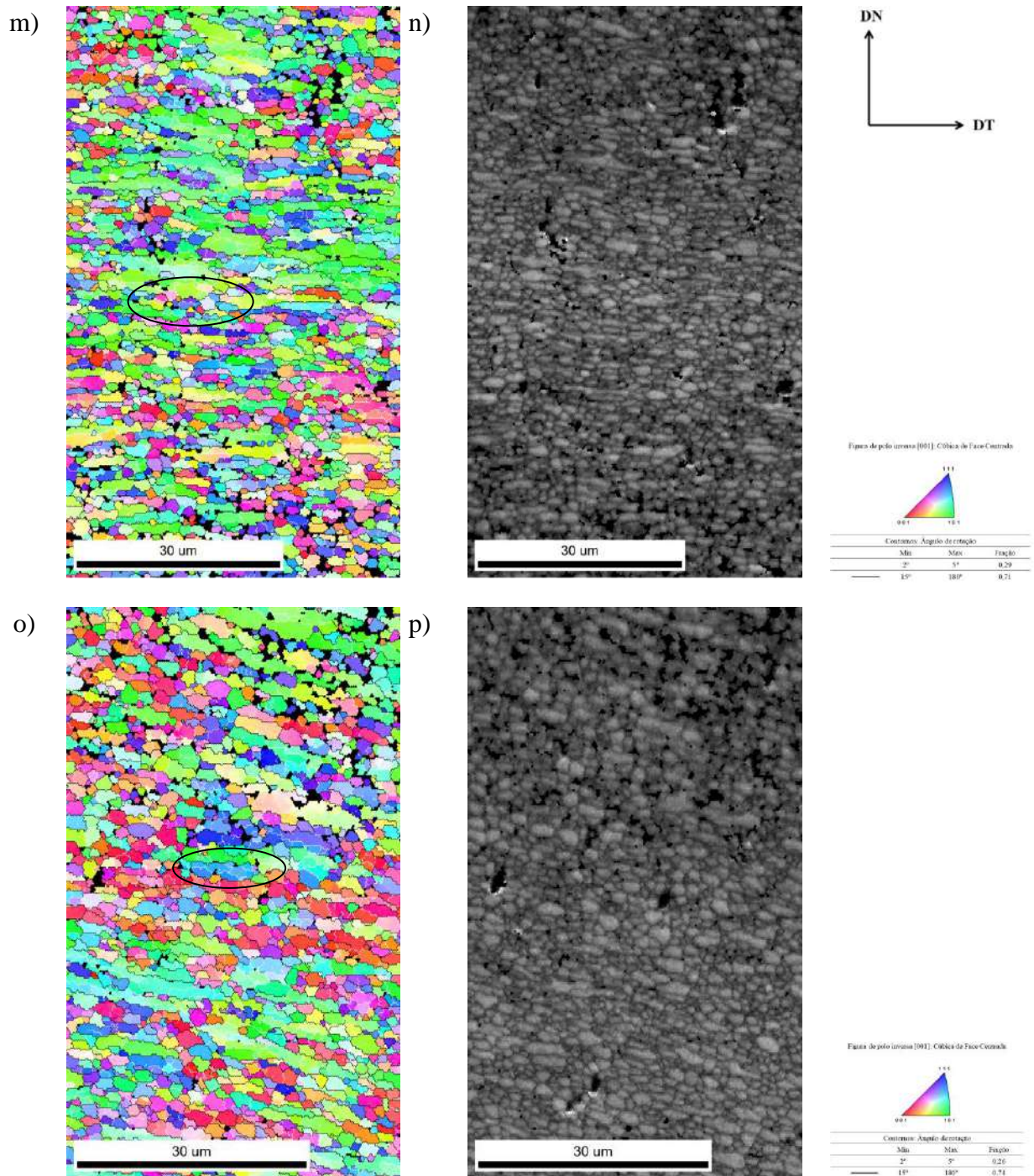


Figura 19 (continuação): Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após m) 45 min, o) 60 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade n) 45 min, p) 60 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

Após o tratamento térmico de 5 min à 200 °C o material apresentou tamanho de grão de 1,77  $\mu\text{m}$  e uma fração de contorno de alto ângulo de 0,82. O mapa de orientação apresentado na Figura 19 a) mostra que a morfologia da microestrutura se mantém em sua maioria alongada (circundadas de preto), característica da rota A. No entanto, já são

observados alguns grãos tendendo ao formato equiaxial (circundado de vermelho). Poucas mudanças foram notadas conforme o tempo de recozimento era aumentado. As principais foram vistas em relação a morfologia dos grãos, onde uma maior quantidade se tornou mais equiaxial. As Figuras 19 m) e 19 o) mostram que os grãos que se mantiveram alongados ao longo do tratamento térmico passaram pela recuperação estática, as discordâncias se rearranjaram formando subgrãos em seu interior (região circundada de preto). O tamanho de grão em si, teve um pequeno aumento de 8%, alcançando um tamanho de 1,91  $\mu\text{m}$ . A fração de contorno de alto ângulo se manteve estável ao longo de todo o tratamento térmico à 200 °C e configurou um leve aumento (11%) em relação ao material deformado.

Durante a deformação plástica severa a microestrutura refinada é formada sem a necessidade de tratamento térmico, diferindo dos materiais deformados convencionalmente, cujo novos grãos livres de discordâncias aparecem somente durante seu posterior recozimento. A microestrutura produzida durante o ECAP foi caracterizada pela presença de elevada fração de contornos de alto ângulo e segundo a literatura [1,18], esses contornos têm uma configuração de não-equilíbrio. O resultado mostrando uma elevada fração de contornos de alto ângulo após a deformação do material em ECAP via rota A (0,69) sugere que o mecanismo responsável pela evolução da microestrutura refinada é a recristalização dinâmica contínua, conforme abordado no item 5.1.2.

A principal distinção entre a microestrutura formada durante a recristalização estática descontínua e àquela formada durante a recristalização dinâmica contínua é a condição em que os contornos de alto ângulo são formados. Em ambas, os núcleos são formados durante a deformação, no entanto, na primeira os núcleos evoluem para novos grãos durante o recozimento e na segunda, os grãos são formados durante a DPS.

Os resultados mostram que, durante o recozimento subsequente, os contornos de alto ângulo evoluíram parcialmente para um estado de maior equilíbrio devido a atuação do mecanismo de recuperação estática e migração de curto alcance desses contornos em todo o volume. Ou seja, não foi possível identificar os estágios de nucleação e crescimento de novos grãos. Esse tipo de mecanismo atuante após a deformação é essencialmente um tipo de recuperação denominado na literatura de recristalização estática contínua [1,18]. As características desses processos contínuos sugerem que há uma estreita conexão entre a operação da recristalização dinâmica contínua durante a deformação e a recristalização estática contínua durante o recozimento de materiais severamente deformados, visto que ambos envolvem o rearranjo de discordâncias. Tais características explicam o porquê de não

ter tido alterações nas frações de contornos de alto ângulo durante o tratamento térmico, e sim, uma evolução, ainda que lenta, da morfologia da estrutura granular.

Semelhantemente, Yu *et al.* [8] também observaram que após o tratamento térmico a 200 °C durante 60 min da liga AA1050 deformada em ECAP, os contornos de grãos já se encontravam bem definidos e dispostos em uma configuração de maior equilíbrio características de um material significativamente recristalizado.

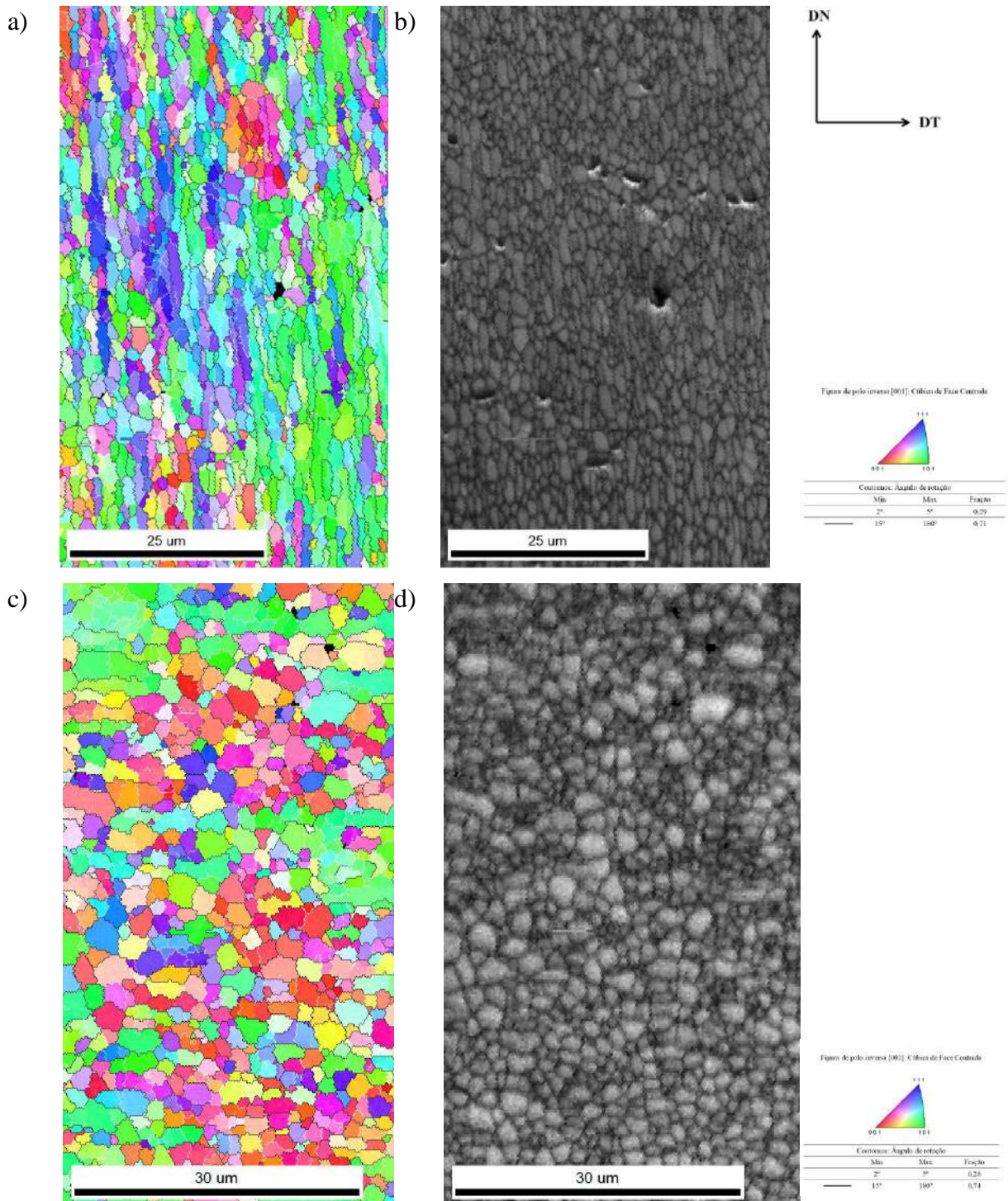


Figura 20: Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após a) 5 min, c) 10 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade b) 5 min, d) 10 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

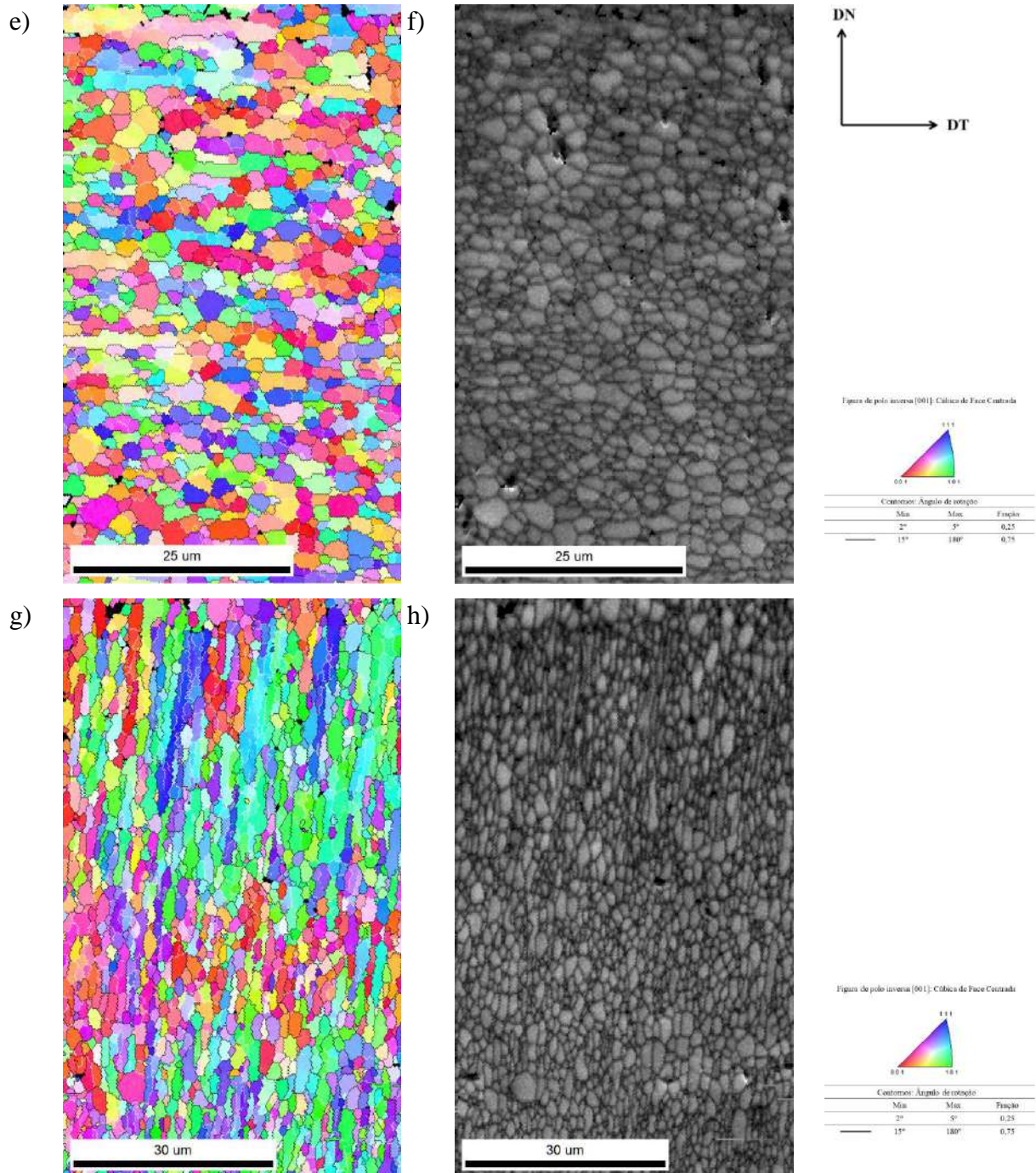


Figura 20 (continuação): Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após e) 15 min, g) 20 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade f) 15 min, h) 20 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

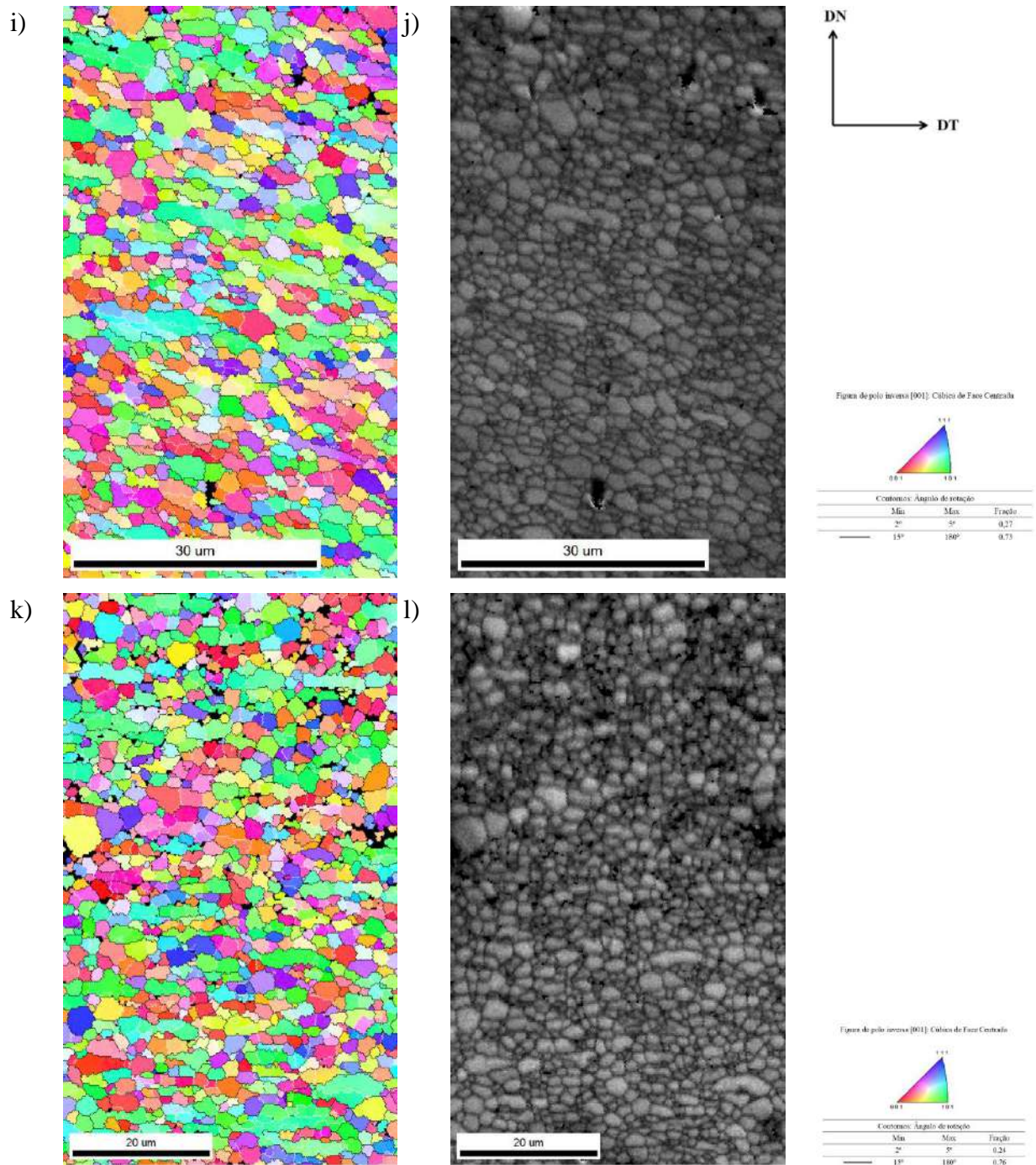


Figura 20 (continuação): Mapa de orientação da seção transversal liga AA1070 deformada via rota A após i) 25 min, k) 30 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade j) 25 min, l) 30 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

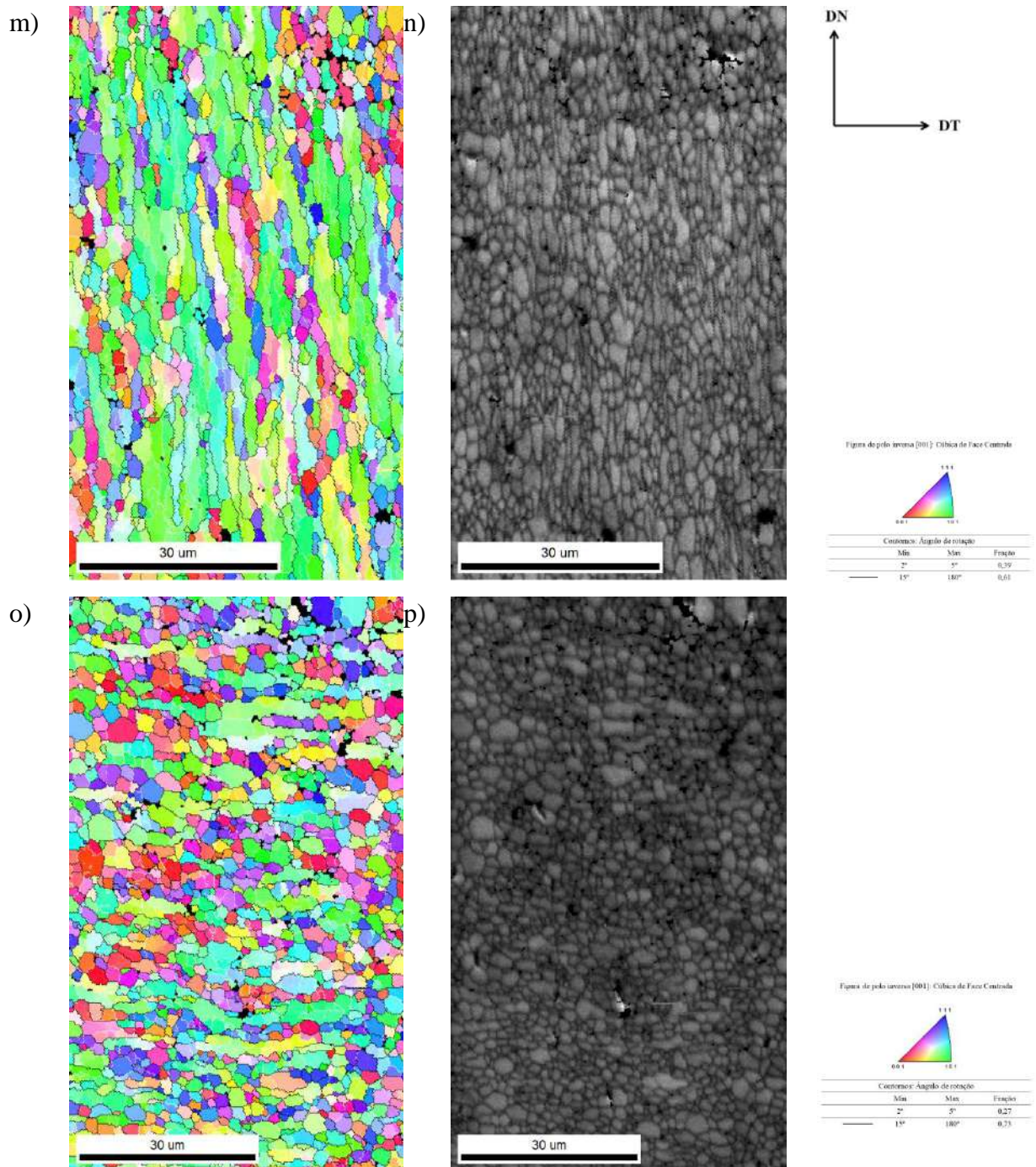


Figura 20 (continuação): Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após m) 45 min, o) 60 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade n) 45 min, p) 60 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

A evolução da microestrutura caracterizada por grãos alongados para uma composta por grãos equiaxiais foi ainda mais proeminente no material recozido à 250 °C. O tratamento térmico durante 5 min conferiu ao material um tamanho de grão de 1,97  $\mu\text{m}$ , pouco maior do que o valor obtido ao final do tratamento térmico à 200 °C durante 60 min. A fração de contornos de alto ângulo apresentou pouca alteração, alcançando uma valor 0,76, aumento de



9% em relação ao material deformado em cinco passes de ECAP. O tamanho de grão aumentou em 10% em relação ao material recozido à 200 °C durante o mesmo intervalo de tempo. Esse aumento era esperado, uma vez que o aumento a temperatura acelera os mecanismos envolvidos no processo de restauração. A Figura 20 a) mostra um material altamente recuperado, com fração significativa de grãos tendendo ao equiaxial. Ademais, permite observar que esses grãos são maiores em relação aos do material recozidos à 200 °C.

As tensões geradas próximas aos contornos de alto ângulo durante o ECAP tendem a ser removidas por recuperação estática durante os estágios iniciais do recozimento. Segundo Sakai *et al.* [1], esse mecanismo transforma os contornos de não equilíbrio em contornos de alto ângulo equilibrados. Assim, a evolução da microestrutura resultante da recristalização dinâmica contínua e posteriormente tratada termicamente, sugere que a recuperação estática é acompanhada pelo coalescimento contínuo de grãos. Fato este observado nos mapas de orientação da Figura 20. Adicionalmente, Yu *et al.* [8] explicam que a evolução da microestrutura de ligas de alumínio severamente deformadas frente ao recozimento, não pode ser descrita como um processo de recristalização convencional constituído por estágios distintos de nucleação e crescimento. Principalmente, pela elevada fração de contornos de alto ângulo e contornos com configuração de equilíbrio ainda em temperaturas inferiores a 275 °C. Desta forma, conforme abordado anteriormente, essa evolução é melhor descrita como um processo de recristalização contínua ou coalescimento contínuo dos grãos. De fato, os resultados permitiram concluir que a microestrutura de um material severamente deformado e posteriormente submetidos ao recozimento à baixas temperaturas passará pelas seguintes mudanças: (1) recuperação da estruturas de discordâncias, (2) transformação para uma estrutura de contornos equilibrados, e (3) evolução da granulometria para uma com grãos maiores e equiaxiais. Os grãos somente apresentarão crescimento normal após a completa recristalização contínua da microestrutura.

Ao final do tratamento térmico à 250 °C ainda é possível observar regiões altamente recuperadas, assim como regiões com grãos levemente maiores e equiaxiais. O tamanho de grão final foi de 2,07  $\mu\text{m}$  e uma fração de contornos de alto ângulo manteve-se em 0,78. A presença dessas regiões recuperadas e a não recristalização completa da microestrutura ao final do tratamento térmico, justifica-se por 250°C ser considerado um valor baixo em relação à temperatura de recristalização do alumínio de 330 °C, aproximadamente. Ou seja, não foi dada energia suficiente aos contornos de alto ângulo gerados durante a DPS para que eles se movessem e promovessem o coalescimento significativo dos grãos.

Outro ponto que corrobora com a afirmação da ocorrência da recristalização estática contínua é que não houve elevação significativa da fração de contornos de alto ângulo durante os tratamentos térmicos, e este comportamento era esperado conforme reportado por Yu *et al.*[8], Humphreys e Hatherly [18]. Quando ocorre recristalização estática descontínua, a fração de contornos de alto ângulo aumenta consideravelmente conforme a matriz deformada vai sendo consumida pelos grãos recristalizados. Contraditatoriamente, durante a recristalização contínua essa fração pouco se altera e os grãos tendem a se tornar mais equiaxiais, comportamento também observado no presente trabalho.

### 5.1.3.2 Rota C

A Tabela 8 apresenta as medidas de tamanho de grão do material deformado via rota C e posteriormente tratado termicamente. Sua evolução pode ser vista nas Figuras 21 e 22.

Tabela 8: Medidas de tamanho de grão do material deformado via rota C e posteriormente recozido.

Tempo de Recozimento (min)	Temperatura	
	200 °C	250 °C
	Tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ )	
Como deformado	$3,38 \pm 2,97$	
5	$2,06 \pm 1,06$	$2,37 \pm 1,21$
10	$2,14 \pm 1,07$	$2,32 \pm 1,11$
15	$2,19 \pm 1,05$	$2,27 \pm 1,14$
20	$2,27 \pm 1,14$	$2,47 \pm 1,32$
25	$2,17 \pm 1,08$	$2,42 \pm 1,25$
30	$2,16 \pm 1,08$	$2,37 \pm 1,21$
45	$2,16 \pm 1,05$	$2,42 \pm 1,26$
60	$2,19 \pm 1,13$	$2,33 \pm 1,13$

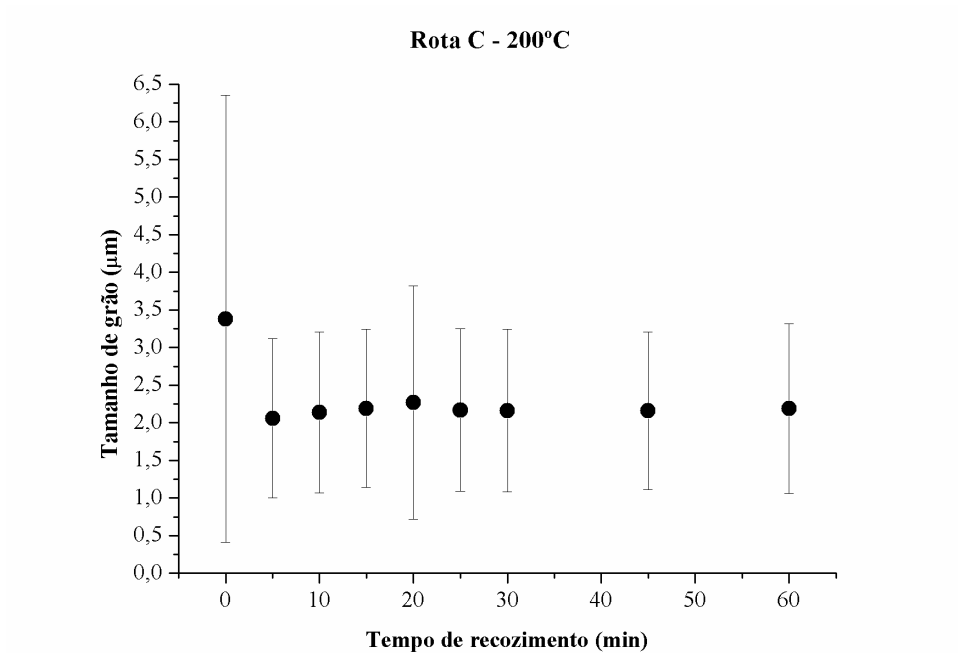


Figura 21: Tamanho de grão *versus* tempo de recozimento a 200 °C da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C.

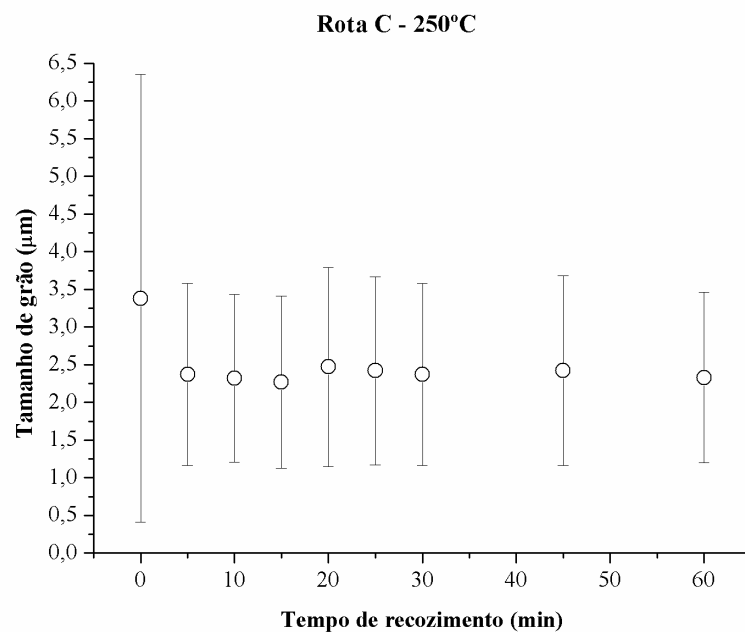


Figura 22: Tamanho de grão *versus* tempo de recozimento a 250 °C da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C.

A Figura 23 apresenta a evolução da fração de contornos de alto ângulo para o material deformado pela rota C ao longo do recozimento.

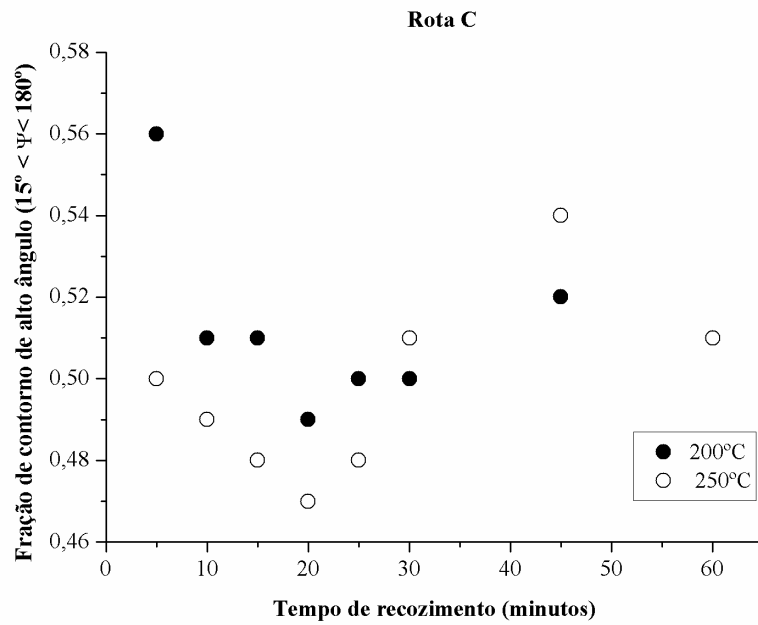


Figura 23: Fração de contornos de alto ângulo *versus* tempo de recozimento da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C.

Os mapas de orientações gerados por análises de EBSD estão apresentados nas Figuras 24 e 25.

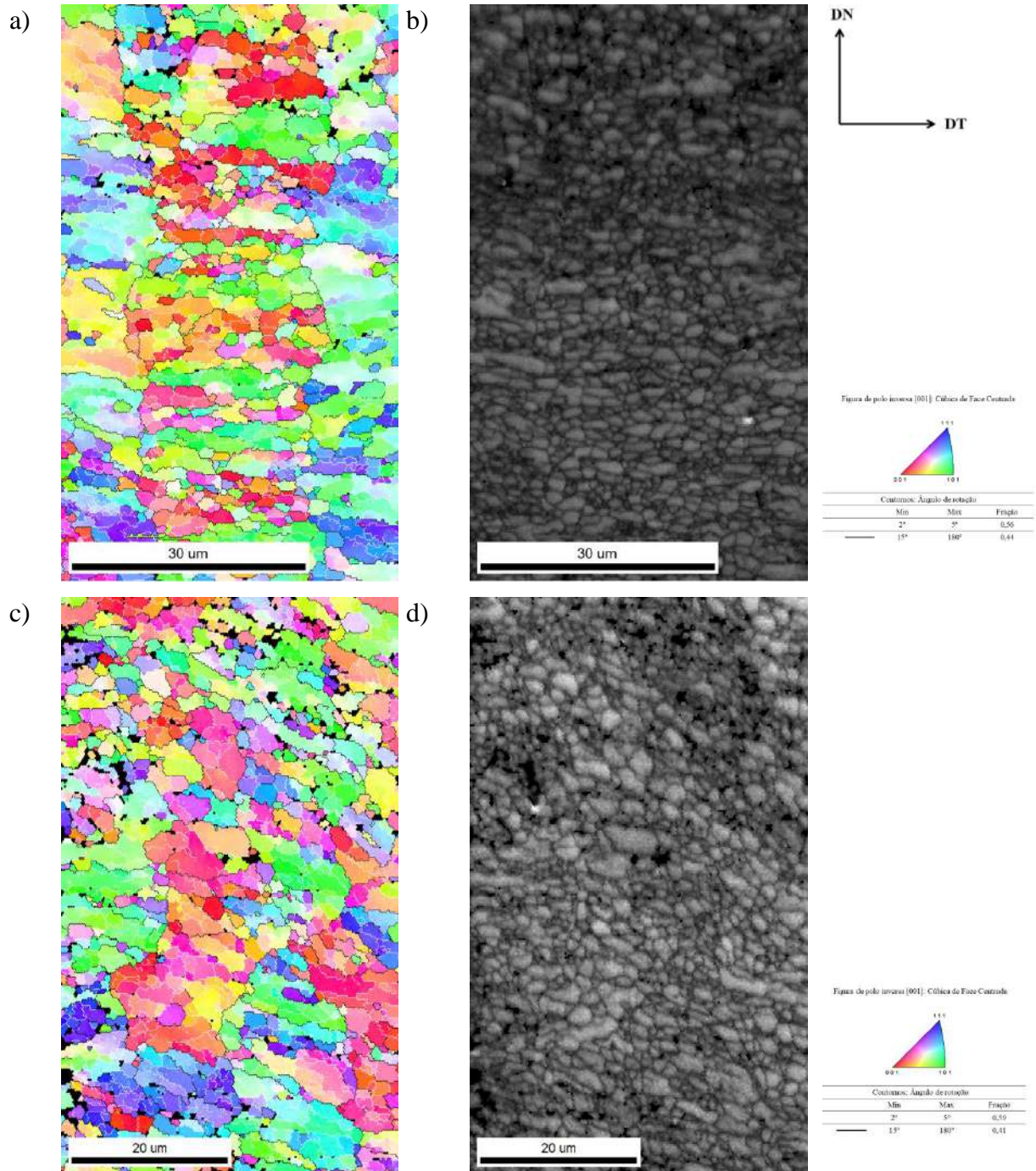


Figura 24: Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após a) 5 min, c) 10 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade b) 5 min, d) 10 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

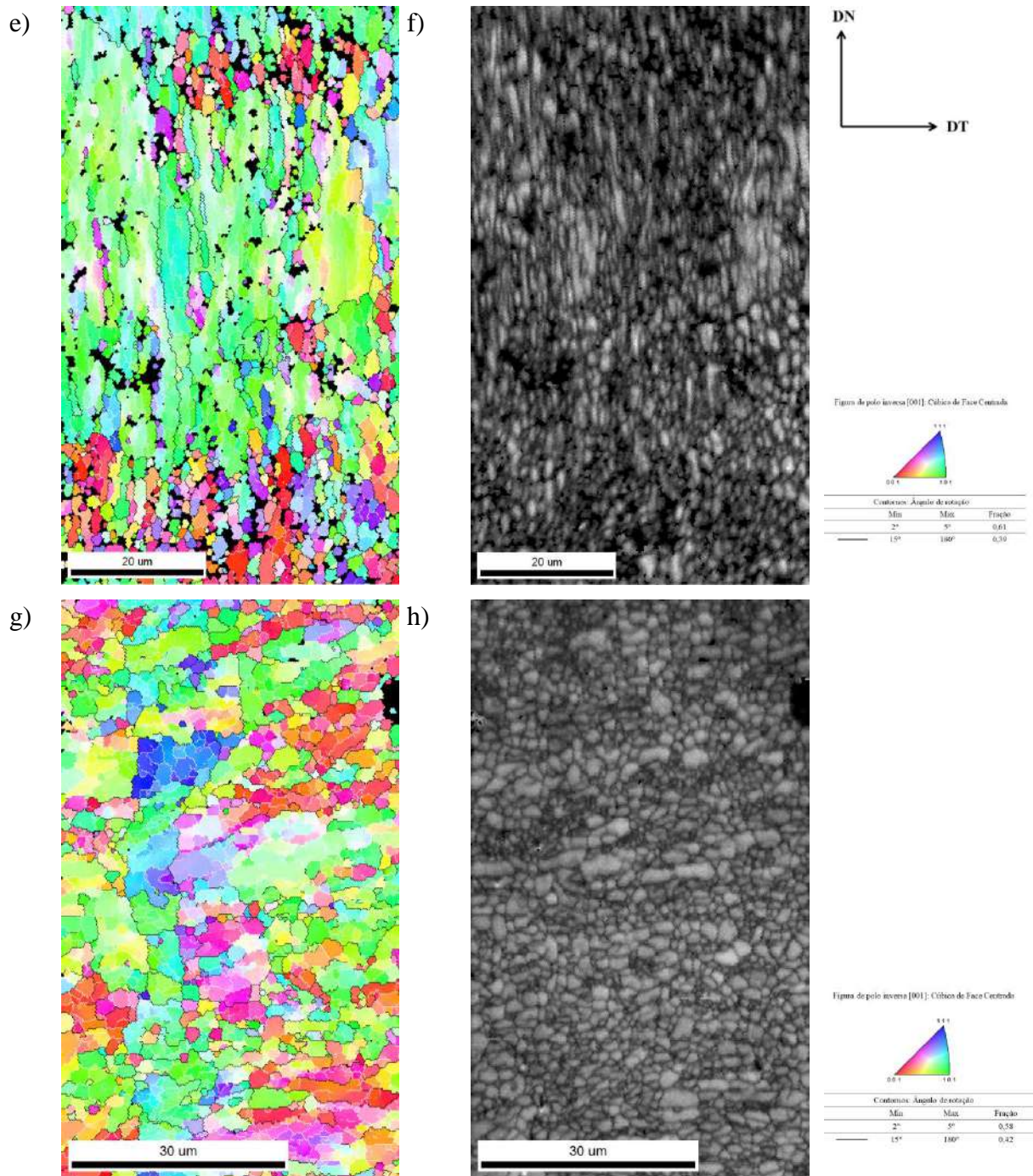


Figura 24 (continuação): Mapa de orientação da seção transversa da liga AA1070 deformada via rota C após e) 15 min, g) 20 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade f) 15 min, h) 20 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

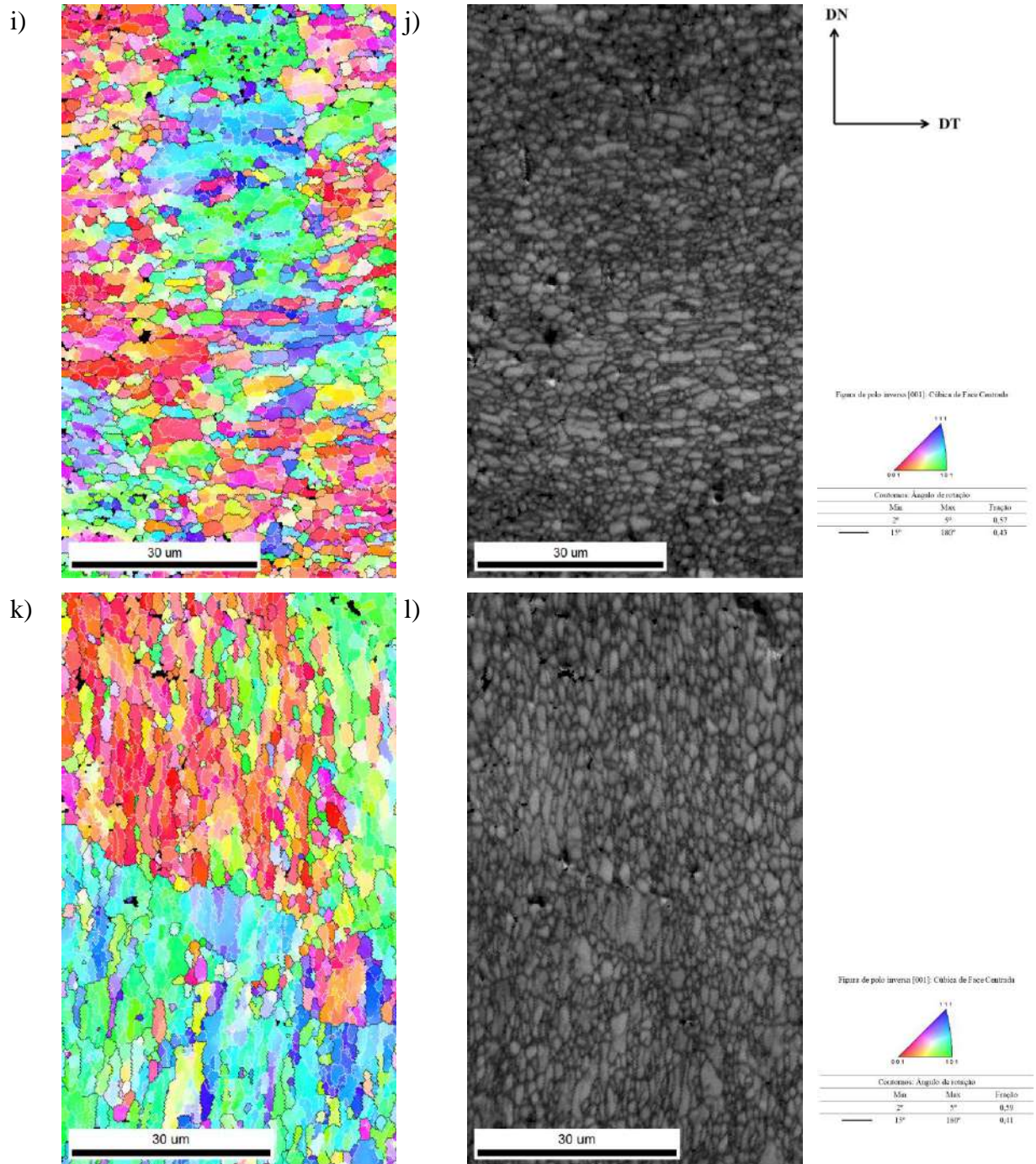


Figura 24 (continuação): Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após i) 25 min, k) 30 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade j) 25 min, l) 30 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

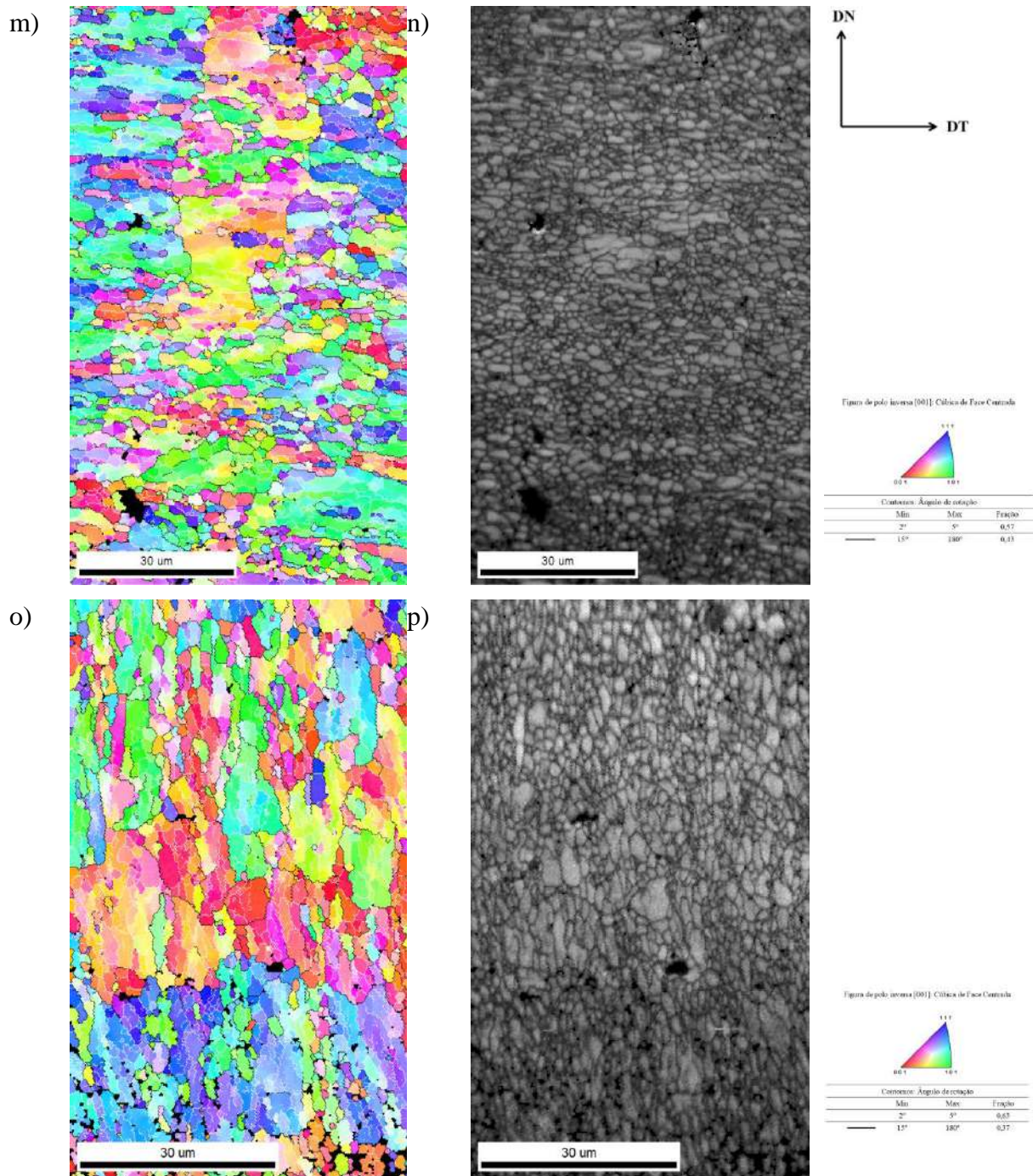


Figura 24 (continuação): Mapa de orientação da seção transversal da ligal AA1070 deformada via rota C após m) 45 min, o) 60 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade n) 45 min, p) 60 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

O tratamento térmico do material por 5 min à 200 °C resultou em um tamanho médio de grão de 2,06  $\mu\text{m}$  e uma fração de contorno de alto ângulo de 0,56. Essa redução do tamanho de grão em relação ao material deformado também foi observada na rota A e pode ser em função da região investigada. A deformação em ECAP é heterogênea e a temperatura



em que foi realizada o recozimento não foi suficiente para homogeneizar a microestrutura severamente deformada.

A deformação via rota C é bem diferente daquela produzida pela rota A, principalmente devido aos sistemas de deslizamento ativados entre os passes de deformação. O primeiro passe de deformação é igual para ambas as rotas e uma 70% de redução do tamanho de grão, foi observado por Mendes [3] e a fração de contornos de baixo ângulo foi de 0,74. Esses valores são justificados pelo intenso refinamento gerado pela deformação severa. Com o aumento da deformação acumulada é esperado que as subestruturas de discordâncias evoluam para contornos de alto ângulo de não-equilíbrio. Conforme foi relatado no item 5.1.2 a rota A evoluiu para uma fração de contornos de alto ângulo de 0,69, enquanto a rota C alcançou um valor 0,5. Desta forma, é esperado que o comportamento frente ao recozimento do material deformado por essas rotas seja diferente.

Observa-se ao final do tratamento a 200 °C regiões composta por grãos altamente recuperados com a presença de subgrãos em seu interior. O tamanho de grão final foi 2,19  $\mu\text{m}$  e uma fração de contornos de alto ângulo não evoluiu, mantendo o valor proximado de 0,51.

Com o aumento do número de passes e o acúmulo de altas deformações durante o ECAP, o comportamento do material frente ao recozimento é mais complexo e tende a uma situação em que toda a microestrutura passa pelo coalescimento. No entanto, este coalescimento não é uniforme, conforme pode ser visto nos mapas de orientação das Figuras 24 e 25. Ao longo dos tempos de tratamento é possível observar regiões onde o coalescimento foi uniforme (recristalização estática contínua) e outras em que ocorreram os fenômenos de restauração estática descontínua, recuperação estática em maior extensão do que a recristalização estática descontínua.

Os resultados sugerem que o comportamento frente ao recozimento ocorreu de duas maneiras. Em alguns lugares foi observado a ocorrência de recuperação estática e recristalização estática descontínua, enquanto em outros, observou-se o coalescimento gradual da microestrutura (recristalização estática contínua).

A literatura aponta que assim como observado na rota A, o comportamento frente ao recozimento de materiais severamente deformados é melhor descrito pela recristalização estática contínua. Os núcleos são formados durante a deformação e seu posterior recozimento não leva a formação de novos núcleos. É esperado apenas o crescimento desses núcleos pré-existentes. No entanto, Morris e Muñoz [56] também observaram que na liga Al – 3,6% Mg deformada em ECAP algumas regiões também aparentam ter passado pelo processo de recristalização estática descontínua, enquanto em outras nota-se apenas o coalescimento dos

grãos refinados. Os autores sugerem que essa diferença no comportamento é devido às heterogeneidades da microestrutura deformada que formam regiões com diferentes distribuições de contornos de alto ângulo. Isso é evidenciado na rota C, onde a fração de contornos de alto ângulo é igual a fração de contornos de baixo ângulo e não são homogeneamente distribuídas. Durante o posterior recozimento, não foi observada mudanças significativas na microestrutura e nem o leve aumento na fração de contornos de alto ângulo conforme observado na rota A.

Para uma melhor compreensão do comportamento do material frente ao recozimento é preciso o auxílio de técnicas que permitem identificar e separar os componentes recristalizados de maneira contínua e descontínua, principalmente para materiais, que como no presente estudo, foram tratados à baixas temperaturas. A técnica de microscopia eletrônica de transmissão seria de grande ajuda.

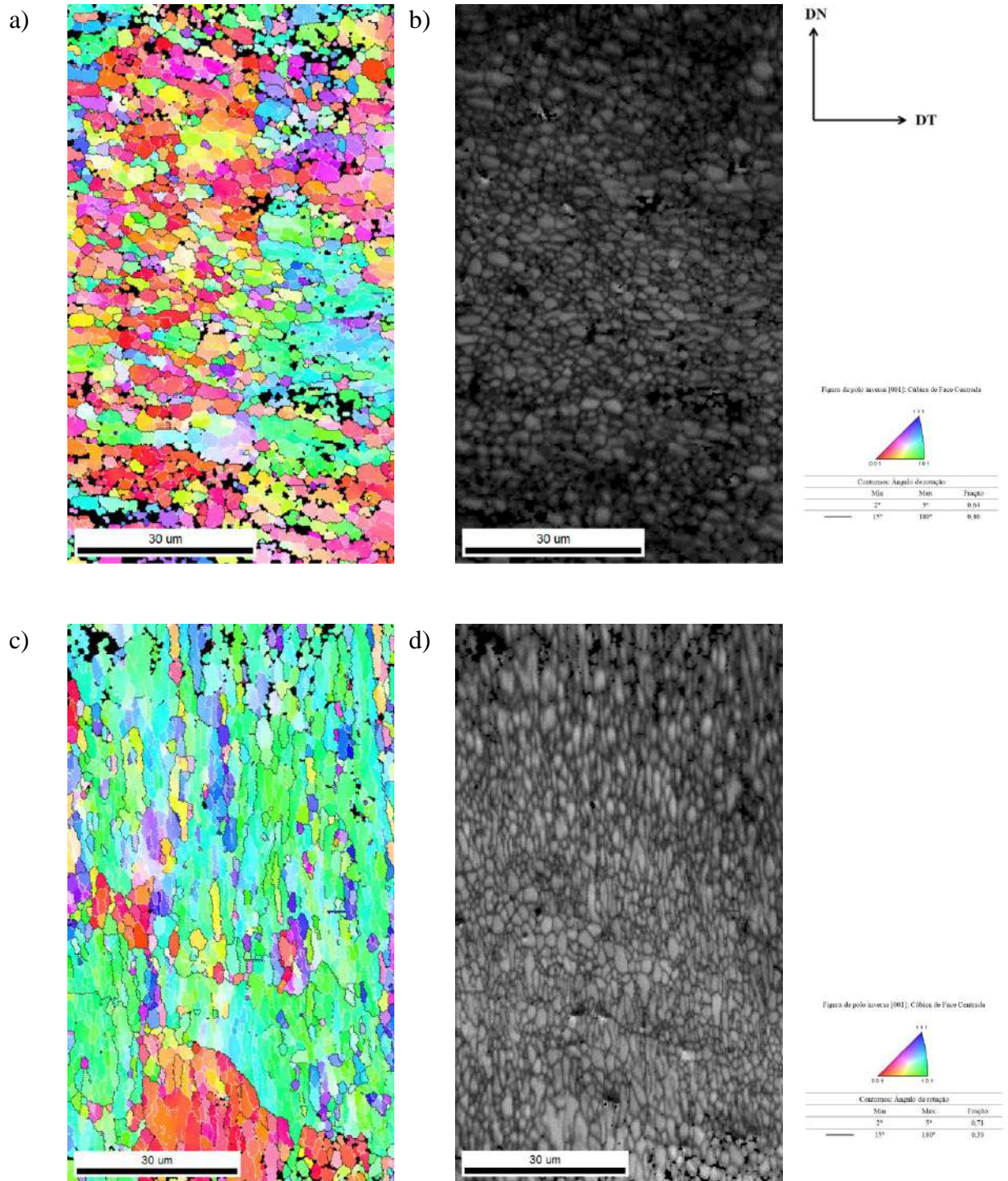


Figura 25: Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após a) 5 min, c) 10 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade b) 5 min, d) 10 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

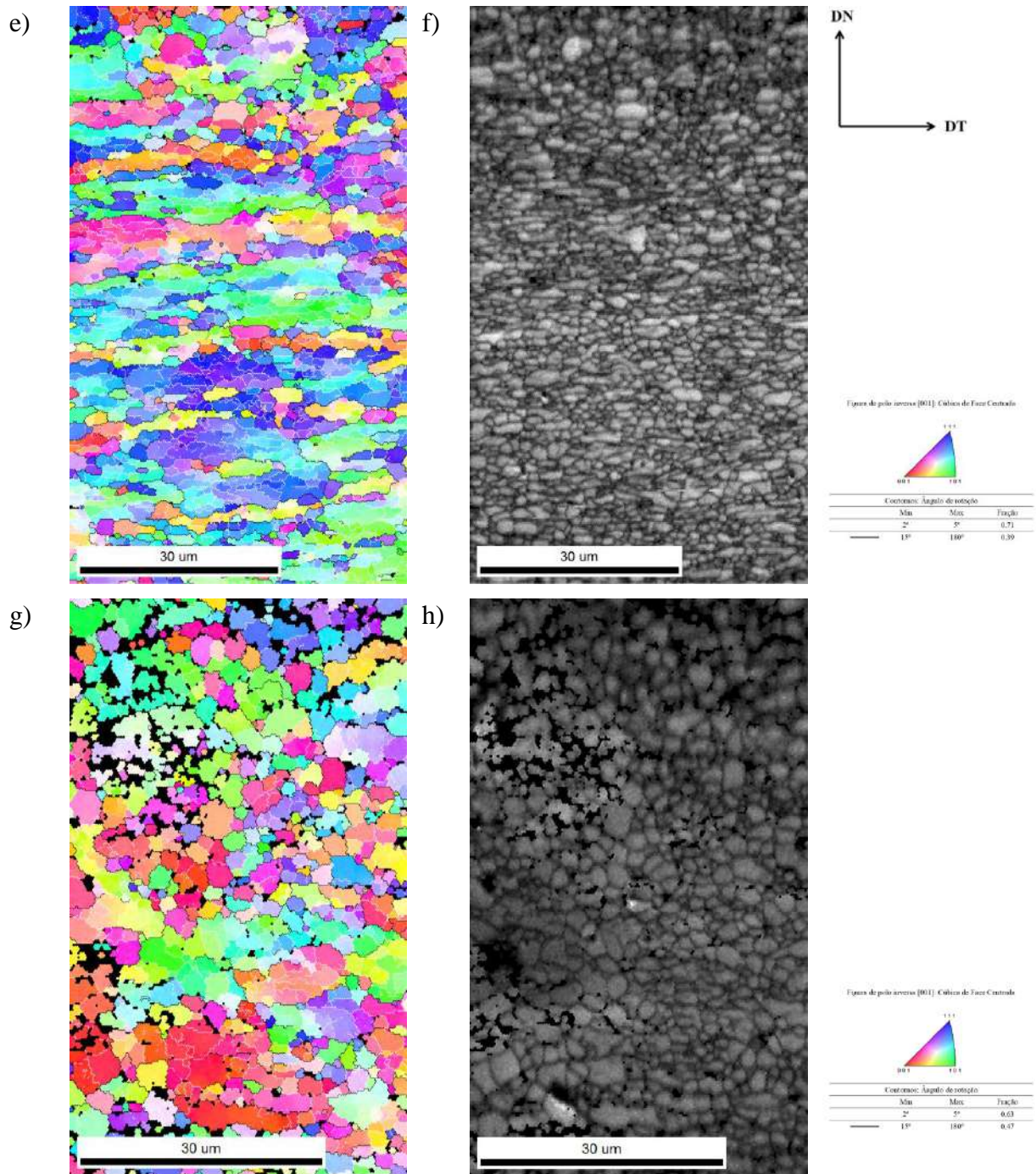


Figura 25 (continuação): Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após e) 15 min, g) 20 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade f) 15 min, h) 20 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

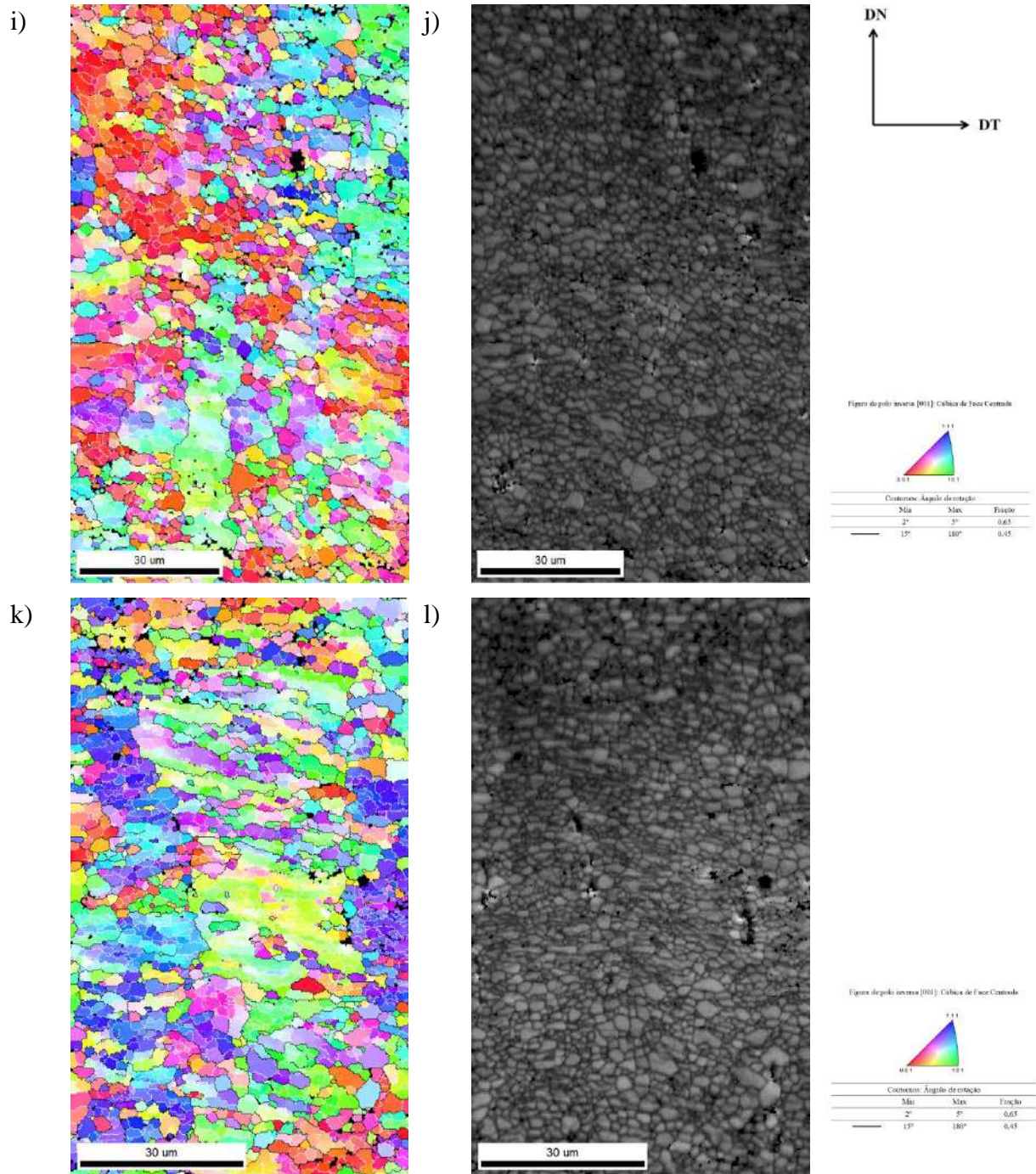


Figura 25 (continuação): Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após i) 25 min, k) 30 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade j) 25 min, l) 30 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

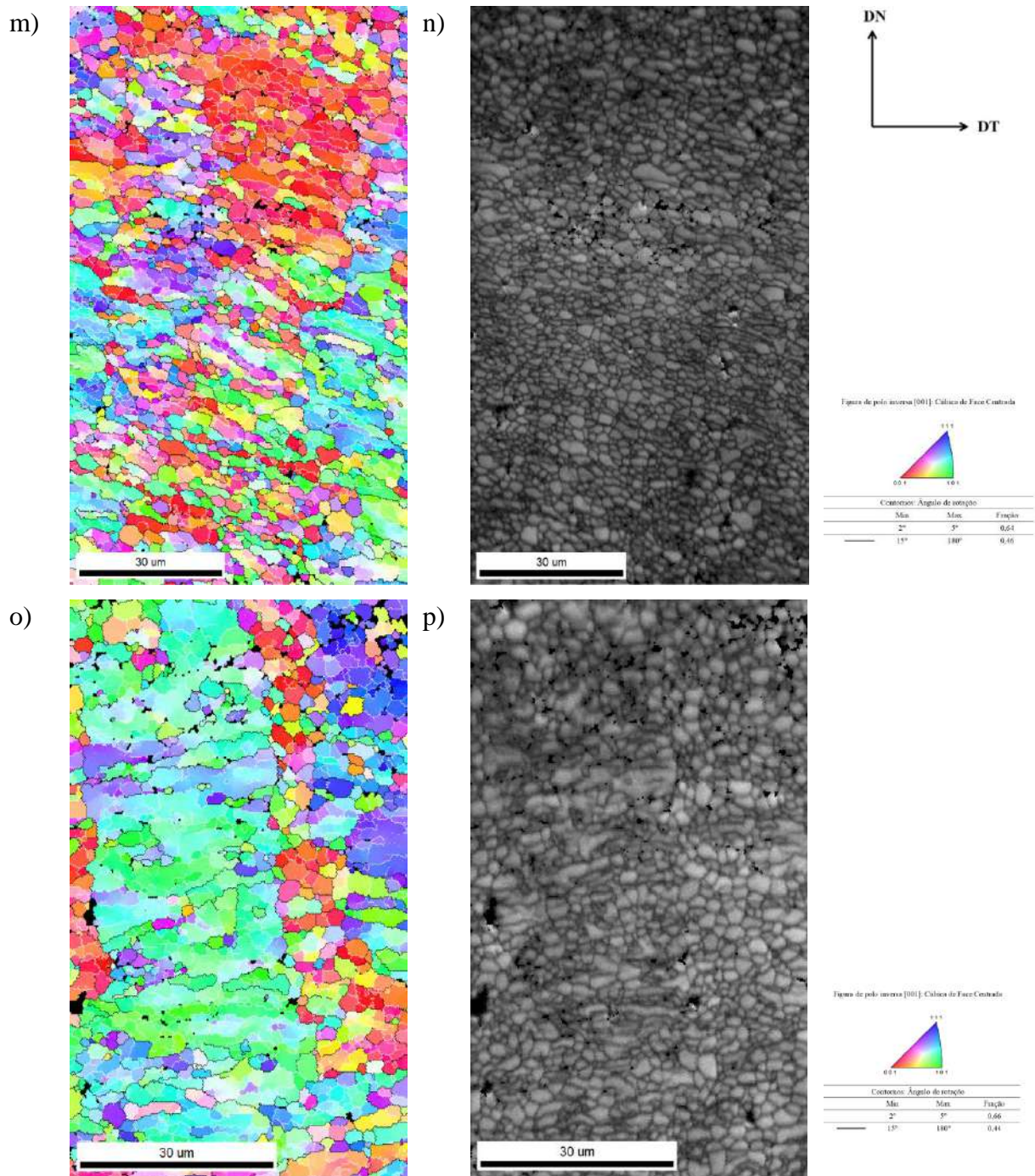


Figura 25 (continuação): Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após m) 45 min, o) 60 min e seus respectivos mapas de índice de qualidade n) 45 min, p) 60 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

A fração de contornos de alto ângulo evoluiu para 51%. No material deformado em cinco passes, a fração de contornos de alto ângulo foi de 50%. Ao final do tratamento térmico a 250 °C do material deformado pela rota C o tamanho de grão médio foi de 2,33 μm.

Os movimentos de curto alcance dos contornos de alto ângulo, seja durante a deformação ou no recozimento subsequente, resultam em uma microestrutura de grãos finos e livres de defeitos em seu interior. Tal microestrutura é similar àquela resultante da recristalização convencional, mas como não ocorre "nucleação" e "crescimento" dos grãos recristalizados, e a microestrutura evolui relativamente de forma homogênea por todo o material, o processo é denominado na literatura como recristalização estática contínua.

Yu *et al.* [8] relataram em seu trabalho estudando a evolução microestrutural durante o recozimento da liga de alumínio AA1050 deformada em ECAP via rota Bc que a fração de contornos de alto ângulo também se manteve constante após o tratamento térmico a 250 °C durante 4 horas. Eles observaram que, apesar de o tamanho de grãos ter aumentado mais que o dobro em relação a microestrutura inicial, não houve alterações significativas nas frações de contornos de grão. Os autores pontuam que os resultados encontrados, assim como no presente estudo, sugerem que a evolução microestrutural de um material severamente deformado durante o recozimento não se encaixa em um processo de recristalização típico, com estágios distintos de nucleação e crescimento. Primeiramente, uma configuração equilibrada da microestrutura com altas frações de contornos de alto ângulo e contornos equilibrados já existem em temperaturas inferiores a 275 °C, desta forma a fronteira entre grãos recristalizados e não recristalizados na microestrutura severamente deformada não é bem definida dificultando a distinção entre eles.

Durante a deformação, a desorientação média dos grãos cresce e a microestrutura se torna progressivamente mais estável contra o crescimento descontínuo conforme a deformação aumenta. Segundo Humphreys e Hatherly [18] as condições de supressão da recristalização descontínua são deformação, temperatura e tamanho inicial de grão, que resulta em frações de contornos de alto ângulo altas o suficiente (~ 0,6-0,7) que garantem certa estabilidade microestrutural. Uma questão importante a ser pontuada é a origem das estruturas bandeadas ainda a 250 °C. Elas são remanescente da deformação em ECAP, cuja principal característica é a formação de uma estrutura granular bandeada. Assim como dito por Humphreys e Hatherly, Morris e Muñoz [56] afirmam que uma estrutura inicial só será estável contra a recristalização descontínua e, portanto, coalescer continuamente, quando a proporção de contornos de alto ângulo for maior que 70%. No presente estudo, apenas 50% dos contornos de grão presentes no material deformado, e também após o recozimento na faixa de 200 a 250°C, têm caráter de alto ângulo.

Foi observado ao longo de todo o tratamento térmico a ocorrência da recuperação que tende a levar a redução significativa na densidade de discordâncias tanto nos contornos dos

grãos, quanto em seu interior. Comportamento semelhante foi realtado por Morris e Muñoz [56], que também identificaram a ocorrência da recuperação durante o tratamento térmico do material deformado ao longo de toda a faixa de temperaturas e tempos estudados (150–250°C, até 1h). Ademais, também não foi observada mudanças significativas em relação a frações de contornos de alto ângulo durante o recozimento, pelo menos durante as fases de recuperação e coalescimento identificadas na temperatura de 200 °C e nos tempos menores a 250 °C.

### 5.1.3.3 Análise do Grain orientation Spread

Foi realizada também a análise do *Grain Orientation Spread* (GOS) na busca da compreensão da evolução da microestrutura deformada em regiões recuperadas e/ou recristalizadas. Segundo Alvi *et al.* [57,58], o uso da abordagem baseada nos valores dso GOS facilita a identificação da “condição” de cada grão, ou seja, se é um grão deformado ou recristalizado. Essa divisão dos grãos deformados e recristalizados é baseada na “*orientation spread*”, por sua vez, determinada pelo cálculo da desorientação entre todos os pontos no grão. O GOS médio do material deformado foi de  $0,69 \pm 0,75$ . Para o material completamente recristalizado o valor foi de  $0,56 \pm 0,65$ . A evolução do espalhamento ao longo do tratamento térmico é apresentada nas Figuras 26 e 27.

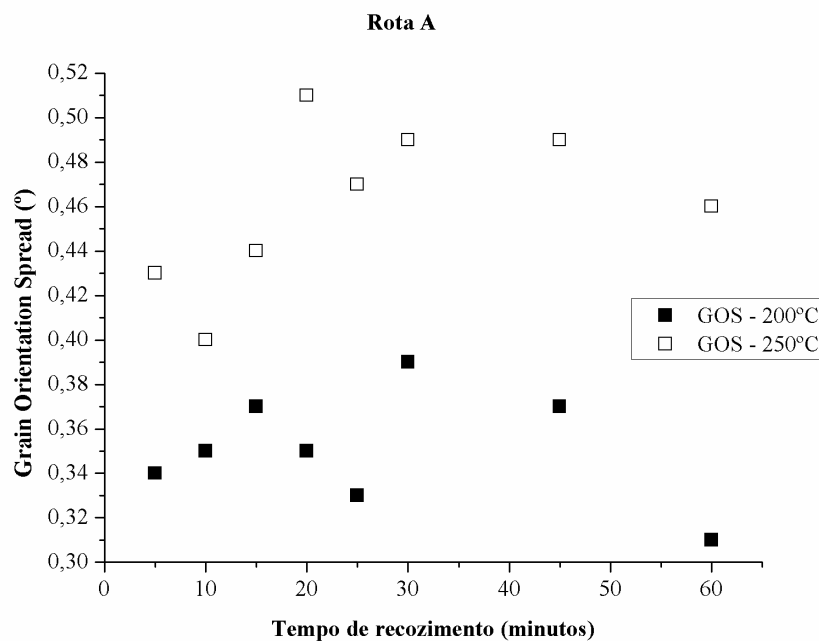


Figura 26: Evolução do *Grain Orientation Spread* versus tempo de recozimento da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A.



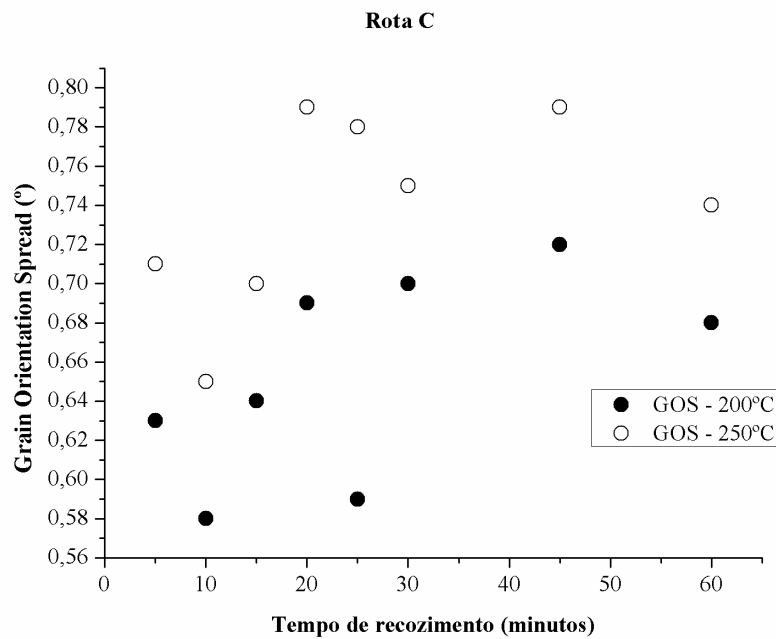


Figura 27: Evolução do *Grain Orientation Spread* versus tempo de recozimento da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C.

Um alto valor de GOS indica a presença de contornos geometricamente necessários e outras heterogeneidades de deformação, enquanto os grãos recristalizados são caracterizados por um baixo valor de GOS, indicando a presença de pouco ou nenhum defeito cristalino. O valor de  $GOS > 3^\circ$  foi utilizado para indicar grãos não recristalizados e valor de  $GOS < 3^\circ$  foi utilizado para grãos recristalizados [58,59]. Analisando os resultados do presente estudo, a eficiência da técnica de ECAP é confirmada em produzir uma microestrutura refinada com alta fração de contornos de alto ângulo e bem equilibrada. Os baixos valores do GOS do material altamente deformados indicam que os grãos possuem baixa densidade de defeitos cristalinos e que o mecanismo de refinamento dos grãos, bem como a evolução do caráter dos contornos com o aumento da deformação acumulada estão de acordo com o proposto por Starink *et al.* [60]. Ademais, suportam a afirmação de que a microestrutura refinada final com elevada fração de contornos de alto ângulo é resultante da recristalização dinâmica contínua e recuperação dinâmica ao longo do processo de deformação plástica severa.

No caso de um valor maior do GOS, sugere-se heterogeneidade local no grão. Wronski *et al.* [61] mostraram que um GOS alto é observado nos primeiros passes de deformação em ECAP e que este diminui com o aumento da deformação acumulada, confirmando que os grãos vão se tornando mais homogêneos. Os autores observaram uma correlação entre tamanho de grão e a variação de desorientação dos pontos no interior do grão. Os grãos pequenos são bastante homogêneos, enquanto os grãos maiores possuem

maiores desorientações em seu interior. Desta forma, o tamanho de grão encontrado no presente estudo está de acordo com os valores de espalhamento observados. Nota-se ainda, que os valores do GOS ao longo do tratamento térmico mantêm-se praticamente invariável. Esta característica fornece indício de que o comportamento do material severamente deformado frente ao recozimento pode ser considerado um processo contínuo de coalescimento de grãos ou recristalização contínua.

## 5.2 COMPORTAMENTO MECÂNICO

### 5.2.1 Material deformado

O ensaio de dureza Vickers foi realizado na liga de alumínio AA1070 proveniente de um processo de conformação de laminação a quente. A medida média de dureza do material de partida foi de  $25,5 \pm 0,8$  Vickers. Pode-se observar pelo valor do desvio padrão que o material apresentou ao longo das medidas na seção transversal uma distribuição de dureza homogênea. E esse comportamento é confirmado por meio do mapa de distribuição de dureza apresentado na Figura 28.

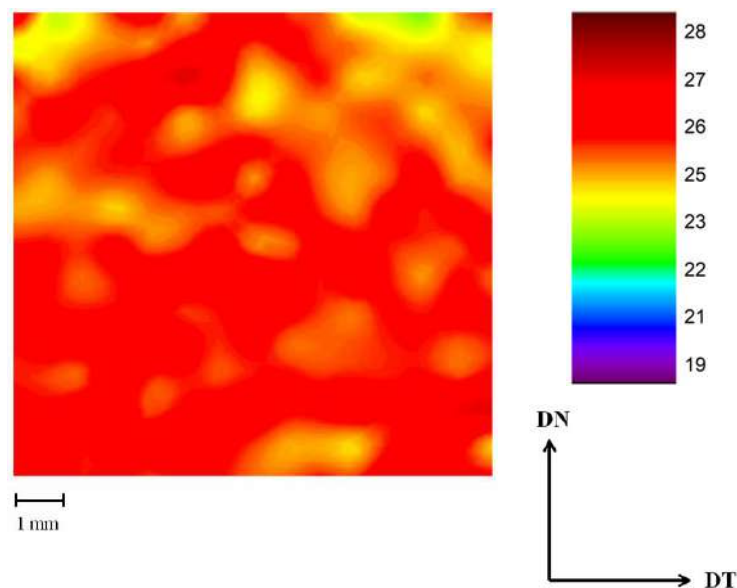


Figura 28: Mapa de dureza Vickers na seção transversal (plano DT-DN) do material de partida da liga Al AA1070. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.

Após cinco passes consecutivos de deformação em ECAP pela rota A, a medida de dureza média encontrada foi de  $48,2 \pm 1,6$  Vickers, ao passo que para a rota C o valor foi de  $48,6 \pm 1,6$ . A distribuição das medidas ao longo da seção transversal pode ser observada por meio dos mapas de dureza apresentados nas Figuras 29 e 30.

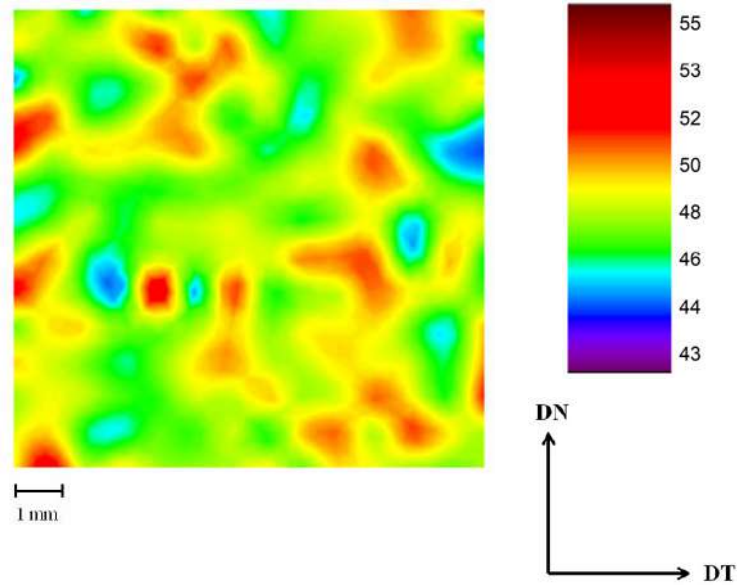


Figura 29: Mapa de dureza Vickers na seção transversal (plano DT-DN) da liga Al AA1070 após o quinto passe de deformação em ECAP via Rota A. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente

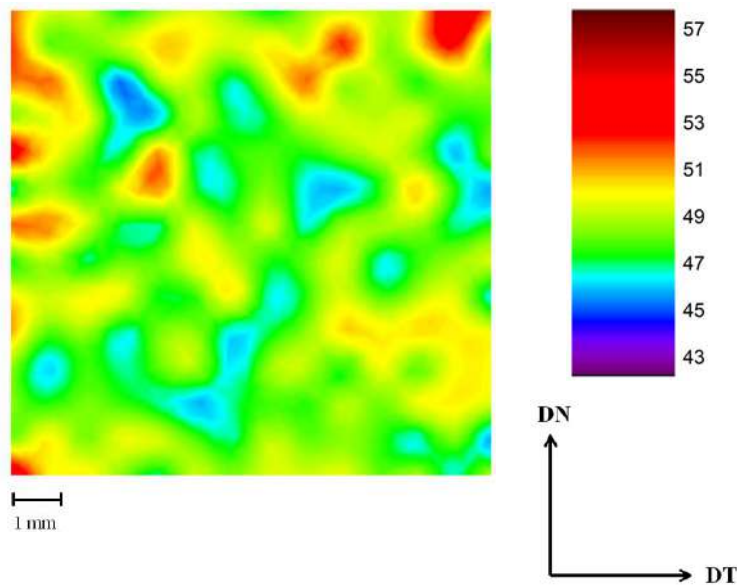


Figura 30: Mapa de dureza Vickers na seção transversal (plano DT-DN) da liga Al AA1070 após o quinto passe de deformação em ECAP via Rota C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.

A análise desses valores permite verificar um aumento no valor médio da dureza de 47% do valor em ambas as rotas em relação ao material de partida. Esse aumento se justifica pela quantidade de deformação inserida no material ao longo dos passes ( $\epsilon = 5,95$ ), associado ao aumento de defeitos cristalinos na microestrutura e um intenso refinamento dos grãos. Xu e Langon [25] atribuem esse comportamento, ao fato de o alumínio puro possuir uma elevada

energia de defeito de empilhamento, uma alta taxa de endurecimento por deformação e uma rápida taxa de recuperação.

Mendes [3] e Castro [4] também encontraram esse aumento da dureza de quase o dobro em relação ao material de partida para essa liga. Os autores explicam que esse aumento é encontrado logo após a primeira prensagem, assim como relatado por diversos trabalhos [6,20,22,23,49] e pode ser explicado devido ao intenso refinamento sofrido pelo material logo neste primeiro passe de deformação. Os estudos também mostraram que não houve alterações significativas nos valores de dureza nos passes seguintes levando-se em conta os desvios padrões. Este comportamento caracteriza um estado estacionário que se justifica pela ocorrência dos fenômenos de recuperação dinâmica e recristalização dinâmica contínua durante o processo de deformação via ECAP, onde no primeiro a quantidade de defeitos gerados durante a deformação é compensada pela quantidade de defeitos eliminados pela movimentação das discordâncias; e no segundo, os novos grãos refinados são formados pela evolução dos contornos de baixo ângulo em contornos de alto ângulo de acordo com que a deformação aumenta.

No primeiro passe de deformação em ECAP a fração de contornos de baixo ângulo é elevada devido a quantidade de defeito gerado na microestrutura. Com o aumento do número de passes, a deformação acumulada é alta e os contornos de baixo ângulo evoluem para caráter de alto ângulo, resultando em uma microestrutura refinada com elevada fração de contornos de alto ângulo e elevada dureza. Durante a DPS, a formação de uma microestrutura refinada é acompanhada de redução significativa da densidade de discordância. Análises com o auxílio da técnica de microscopia eletrônica de transmissão seriam de grande utilidade para essa investigação no presente estudo. No entanto, informações presentes na literatura permitem inferir alguns pontos sobre essa questão em relação a liga Al AA1070 submetida às condições impostas neste trabalho. Os materiais severamente deformados possuem grãos finos quase livres de discordâncias [1,18] e Belyakov *et al.* [29] identificaram por meio da microscopia eletrônica de transmissão, presença de grandes distorções no interior da microestrutura refinada. Os grãos selecionados para a avaliação dessas distorções não apresentaram discordâncias em seu interior, logo essas distorções elásticas e as tensões internas foram atribuídas ao estado de não equilíbrio dos contornos de alto ângulo gerados durante a deformação severa. Os autores explicam que essas tensões internas podem atuar como barreiras a movimentação das discordâncias e portanto, podem ser responsáveis pela diminuição da densidade de discordâncias e também pela elevada dureza apresentada por esses materiais.

## 5.2.2. Material Recozido

### 5.2.2.1 Rota A

Os resultados obtidos no ensaio de dureza após o recozimento do material a 200 °C e 250 °C deformado via rota A estão apresentados na Tabela 9 e a evolução das medidas pode ser observada nos gráficos plotados na Figura 31.

Tabela 9: Medidas de dureza Vickers do material deformado via rota A.

Tempo de Recozimento (min)	Temperatura	
	200 °C	250 °C
	Dureza (Vickers)	
Como deformado	48,2 ± 1,6	
5	47,1 ± 1,1	43,4 ± 1
10	47,1 ± 0,9	43,5 ± 0,6
15	46,7 ± 0,7	42,6 ± 0,7
20	46,1 ± 0,9	42,2 ± 0,7
25	46,1 ± 0,8	41,9 ± 0,7
30	45,7 ± 0,6	40,5 ± 1,3
45	44,1 ± 1,3	40,7 ± 0,9
60	44,7 ± 0,8	40,1 ± 0,9

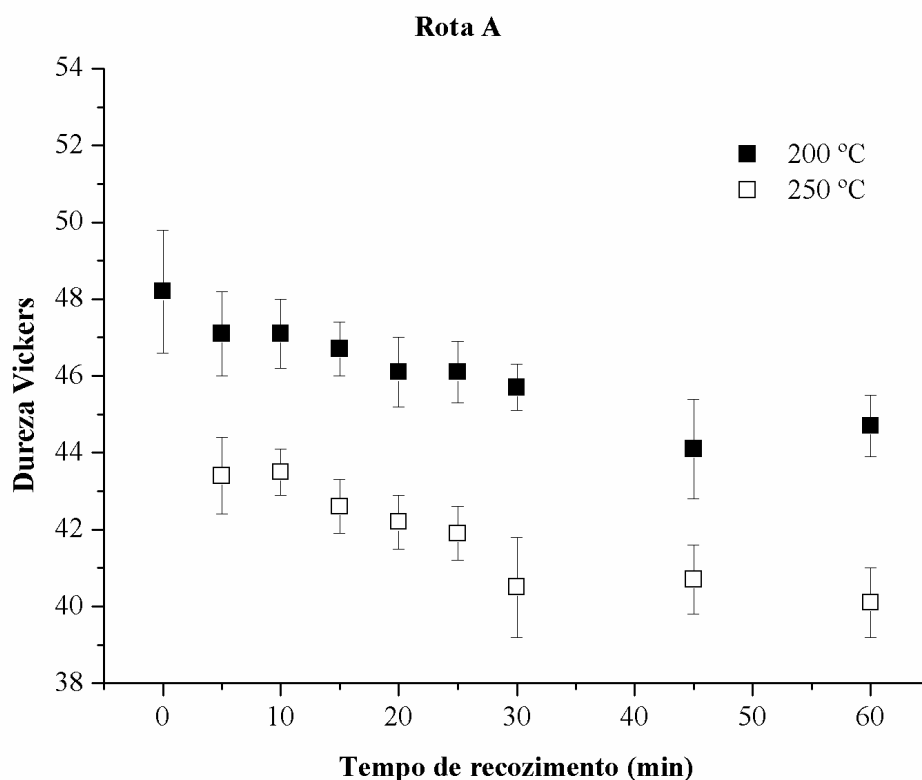


Figura 31: Evolução das medidas de dureza Vickers em função do tempo para cada temperatura de recozimento do material deformado via rota A.

A análise dos valores obtidos permite verificar uma leve redução de aproximadamente 7% da dureza em relação ao material deformado em cinco passes e aquele ao final do tratamento térmico de 60 min para a temperatura de 200 °C e 17% para a temperatura de 250 °C.

As Figuras 32 e 33 apresentam distribuição das medidas ao longo da seção transversal, por meio dos mapas de dureza para cada tempo e temperatura de recozimento.

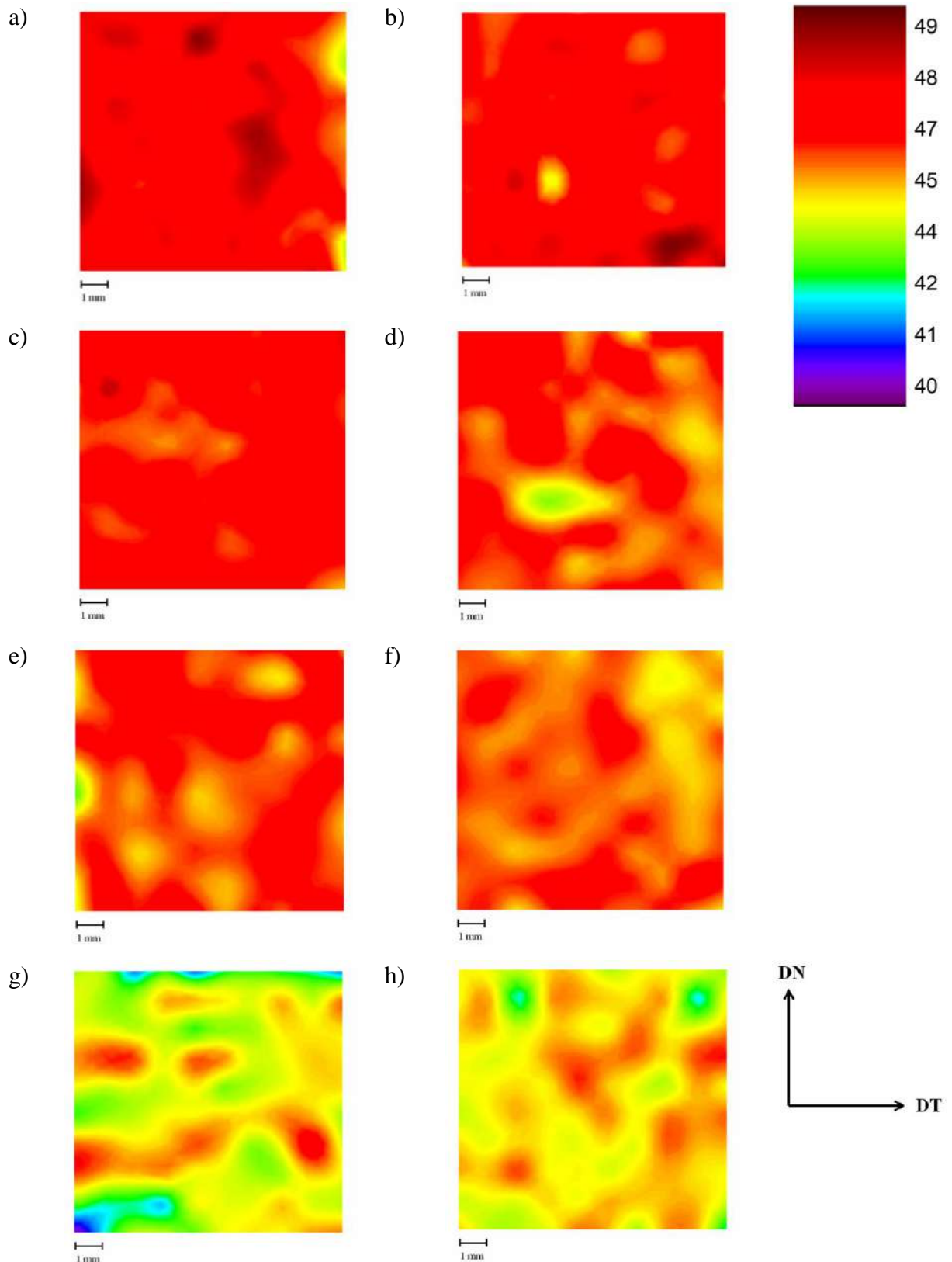


Figura 32: Mapas de dureza Vickers na seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.

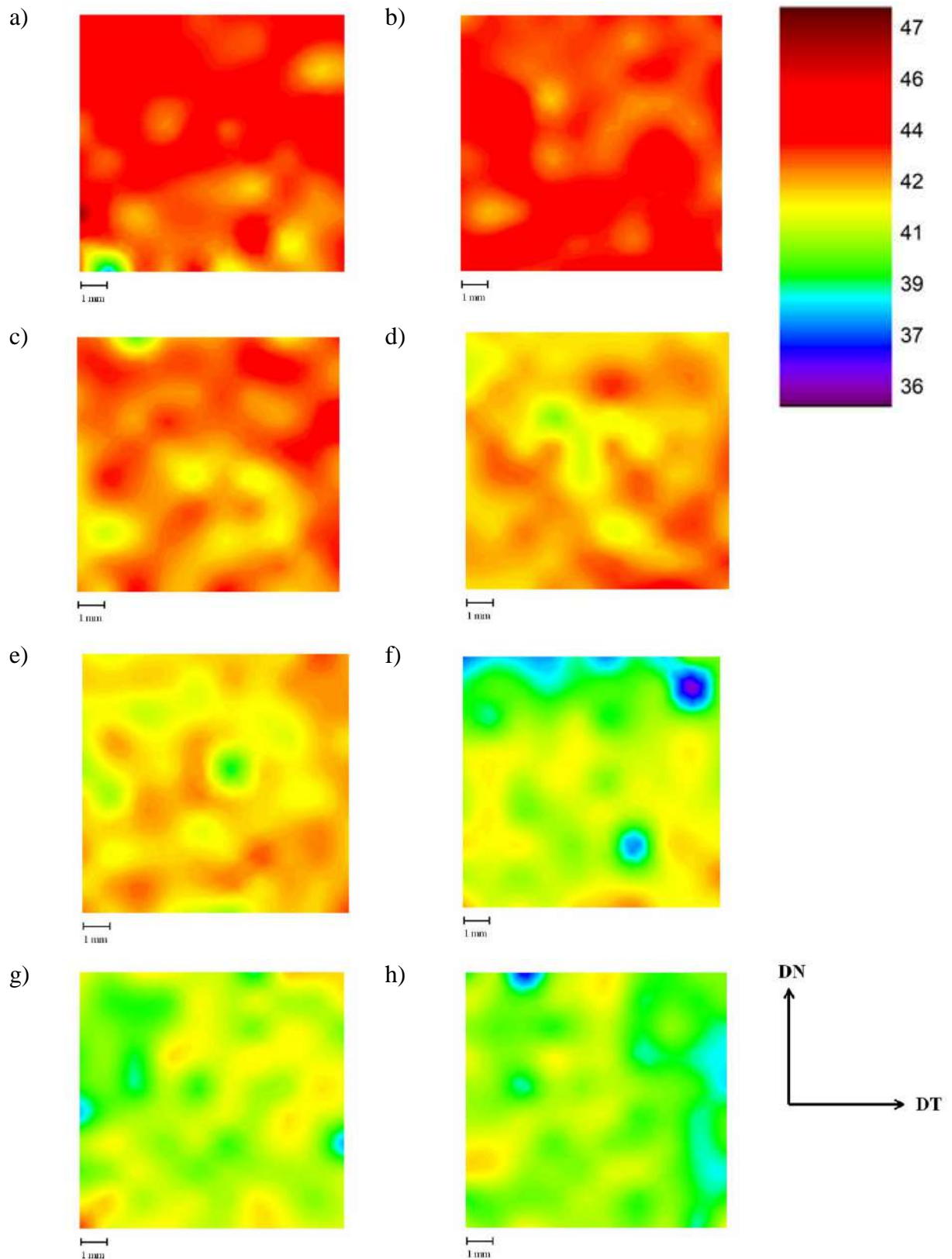


Figura 33: Mapas de dureza Vickers na seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.



A análise dos mapas de dureza mostrou que ao final do tratamento térmico a distribuição das medidas de dureza apresentou-se homogênea em escala maior visto que os resultados apresentaram desvio inferior a 0,5%.

### 5.2.2.2 Rota C

A Tabela 12 apresenta os resultados obtidos no ensaio de dureza após o recozimento do material a 200 °C e 250 °C deformado via rota C está apresentados na Tabela 10 e a evolução das medidas pode ser observada nos gráficos plotados na Figura 34.

Tabela 10: Medidas de dureza Vickers do material deformado via rota C.

Tempo de Recozimento (min)	Temperatura	
	200 °C	250 °C
Como deformado	Dureza (Vickers)	
	48,6 ± 1,6	
5	46,0 ± 0,6	44,1 ± 1,1
10	45,7 ± 1,0	43,2 ± 0,8
15	45,5 ± 1,1	42,9 ± 1,5
20	45,1 ± 0,9	42,8 ± 0,8
25	45,1 ± 1,1	41,7 ± 0,9
30	44,2 ± 0,9	41,5 ± 0,9
45	44,2 ± 0,8	41,5 ± 1,1
60	43,7 ± 1,4	40,6 ± 0,9

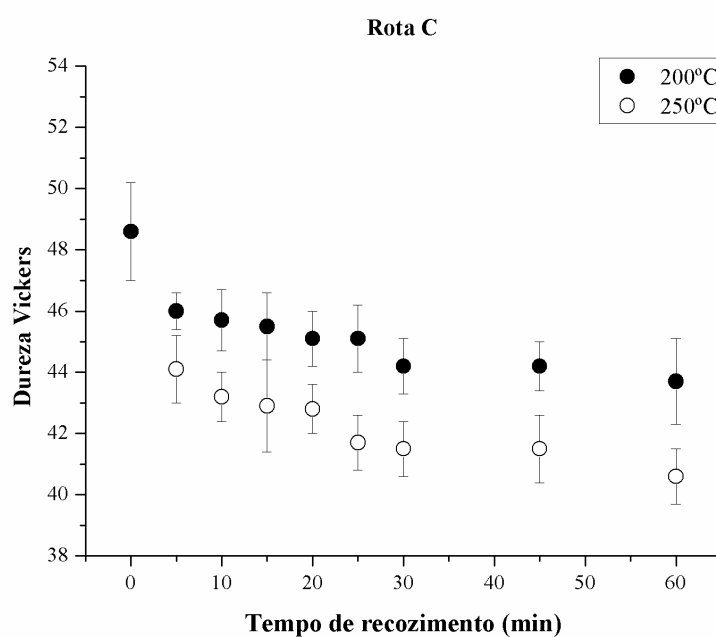


Figura 34: Evolução das medidas de dureza Vickers em função do tempo para cada temperatura de recozimento do material deformado via rota C.

Já na rota C, as reduções foram de 9% a temperatura de 200 °C e 15% a temperatura de 250 °C. Em termos de percentual, as reduções em ambas as rotas foram semelhantes e não intensas.

As Figuras 35 e 36 apresentam os mapas de dureza para o material deformado via rota C e posteriormente recozido à 200 °C e 250 °C.

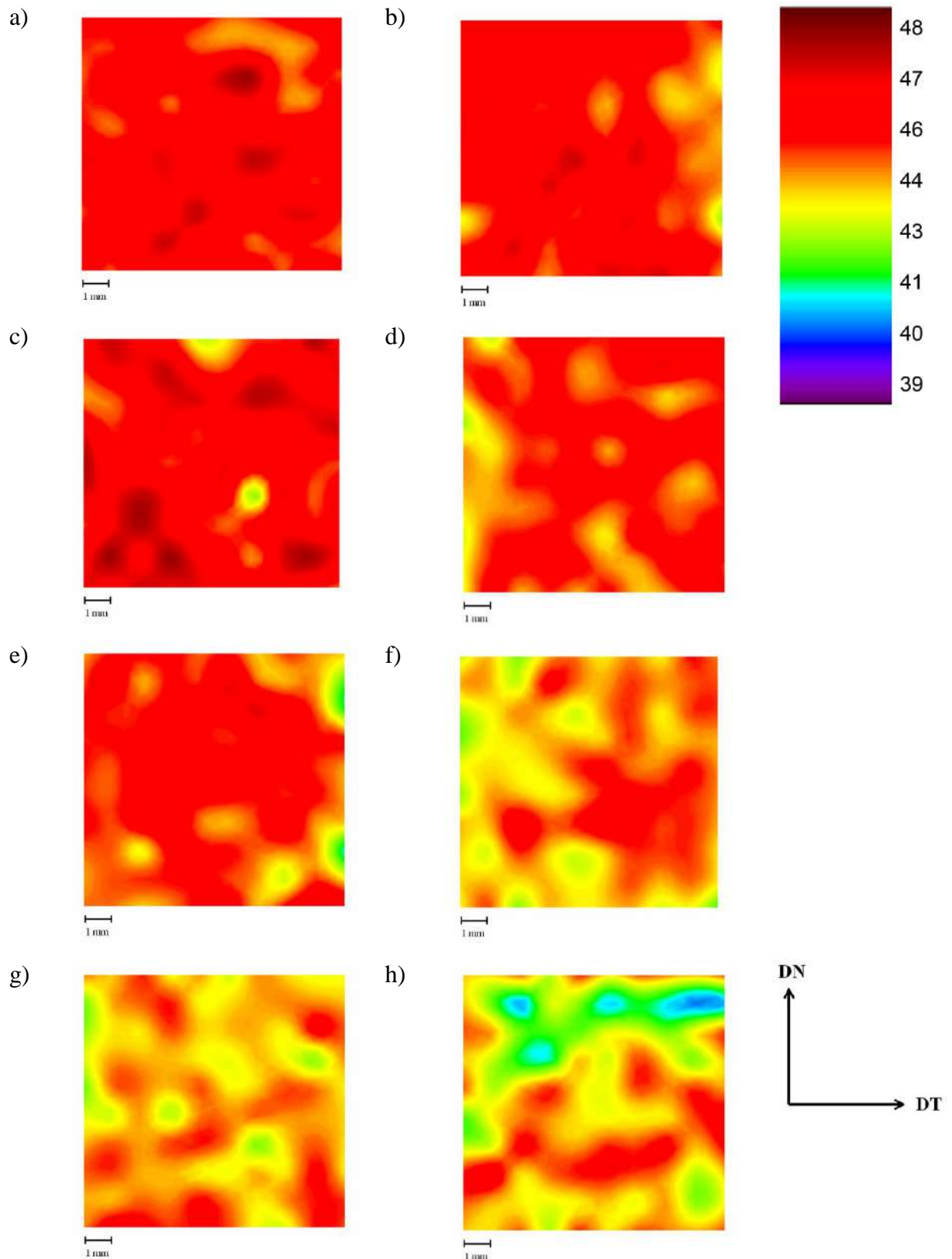


Figura 35: Mapas de dureza Vickers na seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.

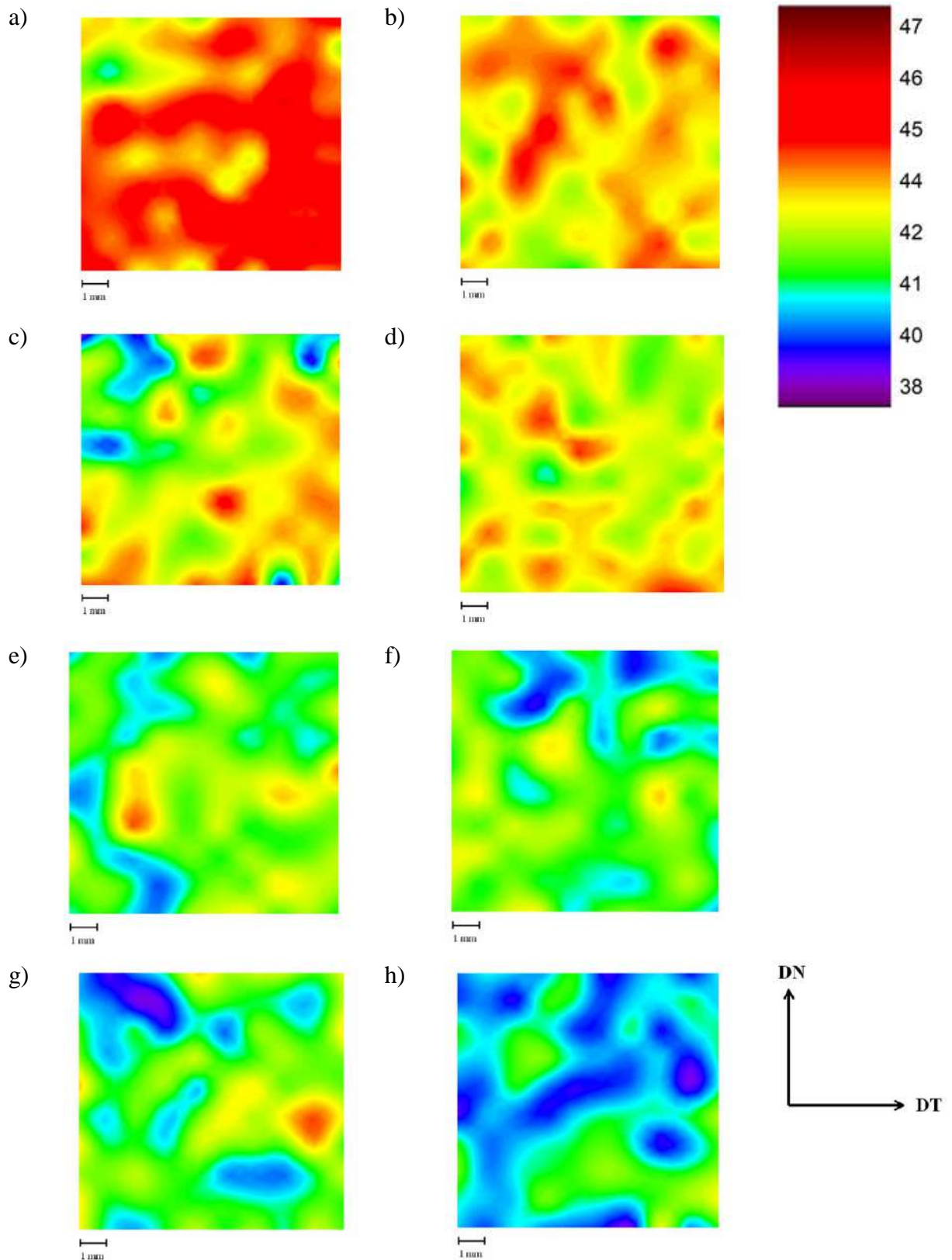


Figura 36: Mapas de dureza Vickers na seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.

Semelhantemente ao comportamento encontrado na rota A, a análise individual dos mapas de dureza permitiu concluir que o tratamento térmico conferiu ao material uma homogeneidade em escala maior na distribuição das medidas de dureza, apresentando também desvio inferior a 0,5%.

A microestrutura resultante do processo de deformação severa é intrinsecamente instável e a evolução das subestruturas com o posterior recozimento é conduzida por processos termicamente ativados, reduzindo a energia armazenada [62]. Huang *et al.* [63] confirmam em seu trabalho que a remoção das discordâncias geradas pelo recozimento e o aumento da densidade desses defeitos por meio de processos de deformação são as principais causas das mudanças do comportamento mecânico dos materiais. Esse amolecimento era esperado e está de acordo com o previsto na literatura [30,55,64,65]. Os valores finais encontrados foram superiores àqueles relatados por Zi *et al.* [64,65] ao estudarem um alumínio de alta pureza (99,99%). Os valores inferiores relatados pelos autores, na faixa de 35 a 40 Vickers para ambas as temperaturas, podem estar relacionados às condições de realização do tratamento térmico, em especial a temperatura, pureza do material, a realização de um tratamento térmico antes da deformação e também a tensão acumulada ( $\epsilon = 2,54$ ) inferior a do presente trabalho. No entanto, a queda nos valores do material deformado para àquele recozido por foi parecida. Os autores notaram que a queda na dureza no tratamento a temperaturas mais baixas é devido à significativa deformação acumulada no processo e os mecanismos envolvidos na evolução da microestrutura.

Em ambas as rotas o material apresenta queda de dureza leve entre o estado deformado e a condição final após o tratamento térmico. Em ligas de alumínio, quando ocorre recuperação e recristalização contínua, como ocorrido no presente estudo, a resistência mecânica não apresenta queda acentuada [31]. Já no estágio inicial de recristalização estática descontínua, a resistência mecânica começa a reduzir conforme a matriz deformada vai sendo consumida pelos novos grãos. No entanto, os resultados da investigação microestrutural mostraram que o material deformado em ECAP em ambas as rotas sofre recuperação dinâmica e recristalização dinâmica contínua. Seu posterior tratamento térmico é caracterizado pela ocorrência da recristalização estática contínua, que também é denominada de coalescimento contínuo dos grãos, e na rota C adicionalmente, algumas regiões passaram também pelo processo de recristalização estática descontínua. A atuação desses mecanismos de restauração, tanto durante a deformação quanto no tratamento térmico, não ocorreram de forma homogênea em toda a microestrutura para ambas as rotas. Desta forma, ao final do recozimento a 250 °C ainda foram observadas regiões somente recuperadas.

Na recristalização contínua, o crescimento normal do grão só se inicia quando a microestrutura está completamente recristalizada. Já na recristalização descontínua, caracterizada por dois estágios: nucleação e crescimento, quando a matriz deformada já foi inteiramente consumida pelos grãos novos, algumas regiões podem apresentar crescimento anormal de grãos, ou recristalização secundária. Todavia, o crescimento anormal de grãos não foi observado no material deformado pela rota C e posteriormente recozido. Portanto, apesar de o material apresentar alta quantidade de energia armazenada, as temperaturas estudadas são consideradas baixas ( $< 0,5 T_f$ ) e não forneceram energia suficiente para ativar a movimentação de longo alcance dos contornos de alto ângulo e levar a um aumento no tamanho de grão. Ou seja, o tamanho de grão se manteve pequeno ao longo de todo tratamento térmico, justificando os valores elevados de dureza e sua baixa redução em relação ao valor do material severamente deformado.

A literatura aponta que é difícil reduzir as instabilidades e manter as excelentes propriedades mecânicas, ao mesmo tempo. No entanto, os resultados obtidos no presente trabalho são satisfatórios uma vez que, a intenção da aplicação da técnica de ECAP de obter uma estrutura granular refinada com elevada resistência mecânica foi alcançada ao fim do tratamento térmico sugerindo um material termicamente estável e igualmente resistente.

### **5.2.2.3 Hall-Petch**

Apesar de as faixas de dureza e de tamanho de grão serem pequenas para análises mais gerais, os dados obtidos foram avaliados na equação de *Hall-Petch* (Equação 12). [62] e a relação entre a dureza e tamanho de grão para a rota A é apresentada nas Figuras 37 e 38.

$$H_V = H_{t0} + k_5 d^{-c} \quad (12)$$

Onde  $H_V$  é a dureza,  $H_{V(t0)}$  é a dureza na condição inicial e  $k_5$  e  $c$  são constantes. O expoente  $c$  é o equivalente ao expoente clássico de *Hall-Petch*;  $c = 0,5$  para subgrãos, que se comportam como grãos. A constante  $k_5$  é proporcional a  $(\theta)^{1/2}$ , onde  $\theta$  é a desorientação média (*average misorientation*).

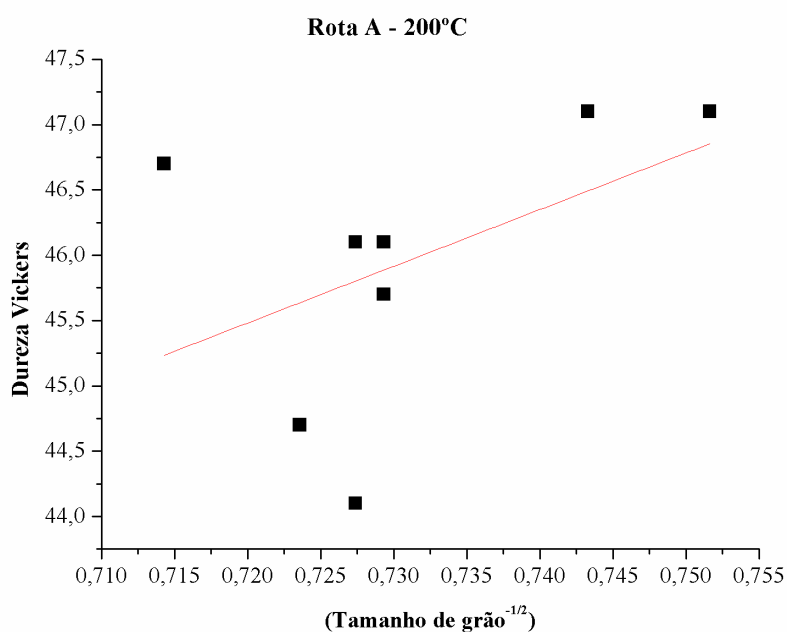


Figura 37: Relação de *Hall-Petch* para a liga AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida à 200 °C.

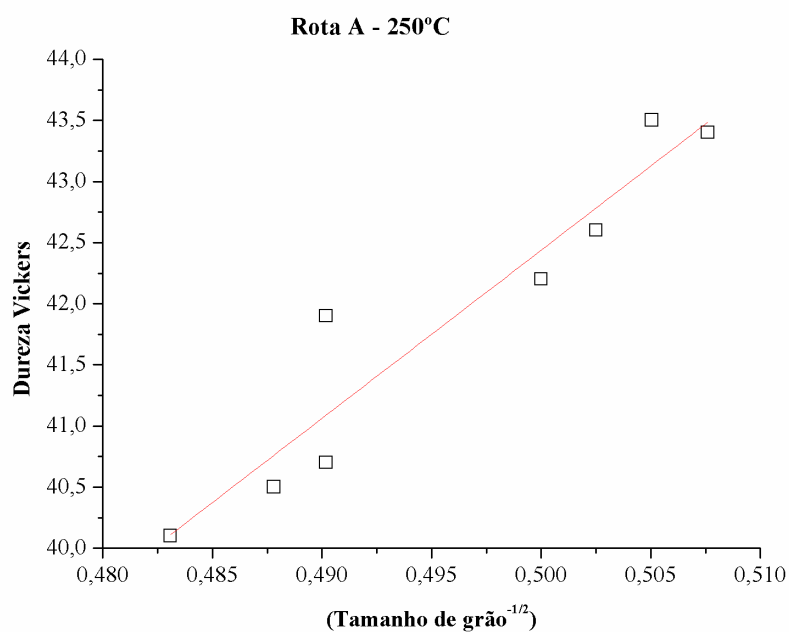
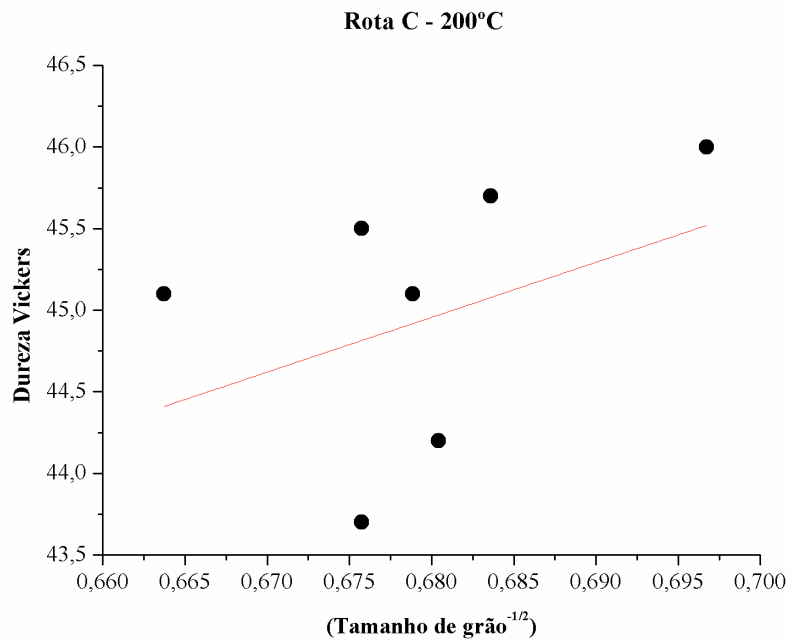


Figura 38: Relação de *Hall-Petch* para a liga AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida à 250 °C.

Para a temperatura de 200 °C, a relação é fraca e a desorientação média pode exercer influência significativa. Como mostra a Figura 37, a desorientação média apresenta forte heterogeneidade entre a própria amostra e a relação entre as amostras é comprometida.

Para a temperatura de 250 °C, a relação de *Hall-Petch* apresenta boa linearidade. De acordo com a Figura 38, a desorientação média apresenta forte heterogeneidade entre a própria amostra e a relação entre as amostras é comprometida.

A análise da relação de *Hall-Petch* para o material conformado via rota C é apresentado nas Figuras 39 e 40.



:

Figura 39: Relação de *Hall-Petch* para a liga AA1070 deformada em ECAP via rota C e posteriormente recozida à 200 °C.



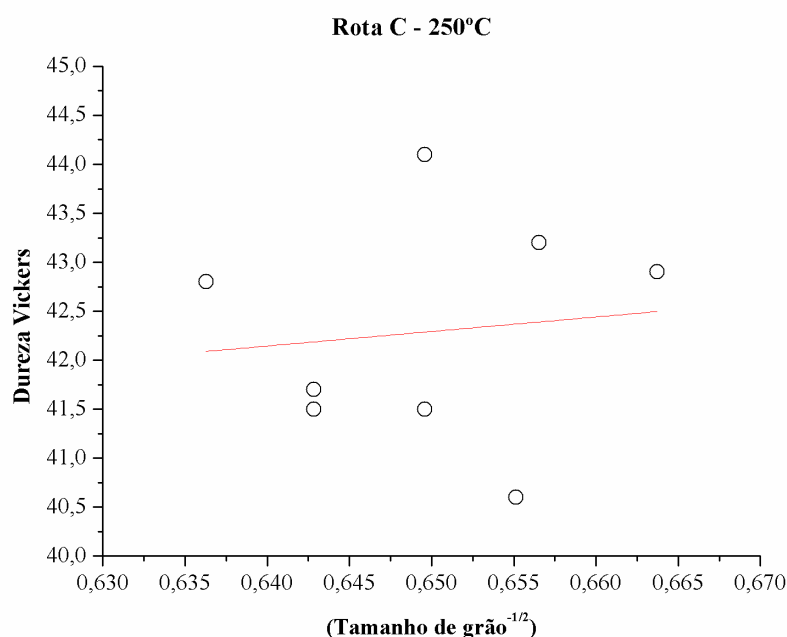


Figura 40: Relação de *Hall-Petch* para a liga AA1070 deformada em ECAP via rota C e posteriormente recozida à 250 °C.

Para as temperaturas de 200 e 250 °C, a relação é fraca e a desorientação média pode exercer influência significativa. De acordo com as Figuras 39 e 40, conforme observado na rota A, a desorientação média apresenta forte heterogeneidade entre a própria amostra, logo a relação entre as amostras é comprometida.

A não obediência a relação de *Hall-Petch* pode ser justificada pela recristalização estática contínua ser o principal mecanismo atuante do recozimento do material severamente deformado. A recristalização estática contínua é também denominada de coalescimento contínuo dos grãos. Visto dessa forma, era esperado um aumento do tamanho de grãos ao longo dos intervalos de tratamento, o que não ocorreu de forma significativa conforme explicado no item 5.1.3.1 e 5.1.3.2. Segundo Sakai *et al.* [1], o crescimento normal de grão só ocorrerá após a matriz ter sido completamente recristalizada. Os resultados mostraram que a recristalização completa da microestrutura não foi alcançada, inclusive para o maior tempo na temperatura de 250 °C, logo o estágio de crescimento de grão normal não pôde ser identificado. Um dos principais fatores contribuintes para esse comportamento foram as baixas temperaturas de recozimento, não fornecendo energia suficiente para a ativação dos mecanismos de restauração, que são termicamente ativados. A energia fornecida foi suficiente somente para levar a um leve aumento do tamanho de grão com o aumento do tempo e temperatura de recozimento. Por isso, sob essas condições o comportamento mecânico do material não pode ser descrito pela relação de *Hall-Petch*.

### 5.3 CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO

As frações recristalizadas foram determinadas por meio da metalografia quantitativa para cada conjunto de parâmetros do presente trabalho e estão apresentadas nas Tabelas 11 e 12. As imagens obtidas com o auxílio do MEV não permitem diferir corretamente um grão recristalizado de um grão recuperado/deformado, principalmente devido ao mecanismo de evolução da microestrutura atuante durante a deformação em ECAP, recristalização dinâmica contínua, que resulta em uma microestrutura refinada com elevada fração de contornos de alto ângulo. Para auxiliar na contagem da fração recristalizada foram utilizados os mapas de Kernel (KAM - *Kernel Average Misorientation*) apresentados nas Figuras 41 à 44.

Tabela 11: Fração recristalizada do material deformado via rota A calculadas a partir da metalografia quantitativa e KAM.

Tempo de Recozimento (min)	Temperatura	
	200 °C	250 °C
	Fração recristalizada ( $X_V$ )	
5	0,46	0,54
10	0,48	0,59
15	0,50	0,63
20	0,37	0,62
25	0,34	0,57
30	0,50	0,61
45	0,48	0,53
60	0,45	0,62

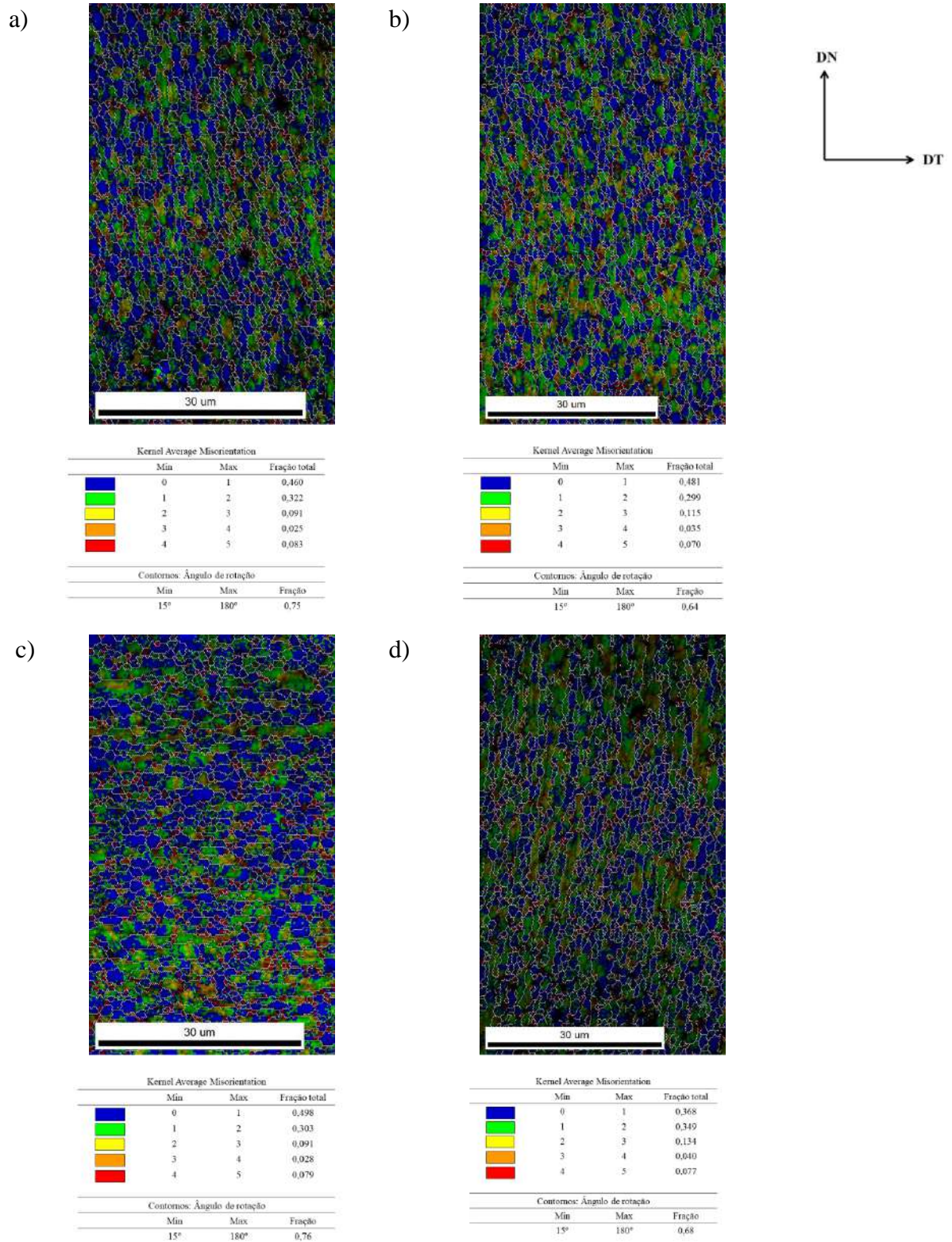


Figura 41: KAM da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após: a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

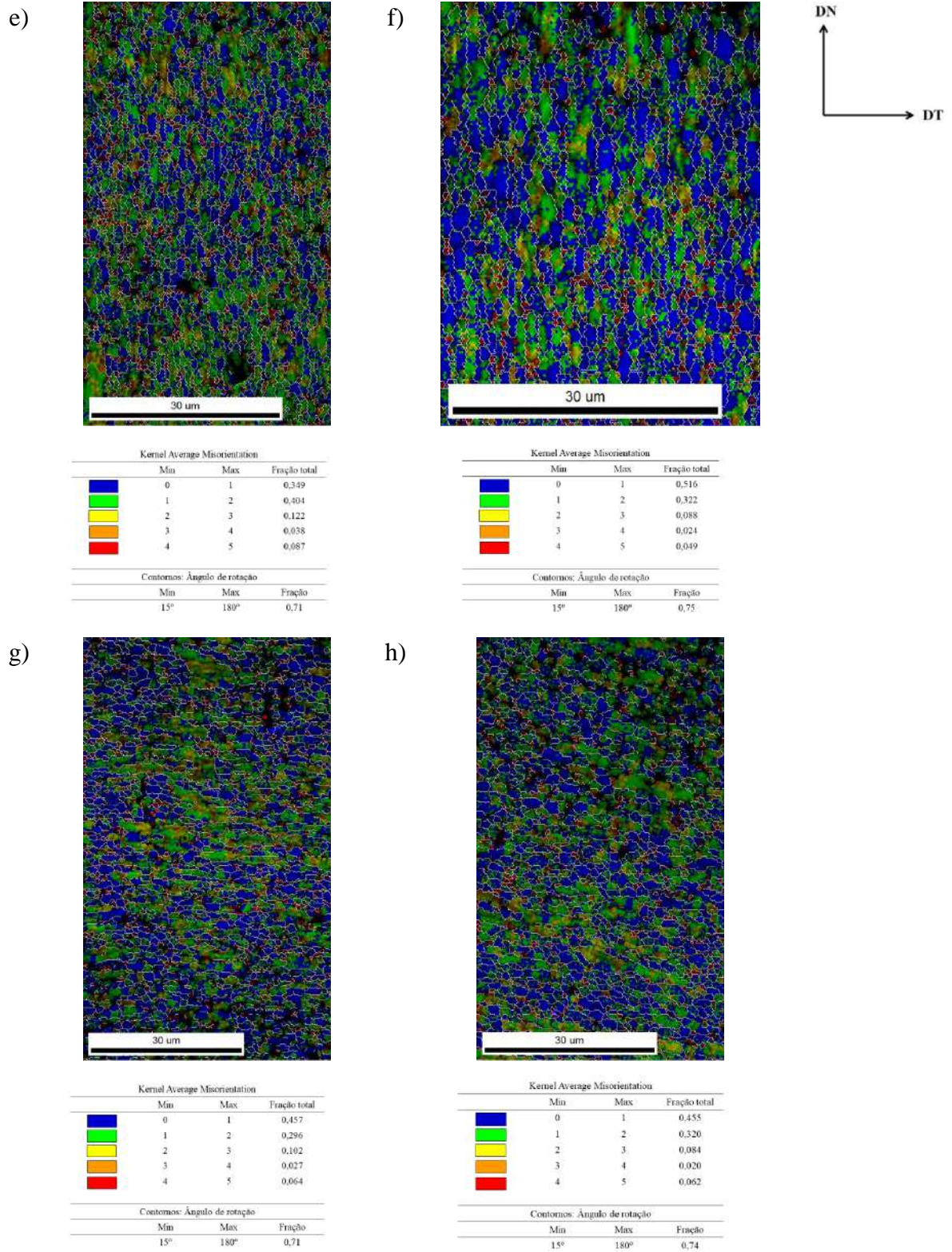


Figura 41: (continuação): KAM da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após: e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

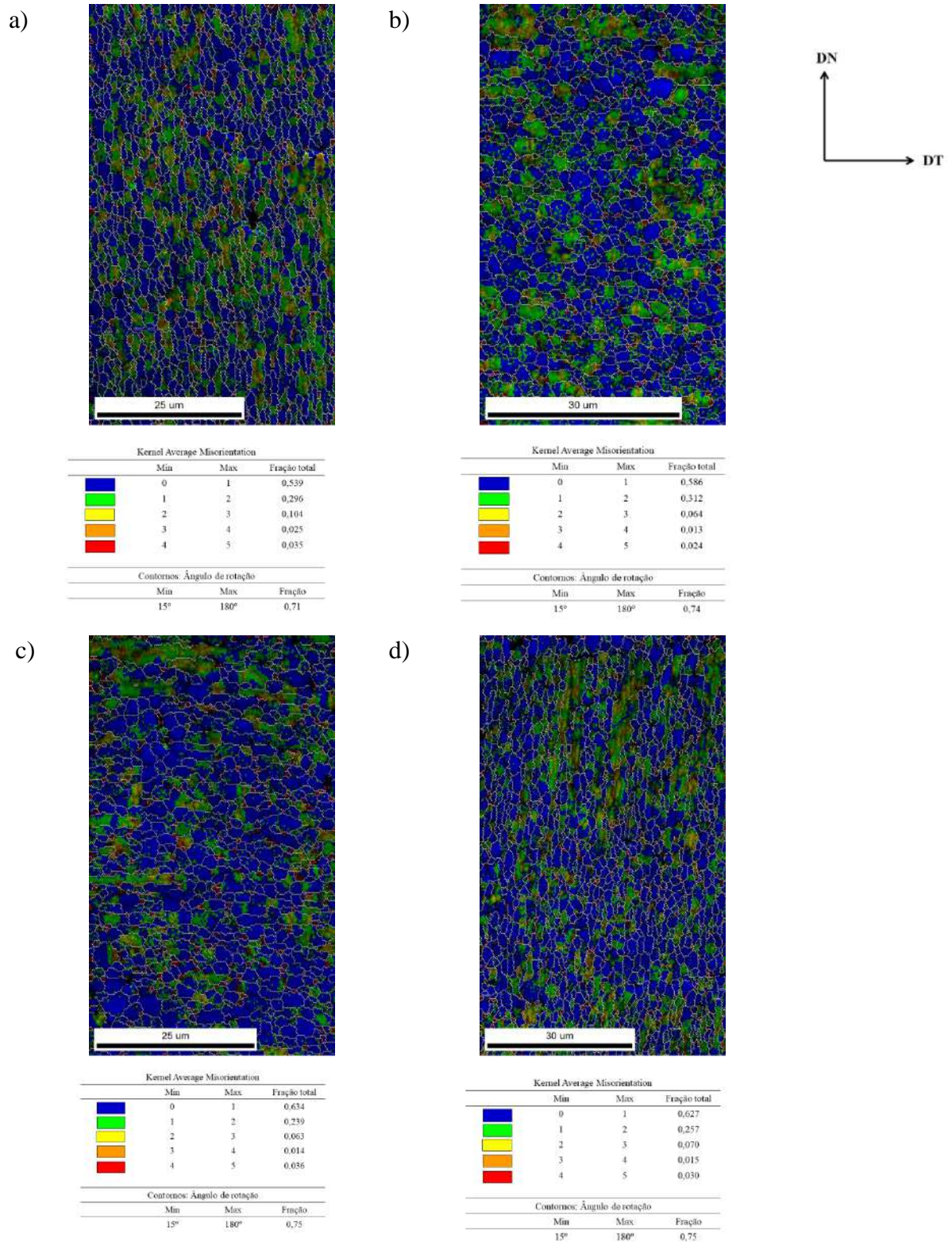
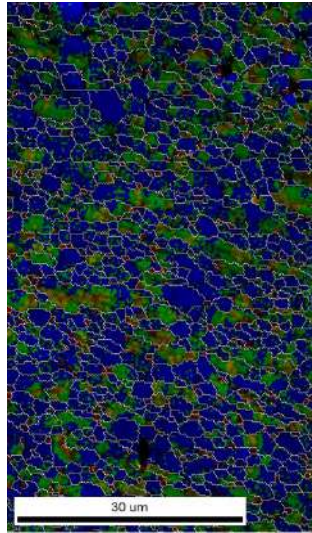







Figura 42: KAM da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após: a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

e)

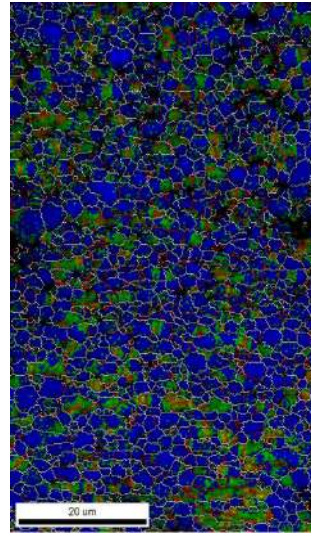







Kernel Average Misorientation			
	Min	Max	Fração total
	0	1	0,574
	1	2	0,294
	2	3	0,071
	3	4	0,017
	4	5	0,032

Contornos: Ângulo de rotação		
Min	Max	Fração
15°	180°	0,73

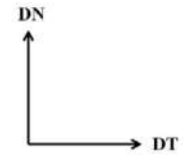
f)



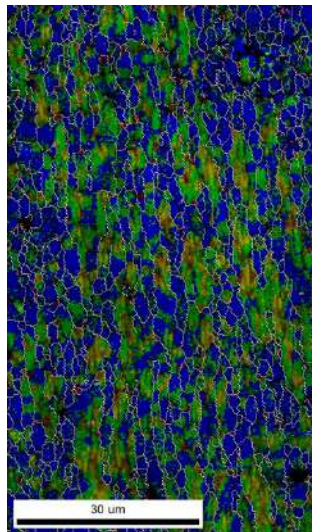
Kernel Average Misorientation			
	Min	Max	Fração total
	0	1	0,613
	1	2	0,266
	2	3	0,052
	3	4	0,009
	4	5	0,028






  

Contornos: Ângulo de rotação		
Min	Max	Fração
15°	180°	0,76



g)

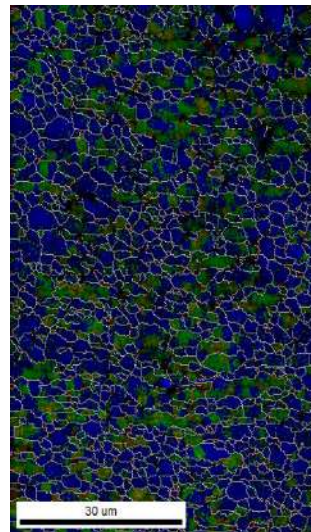







Kernel Average Misorientation			
	Min	Max	Fração total
	0	1	0,526
	1	2	0,318
	2	3	0,104
	3	4	0,022
	4	5	0,017

Contornos: Ângulo de rotação		
Min	Max	Fração
15°	180°	0,61

h)



Kernel Average Misorientation			
	Min	Max	Fração total
	0	1	0,621
	1	2	0,271
	2	3	0,057
	3	4	0,010
	4	5	0,023

Contornos: Ângulo de rotação		
Min	Max	Fração
15°	180°	0,73

Figura 42 (continuação): Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota A após: e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

Tabela 12: Fração recristalizada do material deformado via rota C calculadas a partir da metalografia quantitativa e KAM.

Tempo de Recozimento (min)	Temperatura	
	200 °C	250 °C
	Fração recristalizada ( $X_V$ )	
5	0,31	0,37
10	0,27	0,36
15	0,26	0,29
20	0,37	0,44
25	0,33	0,45
30	0,36	0,41
45	0,39	0,50
60	0,28	0,46

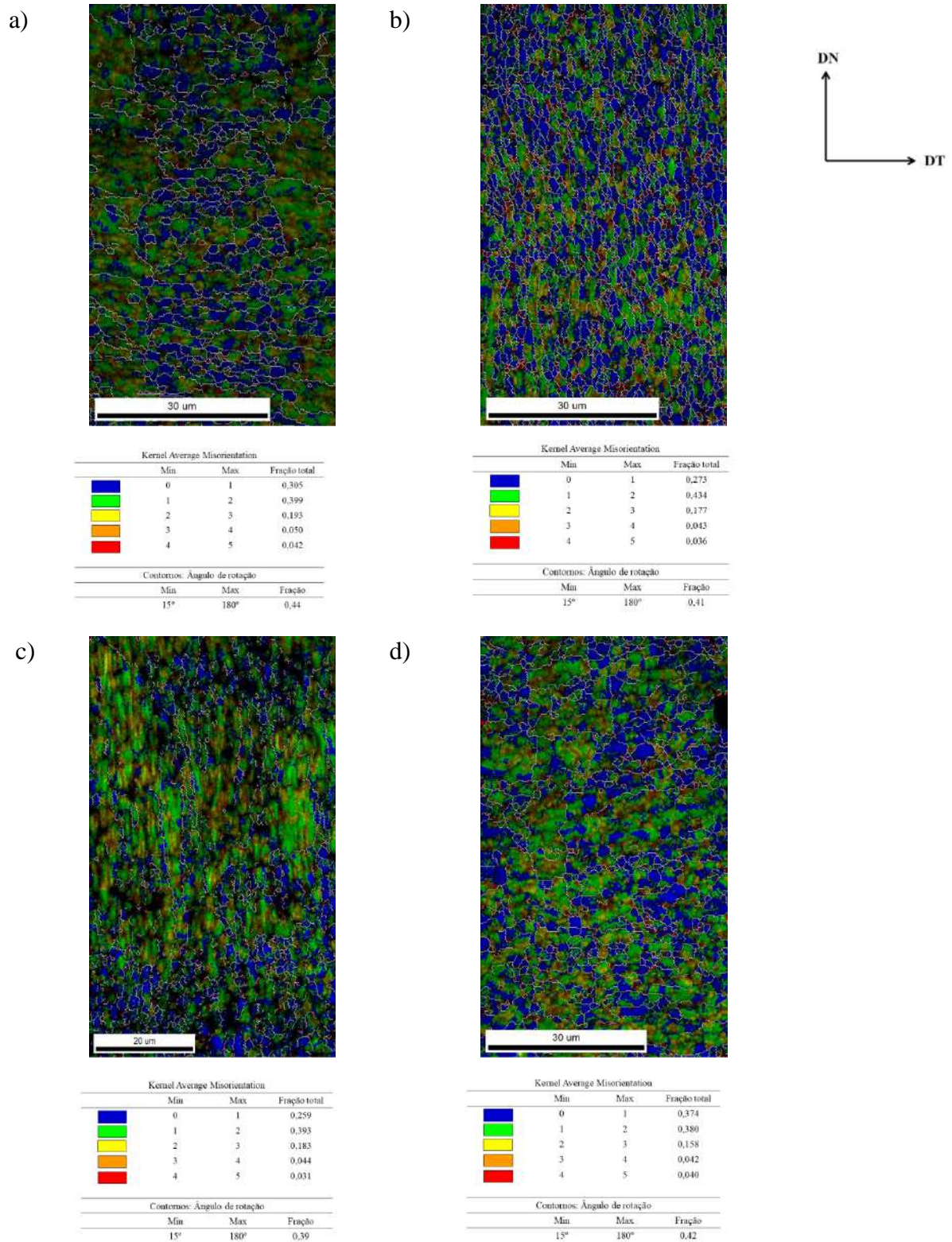


Figura 43: KAM da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após: a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).



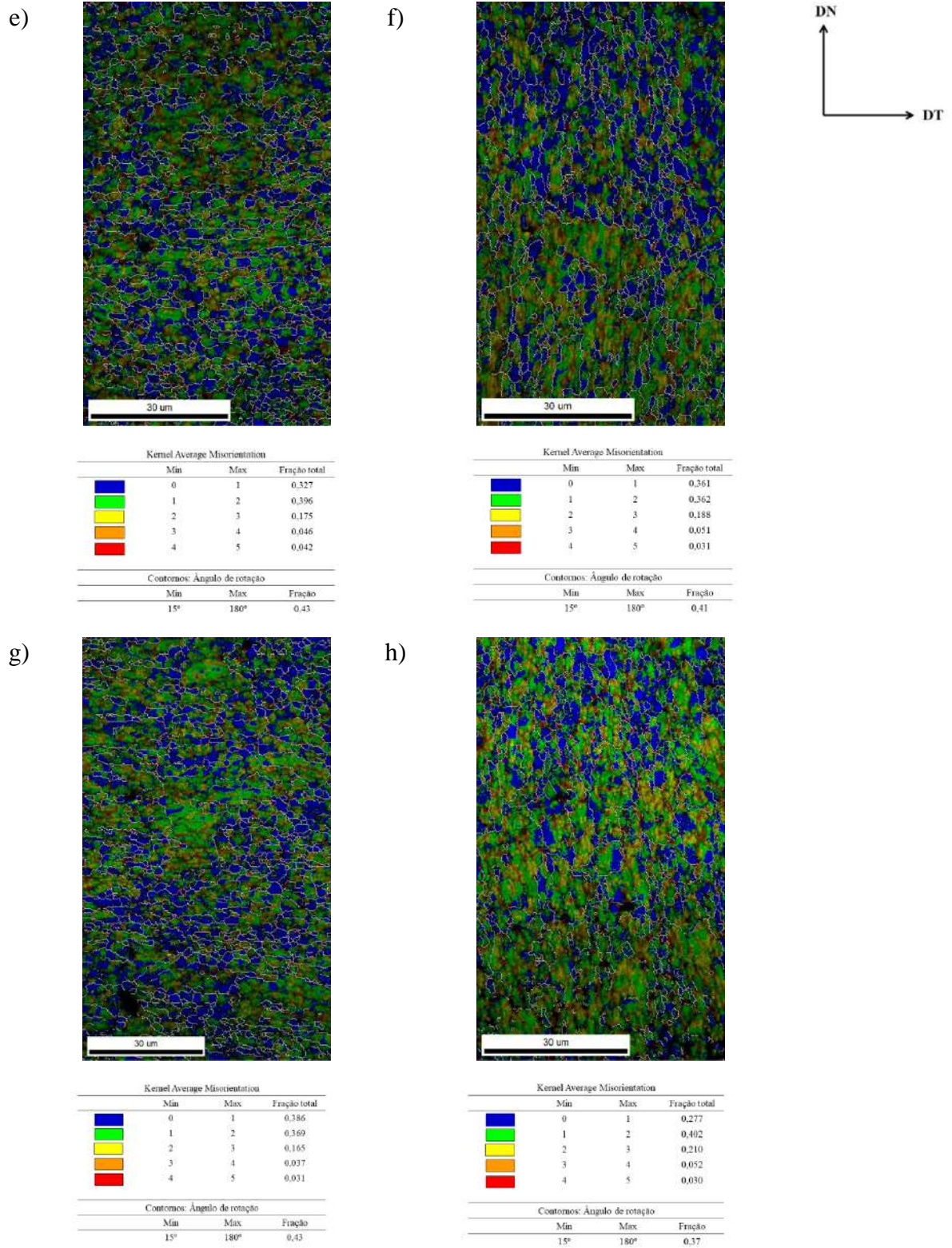


Figura 43 (continuação): Mapa de orientação da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após: e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 200 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

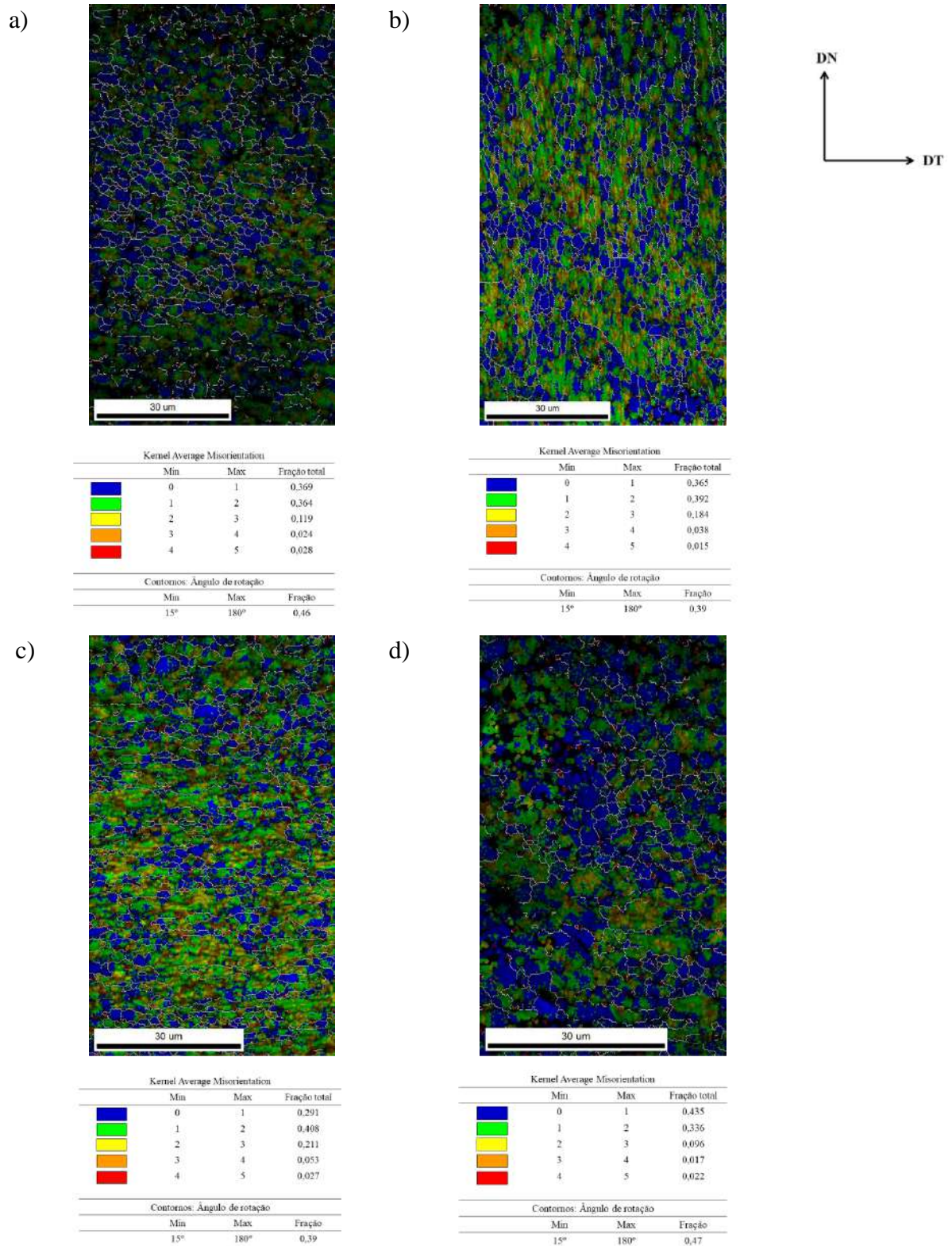


Figura 44: KAM da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após: a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

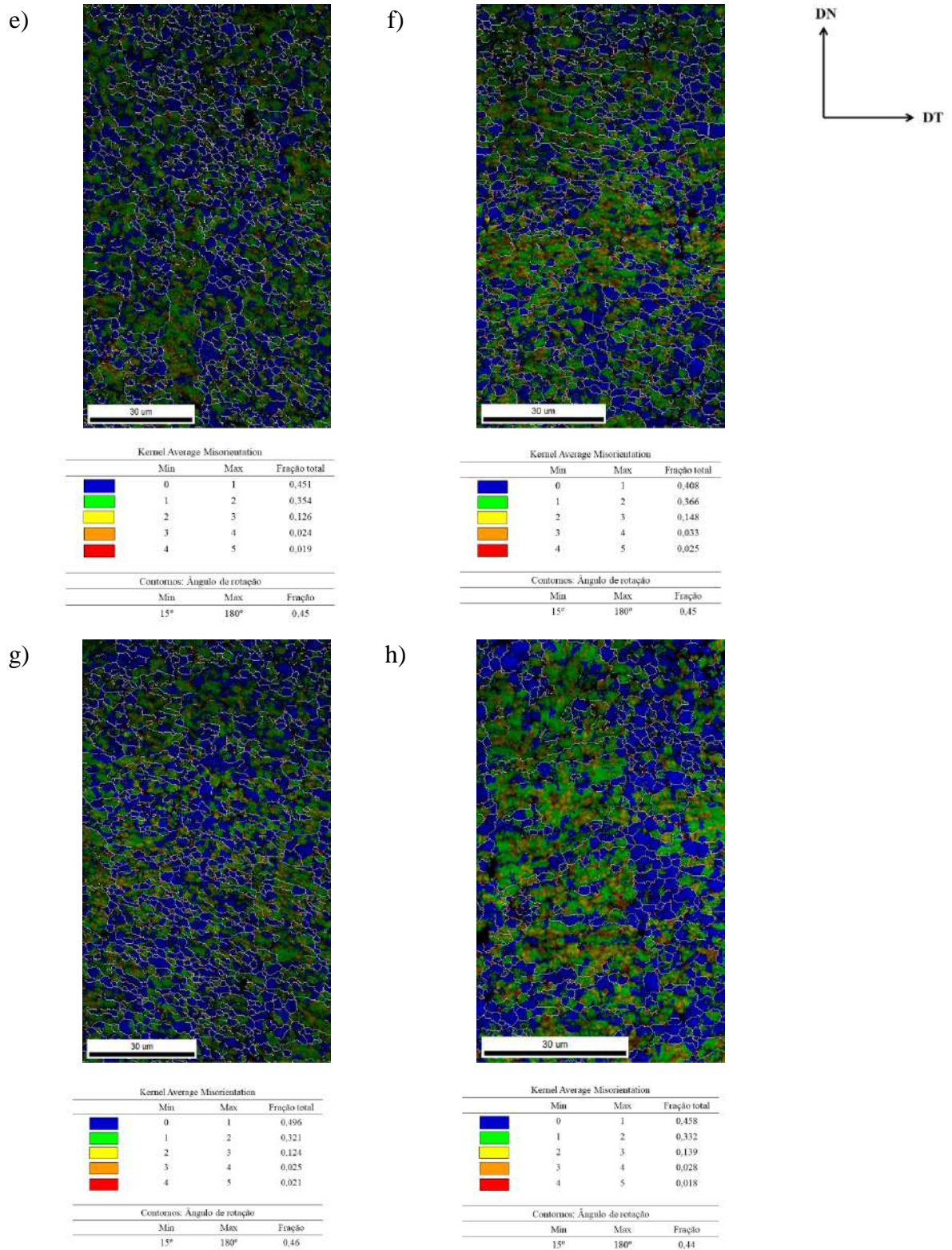


Figura 44 (continuação): KAM da seção transversal da liga AA1070 deformada via rota C após: e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 250 °C. Onde DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. (MEV/EBSD; EHT = 10 kV; Mag = 3000x).

Grandes esforços são gastos na análise da cinética de recristalização, na esperança de elucidar os mecanismos envolvidos. A teoria de JMAK é uma ferramenta matemática usualmente utilizada para descrever analiticamente a recristalização, desta forma, a cinética de recristalização do material deformado em ECAP via rotas A e C, e posteriormente recozido foi caracterizada a partir do *plote* de Avrami (curva de Avrami), apresentado nas Figuras 45 e 46. Para isso, a fração recristalizada foi determinada para cada tempo estudado e posteriormente a Equação 4 foi linearizada e calculado os valores de  $\ln(-\ln(1-X_V))$  e  $\ln(t)$ .

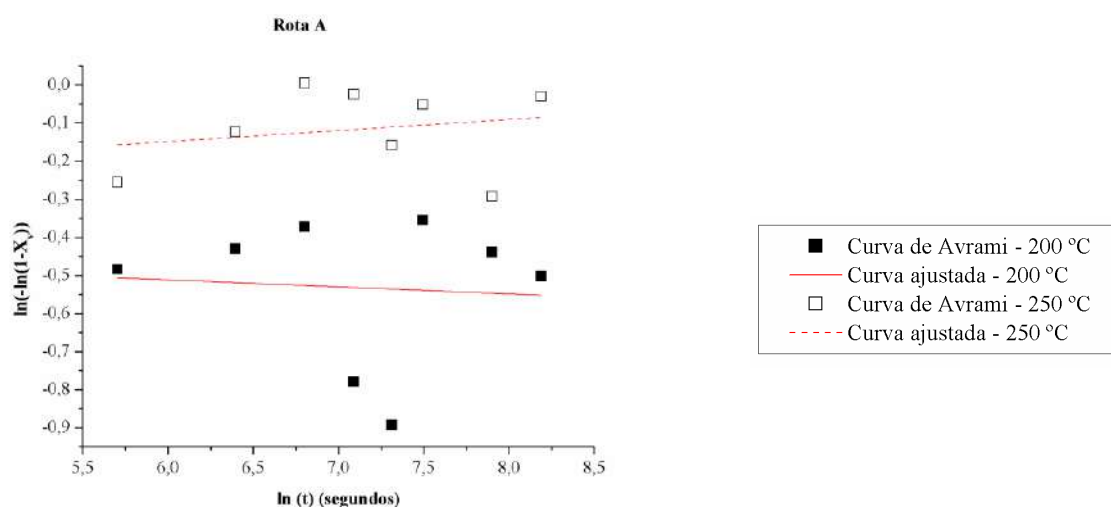


Figura 45: Curva de Avrami, dados experimentais ajustados por linearização para a liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C.

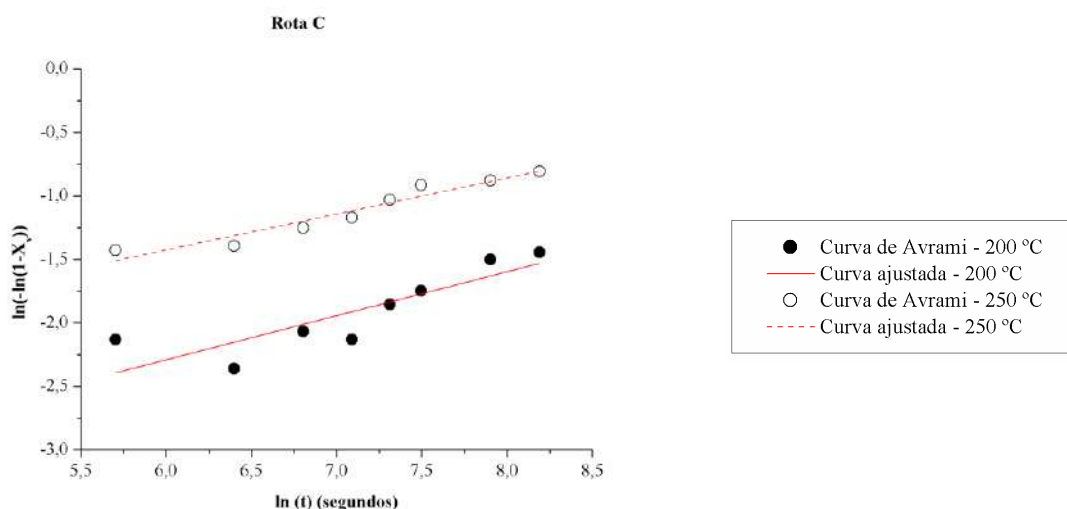


Figura 46: Curva de Avrami, dados experimentais ajustados por linearização para a liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C.

Com os pontos plotados foi realizada uma regressão linear para obter a curva que melhor se ajustava aos resultados, bem como sua equação. Com esses resultados, determinou-se então, os valores das constantes  $n$  e  $k$  apresentados nas Tabelas 15 e 16.

Tabela 13: Parâmetros quantitativos ajustados para descrever cinética de recristalização da liga Al AA1070 deformada via rota A em ECAP e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C, onde  $k$  e  $n$  são constantes da equação do modelo JMAK e  $R^2$  é o coeficiente de correlação da linearização.

Temperaturas				
Parâmetros	200 °C		250 °C	
	JMAK	Erro	JMAK	Erro
$n$	-0,32143	0,39416	-0,01833	0,70850
$k$	0,72511	0,39416	0,66922	0,70850
$R^2$	-0,1158		-0,40164	

Tabela 14: Parâmetros quantitativos ajustados para descrever cinética de recristalização da liga Al AA1070 deformada via rota C em ECAP e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C, onde  $k$  e  $n$  são constantes da equação do modelo JMAK e  $R^2$  é o coeficiente de correlação da linearização.

Temperaturas				
Parâmetros	200 °C		250 °C	
	JMAK	Erro	JMAK	Erro
$n$	0,28373	0,03132	-0,01833	0,09907
$k$	0,04386	0,22400	0,01259	0,59362
$R^2$	0,9205		0,70235	

Substituindo-se os valores encontrados de  $n$  e  $k$  na Equação 4, obtém-se as Equações 13 e 14 que representam a equação de Avrami para a liga de alumínio AA1070 deformada em ECAP via rota A posteriormente submetidas ao recozimento a 200 °C e 250 °C respectivamente:

$$X_V = \{1 - \exp[-0,72511 (t^{-0,32143})]\} \quad (13)$$

$$X_V = \{1 - \exp[-0,66922 (t^{-0,01833})]\} \quad (14)$$

Obtidas analogamente, as Equações 15 e 16 apresentam a equação de Avrami para a liga de alumínio AA1070 deformada em ECAP via rota C posteriormente submetidas ao recozimento a 200 °C e 250 °C respectivamente.

$$X_V = \{1 - \exp[-0,04386 (t^{0,28373})]\} \quad (15)$$

$$X_V = \{1 - \exp[-0,01259 (t^{-0,01833})]\} \quad (16)$$

Observa-se que os valores da constante de Avrami,  $n$ , diferem dos que indicam a ocorrência de saturação de sítios e taxa de nucleação constante (Tabela 4). Os baixos valores do expoente de Avrami  $n$ , nas temperaturas de 200 °C e 250 °C em ligas de alumínio pode ser explicado pela baixa força motriz [64,65]. Cahn [31] afirma que os valores de  $k$  são comumente encontrado no intervalo de 1 a 2, e que o valor exato varia de acordo com o material e as circunstâncias experimentais. Em vista disso, conclui-se que a teoria de JMAK não pode ser utilizada para determinar a forma de nucleação dos novos grãos para as condições estabelecidas no presente trabalho. Percebe-se ainda, valores negativos do coeficiente de correlação, o que estatisticamente não está correto. Logo, os dados experimentais não são linearmente relacionados, diferindo da relação proposta pela teoria JMAK. Humphreys e Hatherly [18] explicam que é muito comum encontrar a não concordância dos dados experimentais com a cinética de recristalização proposta pelo modelo de JMAK. Normalmente, ou o *plote* de Avrami é não linear, ou sua inclinação é inferior a 3, ou ambos. E que esse desvio da cinética de recristalização do ideal linear da teoria de JMAK e os baixos valores do expoente de Avrami, são comumente justificados pela heterogeneidade da microestrutura. Essa condição leva a distribuição não aleatória de sítios de nucleação e da energia armazenada, e ainda leva a uma diminuição da taxa de crescimento ao longo do tempo. No entanto, a análise da evolução microestrutural por meio das varreduras de EBSD juntamente com os dados da metalografia quantitativa e comportamento mecânico permitiram concluir que durante a deformação em ECAP os mecanismos atuantes são os de recuperação dinâmica e recristalização dinâmica contínua. Ou seja, os núcleos são formados durante a deformação em ECAP e o posterior recozimento das amostras não levou a formação de novos núcleos, somente a evolução desses núcleos pré-existentes. Ademais, a lenta evolução na taxa de crescimento dos núcleos pode ser consequência da baixa força motriz gerada pelas baixas temperaturas do tratamento térmico.

A não descrição da cinética de recristalização também foi relatada por Lu *et al.* [66] ao caracterizarem a cinética de recristalização de uma liga de Fe–21.6Mn–0.38C laminada a frio e posteriormente recozida em uma faixa de temperatura entre 560 °C e 700 °C. Os autores também encontraram valores inferiores para  $n$ . Os valores obtidos do expoente de Avrami variaram de 0,70 a 1,37. Ainda que, diferindo dos valores propostos na Tabela 4, os autores concluíram que a taxa de crescimento dos núcleos diminuiu com o aumento do tempo de recozimento, sendo este último, apontado como o principal responsável pelos pequenos expoentes de Avrami. Tal afirmação não é cabível de ser feita no presente estudo uma vez que

as condições de tratamento térmico não foram suficientes para o desenvolvimento dos núcleos e ainda que esses foram formados durante a deformação em ECAP por meio da recristalização dinâmica contínua, pelo menos para a rota A. Na rota C, foram identificadas regiões que sugerem a recristalização estática descontínua, todavia também não foi observado o crescimento dos núcleos e pelo fato de os núcleos serem pré-existent não se pode afirmar o tipo de nucleação nas regiões que passaram por esse tipo de restauração. Na maioria das investigações sobre metais, como o alumínio e os aços com baixo teor de carbono, o expoente de Avrami também se desvia das previsões teóricas [67,68]. A nucleação heterogênea, o crescimento do núcleo anisotrópico e as taxas de crescimento variáveis contribuem para o desvio de  $n$  do valor ideal.

Em relação aos baixos valores da constante  $k$ , Saito [69] e Belyakov [70] explicam em seus trabalhos que o baixo valor de  $k$  pode ser justificado pela severidade de deformação sofrida pelo material além da presença de elevadas tensões cisalhantes decorrentes do processo de deformação plástica severa. Complementarmente, Ye *et al.* [71] afirmam que o aumento da severidade na deformação à medida que a deformação fica mais severa, leva a redução no valor de  $k$  uma vez que, a maior quantidade de defeitos favorece a ocorrência de uma nucleação heterogênea diferindo do modelo de JMAK.

As curvas da cinética de recristalização da liga Al AA1070 sob as condições supracitadas são apresentadas nas Figuras 47 e 48.

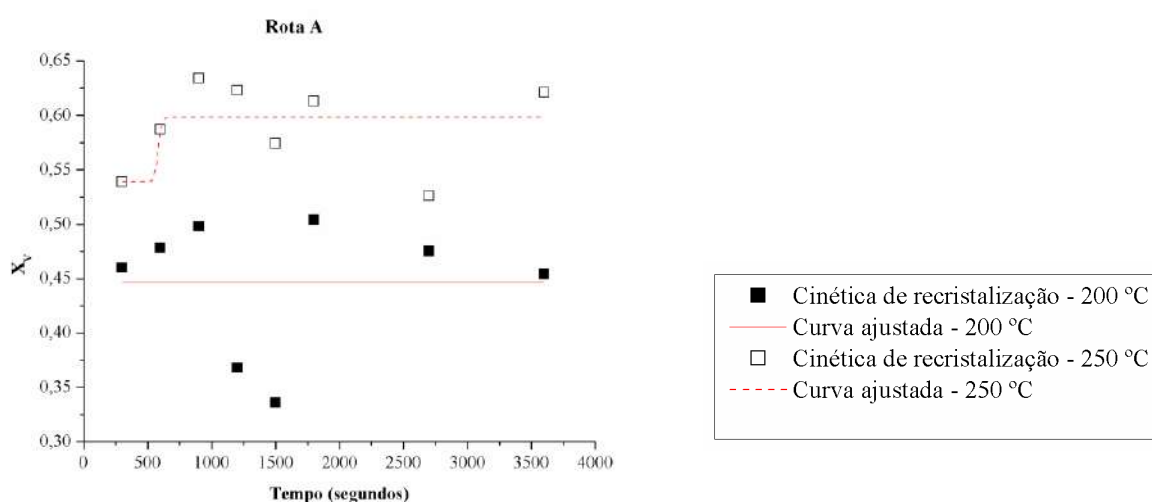


Figura 47: Cinética de recristalização da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida construída com a equação de JMAK para temperatura de 200 °C e 250 °C. (fração volumétrica recristalizada “ $X_v$ ” versus tempo de recozimento “ $t$ ”).

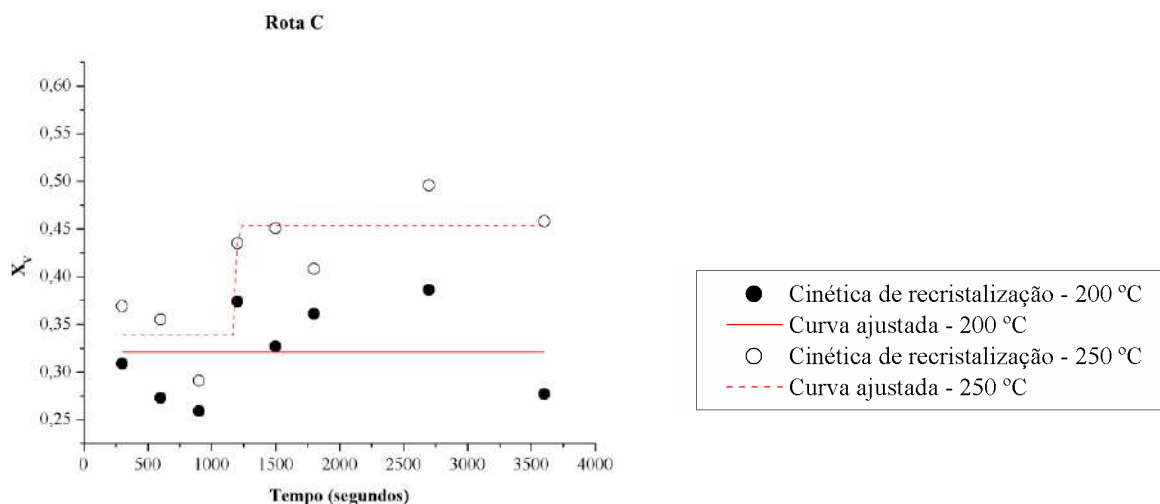


Figura 48: Cinética de recristalização da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C e posteriormente recozida construída com a equação de JMAK para temperatura de 200 °C e 250 °C. (fração volumétrica recristalizada “ $X_v$ ” versus tempo de recozimento “ $t$ ”).

De acordo com Humphreys e Hatherly [18], a recristalização é usualmente descrita graficamente pela evolução da fração recristalizada em função do tempo, cuja curva tem a forma sigmoideal, característica das transformações que ocorrem por nucleação e crescimento. Esse formato caracteriza a ocorrência de um período de incubação referente ao tempo que se decorreu até a formação dos primeiros grãos recristalizados, onde a fração máxima observada foi de 35%. Em sequência, verifica-se um aumento na taxa de nucleação e por fim, uma queda dessa taxa quando a fração recristalizada tende a 1. Analisando as curvas ajustadas do presente trabalho verifica-se que estas não possuem o formato próximo ao esperado. Permite ainda verificar, que diferindo das hipóteses simplificadoras da teoria JMAK, a taxa de nucleação dos novos grãos não é contante ou linear, e ainda que os núcleos são formados durante a deformação plástica severa e as condições de tratamento térmico não dão energia suficiente para o desenvolvimento desse núcleo. Isto posto, corrobora-se para a afirmação de que para as condições estipuladas no presente trabalho, este modelo não descreve a cinética de recristalização da liga de alumínio AA1070 severamente deformada em ECAP.

A não descrição da cinética de recristalização pelo modelo JMAK também foi relatada por Silva Filho *et al.* [37] em um aço microligado processado via ARB (*Accumulative Roll-Bonding*). O autor concluiu que o modelo JMAK fornece uma análise quantitativa da cinética de recristalização do aço microligado, no entanto, diferindo do comportamento real. E assim, como no presente trabalho, este fato pode estar relacionado com as hipóteses simplificadoras do modelo, que nem sempre se ajustam a casos reais.



As análises das imagens obtidas com o auxílio do MEV e EBSD, associadas aos resultados da evolução da dureza, permitiram concluir que a recristalização não ocorreu de forma descontínua com os dois estágios de nucleação e crescimento bem definidos, e que a recuperação e recristalização contínua foram os principais mecanismos de restauração. Conforme já abordado, evolução microestrutural de um material severamente deformado durante o recozimento não se encaixa em um processo de recristalização estática descontínua típico, com estágios distintos de nucleação e crescimento. A configuração equilibrada da microestrutura severamente deformada, com altas frações de contornos de alto ângulo e contornos equilibrados, fazem com que a fronteira entre grãos recristalizados e não recristalizados não seja bem definida, o que dificulta a distinção entre eles. Outra relação que auxilia na compreensão da evolução da fração recristalizada é sua estimativa por meio das medidas de dureza. Para essa análise, amostras do material deformado em cinco passes pelas rotas A e C foram recozidos em condições que garantissem sua significativa recristalização. Com auxílio da literatura [30,31,55,64,65] estabeleceu-se os parâmetros de 300 °C e 120 min para alcançar esse estado. Nessas condições, a dureza do material foi de  $25,7 \pm 0,4$  HV para o material previamente deformado via rota A e  $26,9 \pm 0,7$  HV para o material deformado pela rota C. Com esses valores foi possível correlacionar a fração recristalizada com a dureza do material por meio da Equação 17. Essa relação foi estudada por Winning e Schafer [57] para avaliar a influência da recristalização nas propriedades mecânicas.

$$X_V = \frac{H_{V(T_0)} - H_{V(t)}}{H_{V(T_0)} - H_{V(tend)}} \quad (17)$$

Onde,  $H_{V(T_0)}$  é a dureza na condição inicial,  $H_{V(t)}$  é a dureza nos diferentes tempos de recozimento e  $H_{V(tend)}$  é a dureza após a completa recristalização.

As Tabelas 15 e 16 apresentam as frações recristalizadas para cada tempo e temperatura do material previamente deformada em ECAP via rotas A e C e posteriormente tratados termicamente.

Tabela 15: Fração recristalizada (amolecimento) do material deformado via rota A calculadas a partir da relação das durezas nos diferentes estágios.

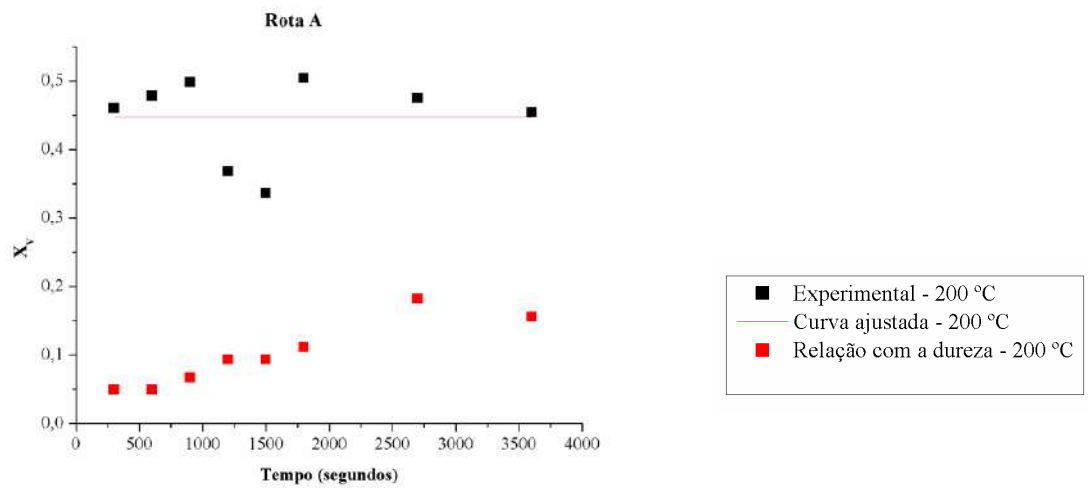
Tempo de Recozimento (min)	Temperatura	
	200 °C	250 °C
	Fração recristalizada ( $X_V$ )	
5	0,05	0,21
10	0,05	0,21
15	0,07	0,25
20	0,09	0,27
25	0,09	0,28
30	0,11	0,34
45	0,18	0,33
60	0,16	0,36

Tabela 16: Fração recristalizada (amolecimento) do material deformado via rota C calculadas a partir da relação das durezas nos diferentes estágios.

Tempo de Recozimento (min)	Temperatura	
	200 °C	250 °C
	Fração recristalizada ( $X_V$ )	
5	0,12	0,21
10	0,13	0,25
15	0,14	0,26
20	0,16	0,27
25	0,16	0,32
30	0,20	0,33
45	0,20	0,33
60	0,23	0,37

As Figuras 49 e 50 apresentam de forma comparativa a evolução da fração recristalizada do material deformado via rotas A e C calculadas a partir da relação das durezas nos diferentes estágios e pela metalografia quantitativa.

a)



b)

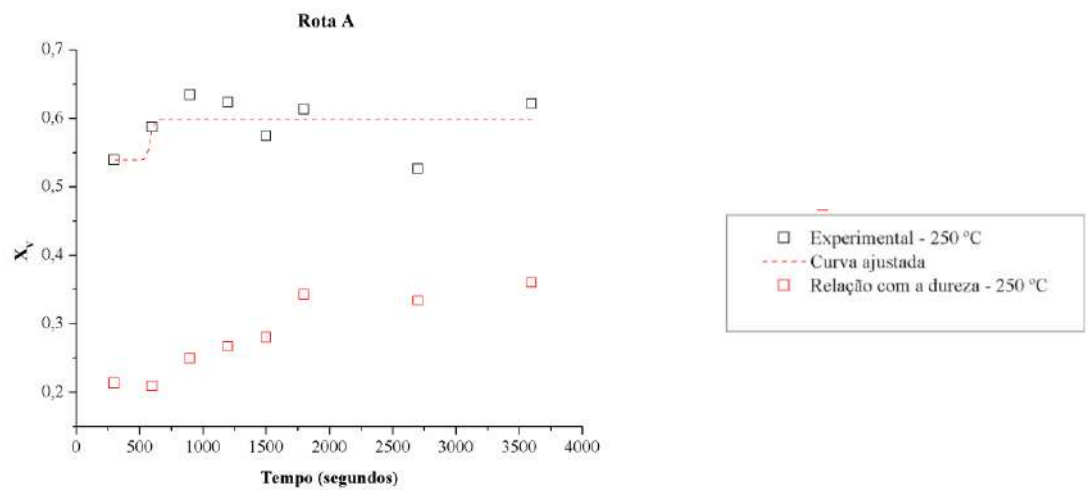
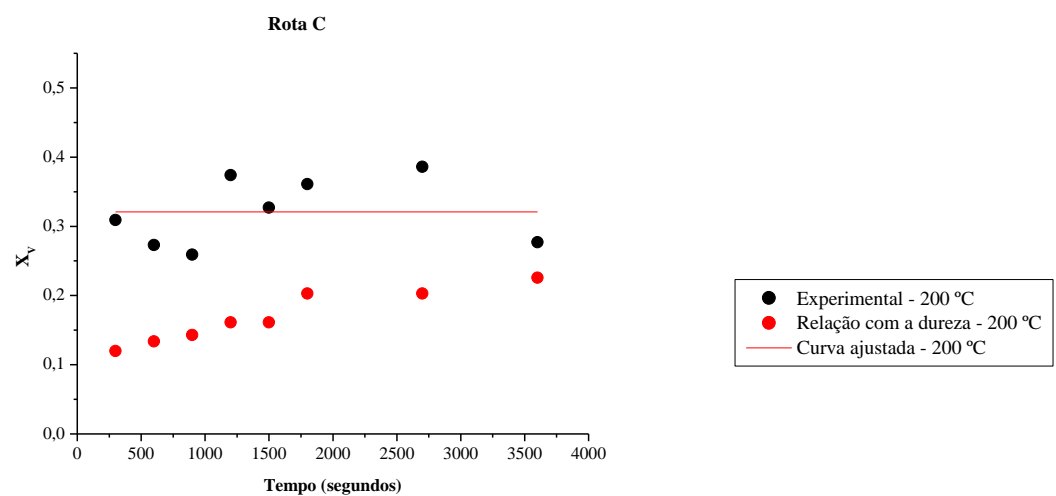


Figura 49: Comparativo entre as frações recristalizadas obtidas por meio da metalografia quantitativa e em a relação com dureza do material deformado em ECAP via rota A e posteriormente recozido a: a) 200 °C e b) 250 °C.

a)



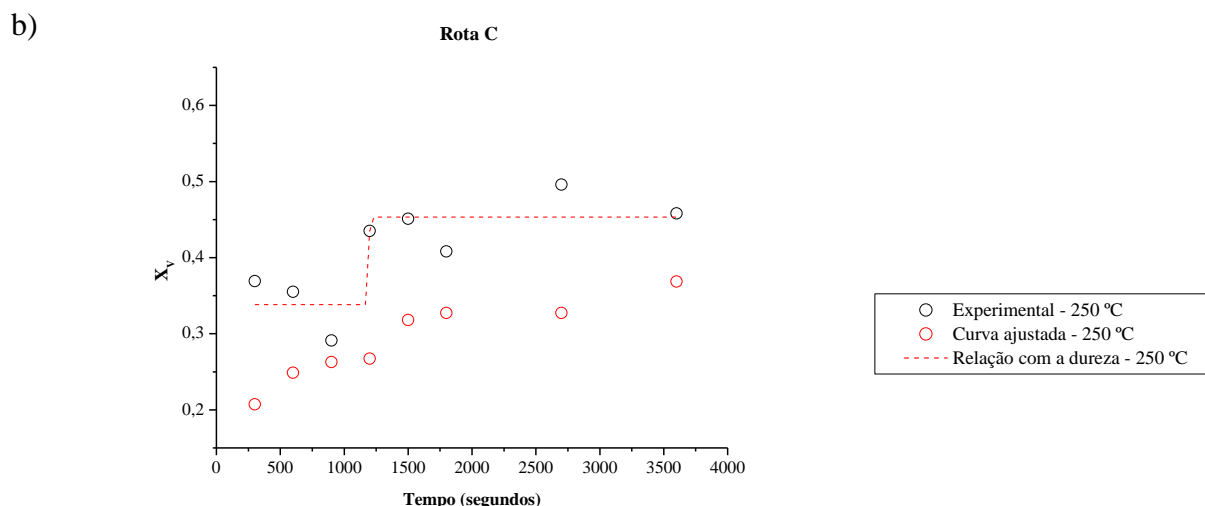


Figura 50: Comparativo entre as frações recristalizadas obtidas por meio da metalografia quantitativa e em a relação com dureza do material deformado em ECAP via rota C e posteriormente recozido a: a) 200 °C e b) 250 °C.

A literatura apresenta bons resultados na avaliação da cinética de recristalização a partir desta relação [64,65]. No entanto, o amolecimento observado a partir das medidas de dureza com a fração recristalizada calculada por meio da metalografia quantitativa mostram uma diferença significativa nos valores. Talvez porque a microestrutura é resultado, principalmente, da atuação do mecanismo de recristalização dinâmica contínua e as baixas temperaturas de recozimento não levaram a recristalização completa da microestrutura e por consequência, os grãos não cresceram, o que fez com que os valores de dureza se mantivessem próximos ao do material deformado, caracterizando uma fração de amolecimento baixa. O material que foi recozido a 300 °C durante 120 min, mostrou-se completamente recristalizada, tamanho de grão de 6,5 μm e dureza próxima a do material de partida. Semelhantemente, Silva Filho [37] conclui em seu trabalho com aço microligado processado via ARB que este modelo não fornece uma boa correlação entre os valores de fração recristalizada obtidos com o auxílio da Equação 17 e os medidos experimentalmente. O autor explica que essa discrepância ocorre pelo fato de a equação ser uma simplificação do que ocorre na microestrutura, não sendo adequada para prever o comportamento de materiais contendo partículas dispersas.

O estudo da cinética de recristalização envolve também a análise das interfaces. Nesse contexto, caracterizou-se também a microestrutura por meio da relação entre a área interfacial por unidade de volume entre o material recristalizado e não recristalizado. As Figuras 51 e 52 apresentam os perfis de curvas obtidos para a relação entre  $S_V$  e o tempo para as amostras recozidas a 200 °C e 250 °C respectivamente

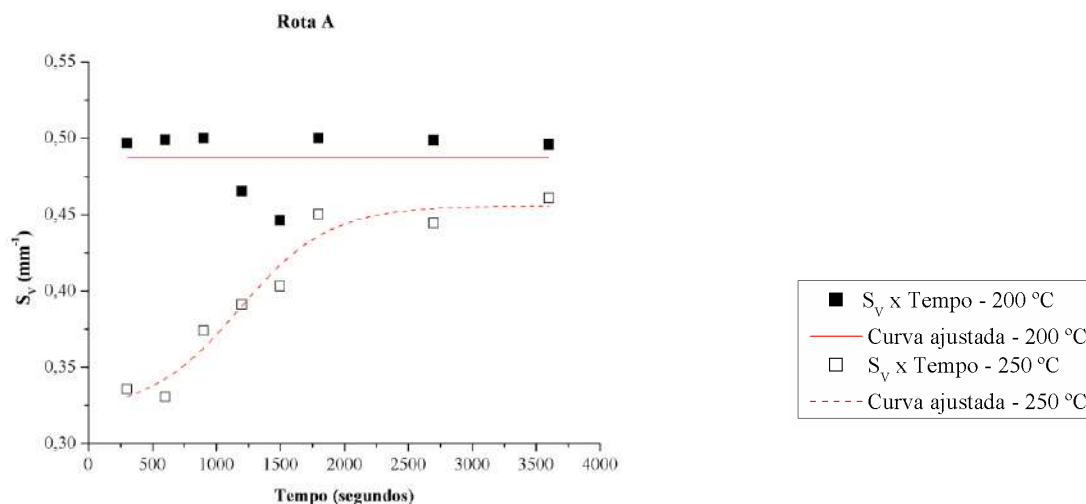


Figura 51: Área superficial por unidade de volume *versus* tempo de recozimento e curva ajustada para a liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C.

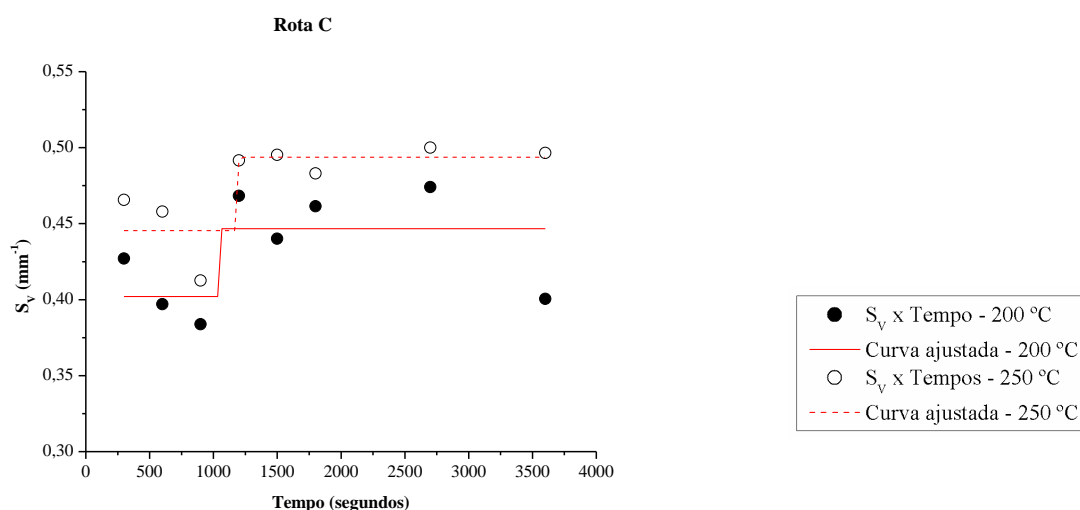


Figura 52: Área superficial por unidade de volume *versus* tempo de recozimento e curva ajustada para a liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C.

Para a obtenção da curva descritas nas Figuras 53 e 54, foi realizado o ajuste por meio do software Origin e os valores das constantes referentes a Equação 6 estão apresentados nas Tabelas 17 e 18.

Tabela 17: Parâmetros ajustados para descrever evolução de superfícies por unidade de volume, B e m são constantes e  $R^2$  é o coeficiente de correlação do material previamente deformado via rota A.

Temperaturas				
Parâmetros	200 °C		250 °C	
	$S_V f(t)$	Erro	$S_V f(t)$	Erro

<i>B</i>	0,50445	0,06747	0,35000	0,12282
<i>M</i>	-0,00486	0,02172	0,02903	0,03955
<i>R</i> <sup>2</sup>	-0,15702		-0,07050	

Tabela 18: Parâmetros ajustados para descrever evolução de superfícies por unidade de volume, *B* e *m* são constantes e *R*<sup>2</sup> é o coeficiente de correlação do material previamente deformado via rota C.

Temperaturas				
Parâmetros	200 °C		250 °C	
	<i>S<sub>v</sub>f(t)</i>	Erro	<i>S<sub>v</sub>f(t)</i>	Erro
<i>B</i>	0,50933	0,04015	0,34748	0,08551
<i>M</i>	-0,00808	0,01338	0,04380	0,02741
<i>R</i> <sup>2</sup>	-0,09993		0,0187	

Substituindo-se os valores de *k*, *n*, *B* e *m* na Equação 8 obtém-se o caminho microestrutural para a liga de alumínio AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente tratada termicamente a 200 °C e 250 °C como descrito nas Equações 18 e 19, respectivamente.

$$S_V = \{1 - \exp[-0,72511 (t^{-0,32143})]\} \times 0,50445 (t^{-0,00486}) \quad (18)$$

$$S_V = \{1 - \exp[-0,66922 (t^{-0,01833})]\} \times 0,35000 (t^{0,03955}) \quad (19)$$

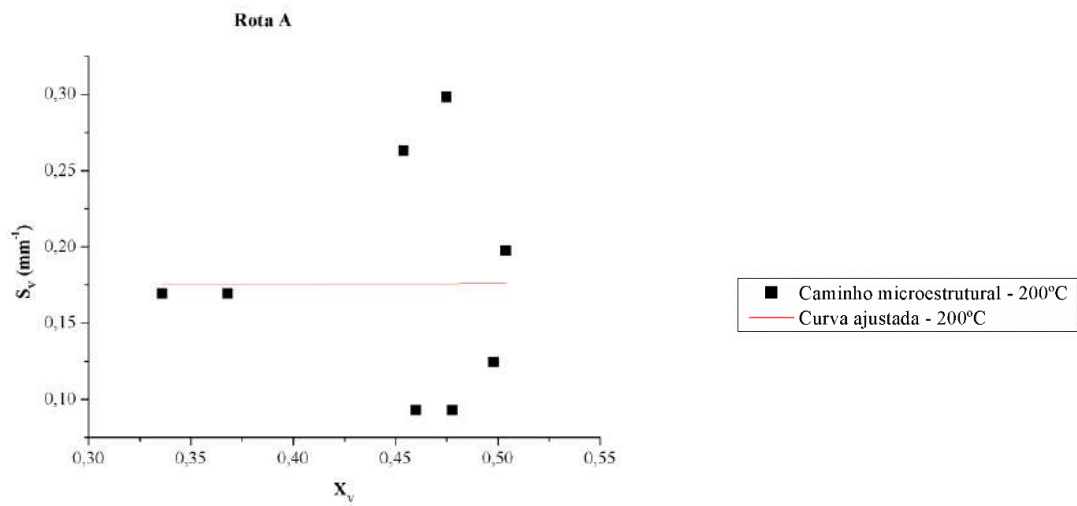
Da mesma forma, obtiveram-se as Equações 20 e 21 que descrevem o caminho microestrutural da liga de alumínio AA1070 deformada em ECAP via rota C e posteriormente tratada termicamente a 200 °C e 250 °C.

$$S_V = \{1 - \exp[-0,04386 (t^{0,28373})]\} \times 0,50933 (t^{-0,00808}) \quad (20)$$

$$S_V = \{1 - \exp[-0,01259 (t^{-0,01833})]\} \times 0,34748 (t^{0,04380}) \quad (21)$$

Segundo Dehoff [45] toda transformação percorre um único caminho no espaço *S<sub>v</sub>* x *X<sub>v</sub>*, caracterizando o caminho microestrutural. Essa relação é apresentada nas Figuras 53 e 54 para o material sob as condições já referidas.

a)



b)

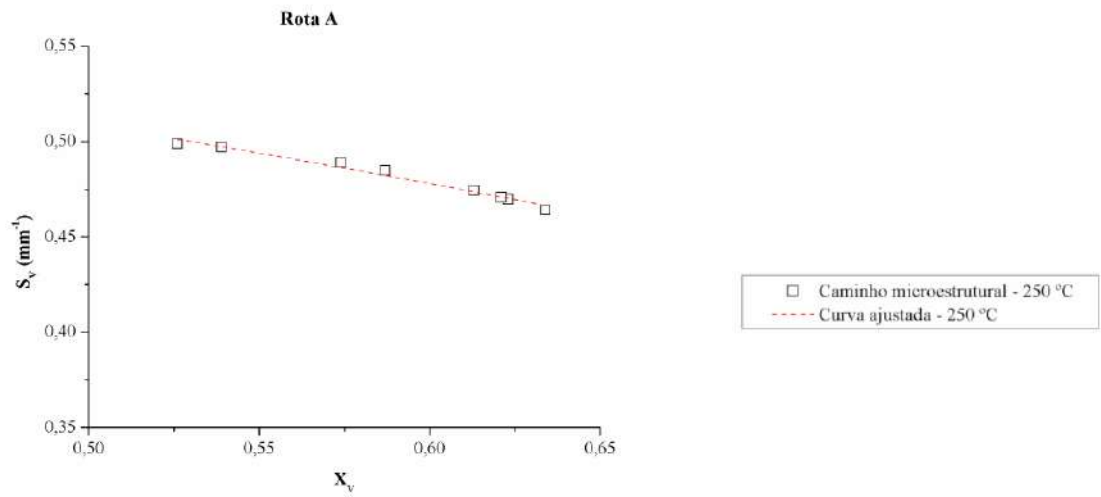
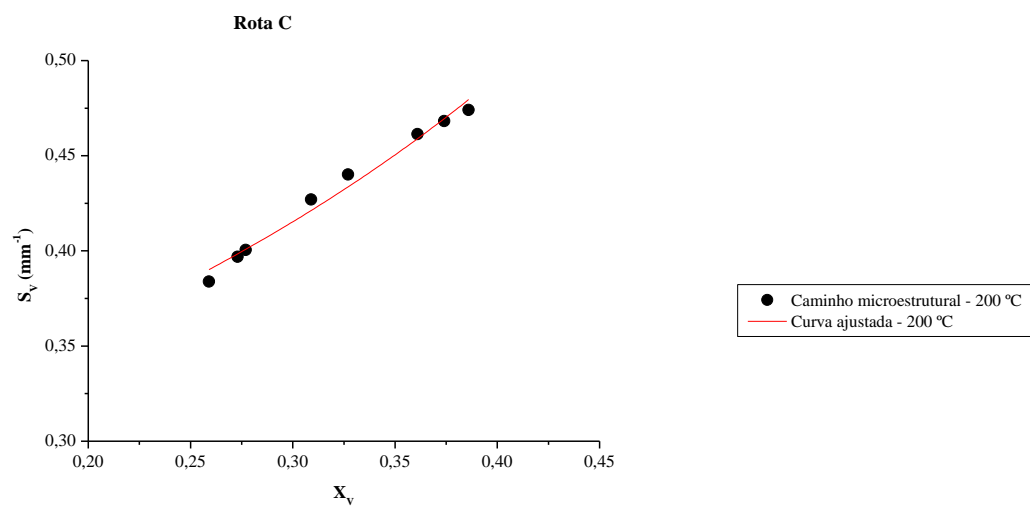


Figura 53: Caminho microestrutural, área superficial por unidade de volume “ $S_V$ ” versus a fração volumétrica “ $X_V$ ” e curva ajustada para a liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida a: a) 200 °C e b) 250 °C.

a)



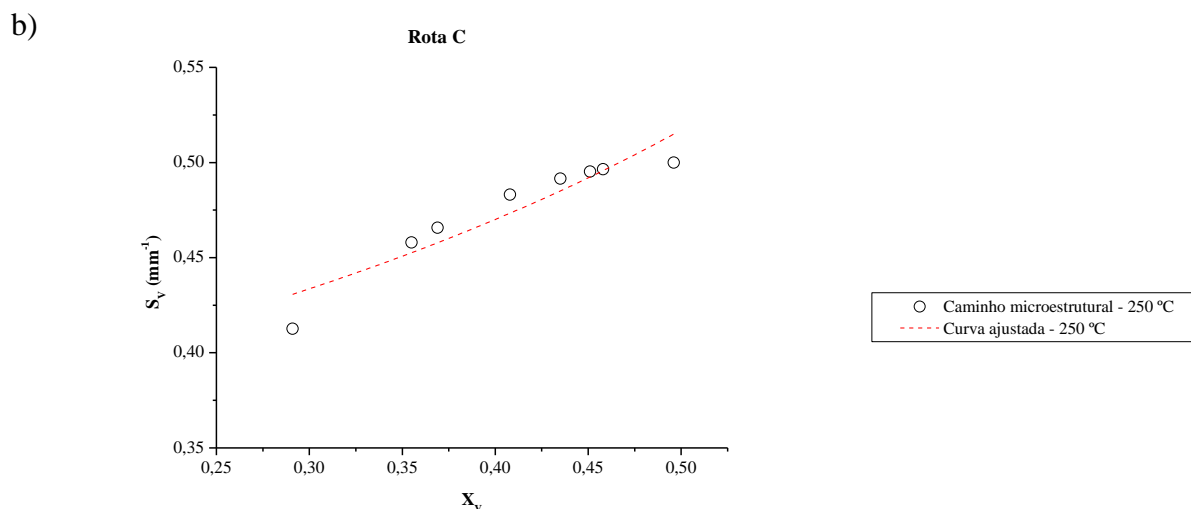


Figura 54: Caminho microestrutural, área superficial por unidade de volume “ $S_v$ ” versus a fração volumétrica “ $X_v$ ” e curva ajustada para a liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C e posteriormente recozida a: a) 200 °C e b) 250 °C.

As curvas ajustadas do presente trabalho não apresentaram um bom ajuste com os dados experimentais para ambas as temperaturas. Normalmente, no estudo da cinética de recristalização, os parâmetros permitem verificar o crescimento da área interfacial por unidade de volume até a ocorrência do *impingement*, que indica o início da interação entre os núcleos em crescimento. Esses resultados permitem sugerir que a cinética de recristalização da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rotas A e C e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C não percorre o caminho microestrutural proposto. As curvas que descrevem o caminho microestrutural foram ajustadas com o auxílio do software Origin e os valores das constantes referentes à Equação 9 estão apresentados nas Tabelas 19 e 20.

Tabela 19: Parâmetros ajustados para descrever a evolução de superfícies por unidade de volume em função da fração recristalizada da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C, onde,  $q$  e  $C$  são constantes do caminho microestrutural.

Temperaturas				
Parâmetros	200 °C		250 °C	
	$S_v f(t)$	Erro	$S_v f(t)$	Erro
$C$	0,17461	0,17333	0,61616	0,00914
$Q$	-0,01231	1,64004	0,27695	0,01659
$R^2$	-0,16666		0,97530	



Tabela 20: Parâmetros ajustados para descrever a evolução de superfícies por unidade de volume em função da fração recristalizada da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C e posteriormente recozida a 200 °C e 250 °C, onde,  $q$  e  $C$  são constantes do caminho microestrutural.

Temperaturas				
Parâmetros	200 °C		250 °C	
	$S_V f(t)$	Erro	$S_V f(t)$	Erro
$C$	0,28083	0,00697	0,35970	0,01662
$Q$	-1,0969	0,06132	-0,52378	0,08410
$R^2$	0,97875		0,84942	

Substituindo-se os valores das constantes na Equação 9 obtêm-se as equações que descrevem a evolução de superfícies por unidade de volume em função da fração recristalizada para a liga de alumínio AA1070 deformada em ECAP via rota A e posteriormente tratada termicamente a 200 °C e 250 °C como descrito nas Equações 22 e 23, respectivamente.

$$S_V = 0,17461(1 - X_V)^{-0,01231} \quad (22)$$

$$S_V = 0,61616(1 - X_V)^{0,27695} \quad (23)$$

Da mesma forma, obtiveram-se as Equações 24 e 25 para o material deformado em ECAP via rotas C e posteriormente tratada termicamente a 200 °C e 250 °C.

$$S_V = 0,28083(1 - X_V)^{-1,0969} \quad (24)$$

$$S_V = 0,35970(1 - X_V)^{-0,52378} \quad (25)$$

Os valores das constantes respaldam a não descrição da cinética de recristalização da liga de Al AA1070 sob as condições estipuladas pela metodologia do caminho microestrutural. Os valores da constante  $q$  não permitem inferir sobre o tipo de nucleação, uma vez que não se aproximam minimamente, dos valores preditos pela metodologia (2/3, indicando nucleação por saturação de sítio e 4/3, indicando nucleação constante).

Apesar, de a metodologia do caminho microestrutural fornecer maiores detalhes sobre as taxas de nucleação e crescimento de grão a partir das análises experimentais, do que o modelo JMAK, ela também trabalha com as hipóteses de que a distribuição dos núcleos na recristalização é aleatória e que a recristalização ocorre homogeneamente. E como se sabe em

materiais reais, a recristalização ocorre de maneira heterogênea e os grãos nucleiam em maior quantidade nos sítios preferenciais gerados no processo de deformação, e onde os mecanismos de recuperação estão atuando antes da recristalização, logo, esse afastamento dos resultados experimentais das condições consideradas no modelo já era esperado. Além dessas considerações, também é válido reforçar que durante a deformação severa a recuperação dinâmica associada a recristalização dinâmica contínua foram os mecanismos responsáveis pela evolução da microestrutura, e que seu posterior recozimento caracterizou-se pelo coalescimento contínuo dos grãos. Foi observado um leve aumento no tamanho dos grãos ao longo dos tratamentos térmicos devido às baixas temperaturas aplicadas.

Com base na discussão acima dos modelos JMAK e metodologia do caminho microestrutural, concluiu-se que um dos fatores mais prováveis de causar problemas na modelagem realista da cinética de recristalização foi a ocorrência da recristalização dinâmica contínua durante a deformação em ECAP. Ambos os modelos consideram a recristalização como um fenômeno caracterizado por dois estágios, nucleação e crescimento, e como já descrito, a recristalização no presente trabalho é caracterizada como um processo que envolve apenas um estágio, o coalescimento de grãos.

## 5.4 EVOLUÇÃO DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

### 5.4.1 Material de partida

A avaliação da textura do material de partida foi realizada por meio da análise das funções distribuição de orientação, apresentada na Figura 55, que representa o corte da seção transversal, no qual foi alcançado o nível mais alto de intensidade,  $f(g)$ .

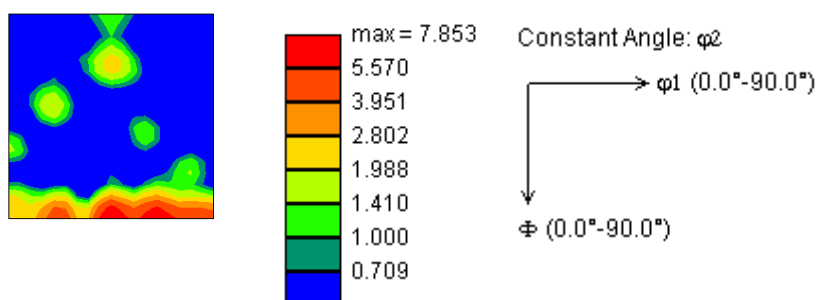


Figura 55: ODF referente à seção transversal do material de partida:  $\varphi_2 = 45^\circ$  (MEV/EBSD - EHT = 20 kV).

Foi observado principalmente, grãos orientados na direção  $\{0\ 0\ 1\} \langle 1\ 1\ 0 \rangle$ , conhecida como a componente de textura Cubo,  $f(g) = 7,8$ , característica de recristalização em materiais CFC. A presença dessa componente era esperada uma vez que o material de partida foi

laminado a quente. Análises das ODF identificaram a presença de componentes de texturas de laminação e recristalização típicas de ligas de alumínio. Outras componentes presentes com também foram identificadas como a Goss,  $f(g) = 4,7$ , Goss girado,  $f(g) = 2,8$  e também as componente B e P com intensidade aproximada de 3,4. A textura cubo presente no material de partida foi previamente relatada para ligas de alumínio laminadas a quente [47,72,73,74].

Uma análise prévia dessa liga submetida às mesmas condições mostrou que na seção longitudinal os grãos apresentaram orientação predominante na direção  $\{0\ 1\ 1\} \langle 1\ \bar{1}\ 0 \rangle$ , Goss girado, alcançando a intensidade de 39,1 na seção longitudinal. As componentes Cubo  $\{0\ 0\ 1\} \langle 1\ 1\ 0 \rangle$  e S  $\{1\ 2\ 3\} \langle 6\ 3\ 4 \rangle$  também foram observadas, porém com intensidades fracas. Uma investigação da microtextura mostrou na seção transversal a componente cubo atingindo uma intensidade de 26,1. Enquanto na seção longitudinal, os grãos orientados preferencialmente na direção  $(1\ 0\ 1)$  resultam de uma textura que possui orientação  $\{0\ 1\ 1\} \langle 1\ \bar{1}\ 0 \rangle$ , Goss girado e intensidade 134,4 [3,4,6,21].

#### 5.4.2 Estado deformado

Para os materiais CFC, as seções  $\phi_2 = 0^\circ$  e  $\phi_2 = 45^\circ$  das ODF, são as mais utilizadas para análises de textura de deformação cisalhante simples, pois elas contêm as principais orientações [72]. A Figura 56 apresenta essas seções do material deformado em cinco passes de ECAP via rotas A e C.

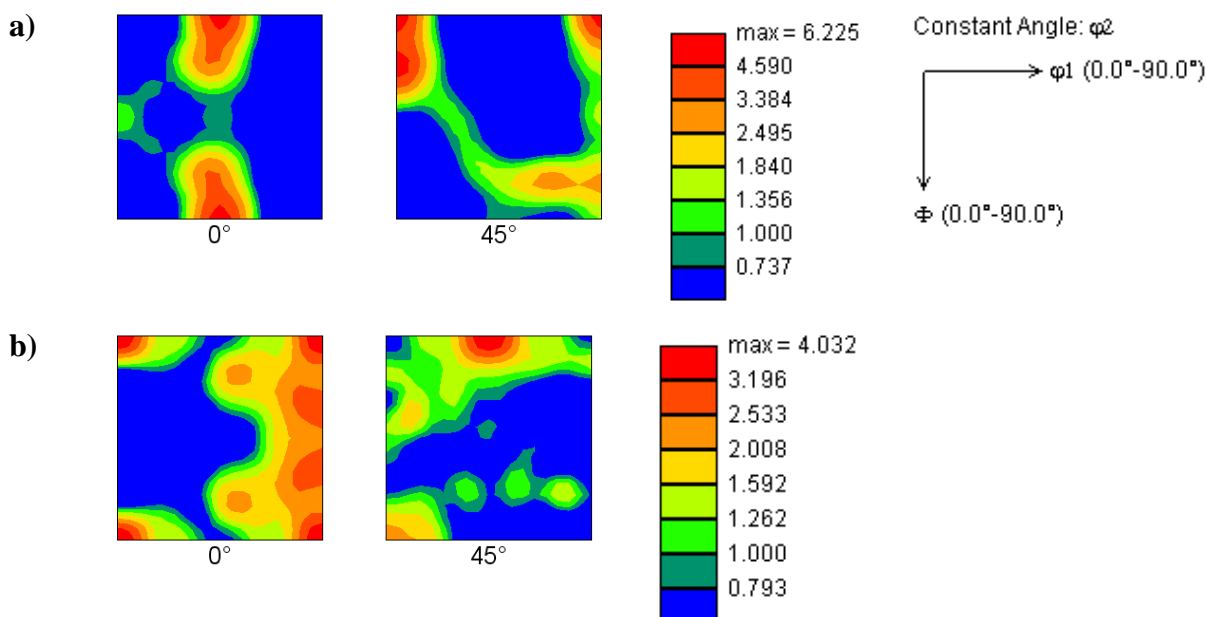


Figura 56: Seções  $\phi_2 = 0^\circ$  e  $\phi_2 = 45^\circ$  das ODF do material após cinco passes de deformação em ECAP: a) rota A e b) rota C. (MEV/EBSD - EHT = 15kV).

A componente Cubo  $\{0\ 0\ 1\}\langle 1\ 0\ 0\rangle$  não foi identificada no quinto passe do material processado pela rota A, no entanto, a orientação Cubo girado apresentou-se com intensidade de 4,5. Na rota C a orientação Cubo apareceu ainda que com intensidade fraca,  $f(g) = 2,5$ . A presença da componente Cubo, ainda que em frações bem pequenas, corrobora para a afirmação da ocorrência do fenômeno de recristalização dinâmica contínua. Além disso, sua presença mais significativa na rota C está de acordo com o relatado por Suwas *et al.* [54]. Os autores observaram que para um alumínio comercialmente puro deformado pela rota A, a textura cubo desaparece, enquanto que para a rota C a componente se mantém forte após cada passe de deformação.

Mendes [3] observou que no material submetido ao ECAP via rota A, a componente Cubo só não foi verificada no quinto passe de deformação. Sendo identificada em pequenas frações ao longo dos outros quatro passes.

A componente Goss  $\{0\ 1\ 1\}\langle 1\ 0\ 0\rangle$  observada no material de partida não foi observada no material deformado via rota C, enquanto a rota A, foi observada com baixa intensidade,  $f(g) = 1,3$ . Na rota A também foi observada a presença em baixa intensidade das componentes de textura de deformação S  $\{1\ 2\ 3\}\langle 6\ 3\ 4\rangle$  e das texturas de recristalização P  $\{0\ 1\ 1\}\langle 1\ 2\ 2\rangle$ , Q  $\{0\ 1\ 3\}\langle 2\ 3\ 1\rangle$ .

A natureza da deformação promovida pelo ECAP no plano de interseção entre os canais é semelhante a deformação cisalhante simples [75]. Desta forma, as componentes ideais de textura desenvolvidas no alumínio processado no ECAP são as mesmas já conhecidas para a textura deformação cisalhante simples, orientadas ao longo das fibras de cisalhamento, fibra A  $\{1\ 1\ 1\}\langle u\ v\ w\rangle$  e fibra B  $\{h\ k\ l\}\langle 1\ 1\ 0\rangle$  [64]. Ao investigar a textura do material deformado verificou-se que as componentes das fibras A e B se apresentaram em baixas frações. As componentes  $A^*_2$ ,  $\overline{A}$  e  $\overline{B}$  não foram observada ao longo dos passes de deformação em nenhuma das rotas. No entanto, a presença da componente C, também característica da deformação cisalhante simples, foi identificada no material deformado em ambas as rotas.

A intensidade da textura foi baixa ao final do quinto passe de deformação em ambas as rotas, caracterizando uma tendência fraca a média na rota C e média na rota A. Esse comportamento foi relatado por Mendes [3] e Castro [4] que observaram uma redução considerável na intensidade da textura para o material deformado pela rota C. Na rota A, verificou-se um enfraquecimento global da intensidade da textura de média para muito fraca conforme o número de passes aumenta, especialmente após o terceiro e quarto passes. E

apesar de o valor da intensidade de textura ter sido reduzido em 50% ao final do quinto passe, nenhuma evolução significativa foi notada ao longo do estudo. Este comportamento justifica-se, uma vez que a deformação acumulada nesta rota é próxima a monotônica e planar. A intensidade da textura resultante na rota C é fraca, e sua redução mostra-se intensa após o terceiro e quinto passe de deformação. Essa rota é a mais atípica, pois considerando os planos de cisalhamento ativados a cada passe espera-se que as texturas tendam a voltar à textura forte original para números pares de passes uma vez que o cisalhamento simples é invertido em cada passe subsequente. O enfraquecimento da textura ao longo dos passes de deformação também foi relatado por [47,73,74,77]. Ao contrário dos experimentos, a simulação computacional de Ferrasse *et al.* [47] prevê um fortalecimento contínuo da textura para todas as rotas com o aumento do número de passes. Essas previsões se tornam menos assertivas quando são envolvidos altos níveis de deformação em cada passe. Os resultados contrastantes mostram que o mecanismo de deslizamento de planos cristalográficos não é o único responsável pela evolução da textura cristalográfica em materiais deformados por ECAP. A fragmentação e o refinamento da microestrutura são induzidos mecanicamente pela recristalização dinâmica contínua que envolve mecanismos que contribuem para diminuir intensidade da textura após três passes.

Estudos vêm mostrando que a técnica de ECAP permite controlar a orientação e intensidade da textura [46,47]. Dois parâmetros específicos desta técnica, a rota e o número de passes, são bastante eficientes neste controle. A rota é o fator que exerce maior influência na orientação da textura, pois envolve um grupo selecionado de planos e direções de cisalhamento a cada passe e os ativam numa ordem precisa. No entanto, mesmo que a cada passe de deformação o material de sofra deformação cisalhante e tenda a produzir a mesma textura, esta vai diferir entre as rotas devido às rotações sofridas pela amostra entre os passes de deformação via ECAP. Como resultado, a textura final após os passes será diferente para cada rota. Comparados à rota do ECAP, o número de passes e a textura inicial influenciam de forma limitada na orientação da textura [47]. Essa influencia limitada foi observada no presente estudo uma vez que, as componentes características do material laminado a quente ao longo dos passes de deformação em ambas as rotas se apresentaram em baixas intensidades. Isso pode ser justificado, pela severidade da deformação a cada passe ( $\epsilon = 1,19$ ). Ferrasse *et al.* [47] explicam que a textura inicial tem grande influencia na intensidade da textura quando poucos passes de ECAP são realizados. Todavia, para altos níveis de deformação, após o terceiro ou quarto passe de deformação, a influência da textura inicial na intensidade da textura diminui expressivamente. A textura formada ao final do quinto passe

de deformação em ambas as rotas apresentou características únicas, sem as características fibras.

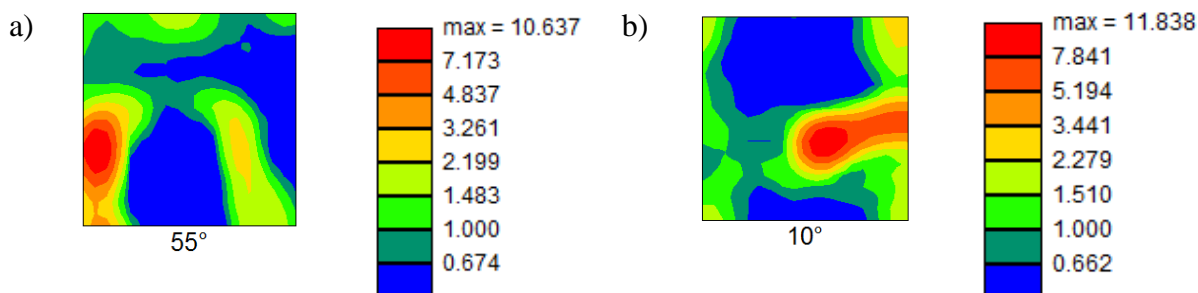
### 5.4.3 Estado recozido

#### 5.4.3.1 Rota A

A Tabela 21 apresenta as orientações e intensidades máximas da textura do material deformado em ECAP via rota A e posteriormente submetido ao tratamento térmico de recozimento. Os cortes em que esses níveis de intensidade foram observados são apresentados nas Figuras 57 e 58.

Tabela 21: Orientações e intensidades das componentes de textura identificadas na seção transversal das amostras da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota A.

Tempo de Recozimento (min)	Temperatura			
	200 °C		250 °C	
	Orientação	f(g)	Orientação	f(g)
5	(3 2 2) [14 $\overline{23}$ 2]	10,6	(3 16 15) [ $\overline{3}$ $\overline{21}$ 23]	5,1
10	(2 15 16) [ $\overline{2}$ $\overline{20}$ 19]	11,8	(3 20 29) [8 $\overline{7}$ 4]	12,0
15	(21 12 7) [0 $\overline{7}$ 12]	16,4	(8 6 1) [3 $\overline{8}$ 24]	10,7
20	(2 20 19) [ $\overline{1}$ $\overline{17}$ 18]	8,6	(18 9 4) [1 $\overline{2}$ 0]	8,5
25	(0 1 1) [18 $\overline{1}$ 1]	6,6	(5 1 5) [1 $\overline{15}$ 2]	10,5
30	(7 10 1) [9 $\overline{7}$ 7]	5,8	(17 3 12) [ $\overline{3}$ $\overline{11}$ 7]	12,1
45	(0 3 5) [23 $\overline{20}$ 12]	12,7	(2 15 16) [ $\overline{2}$ $\overline{20}$ 19]	8,1
60	(8 8 1) [0 $\overline{1}$ 8]	9,3	(7 4 1) [1 $\overline{3}$ 5]	11,2



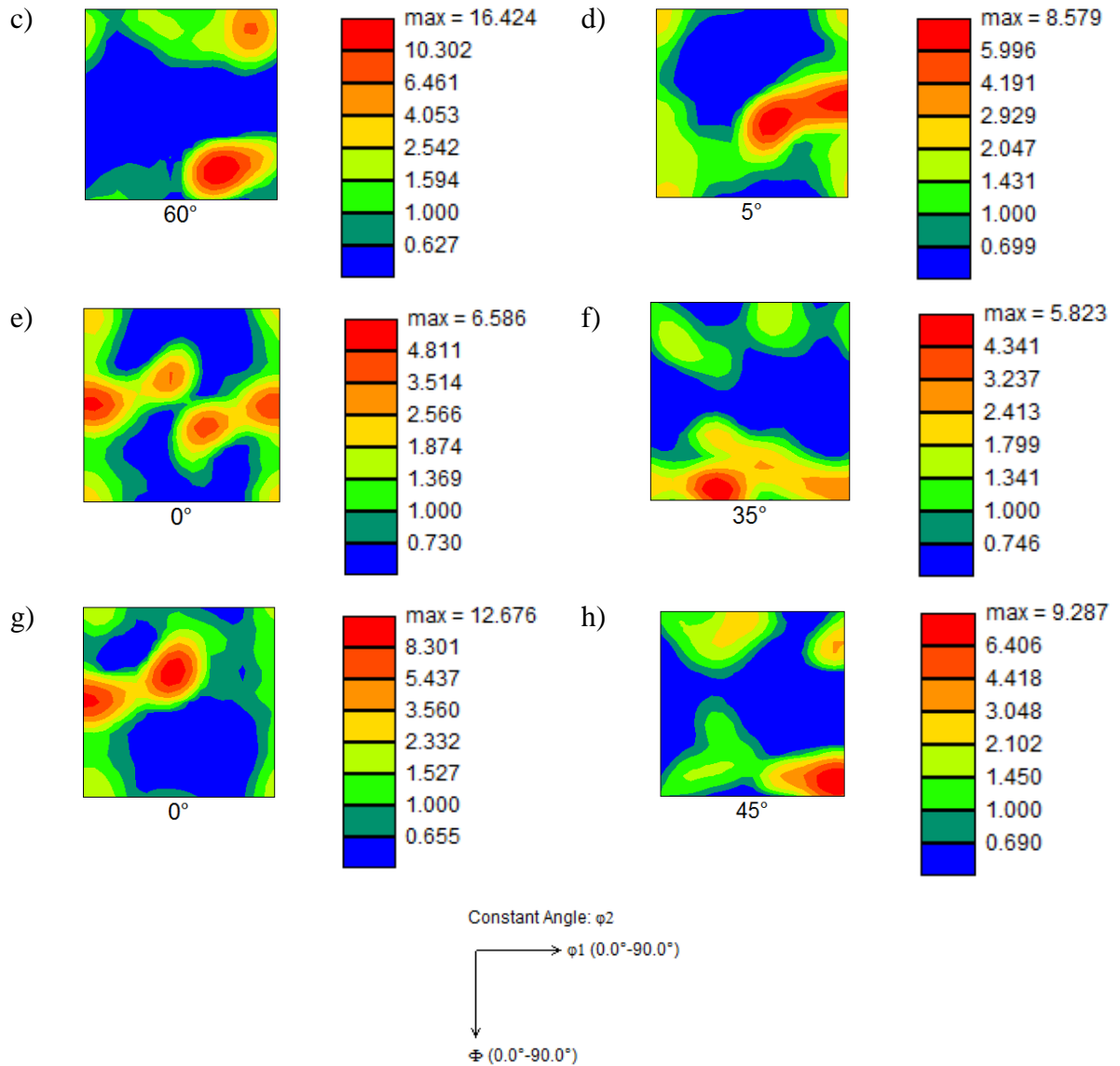
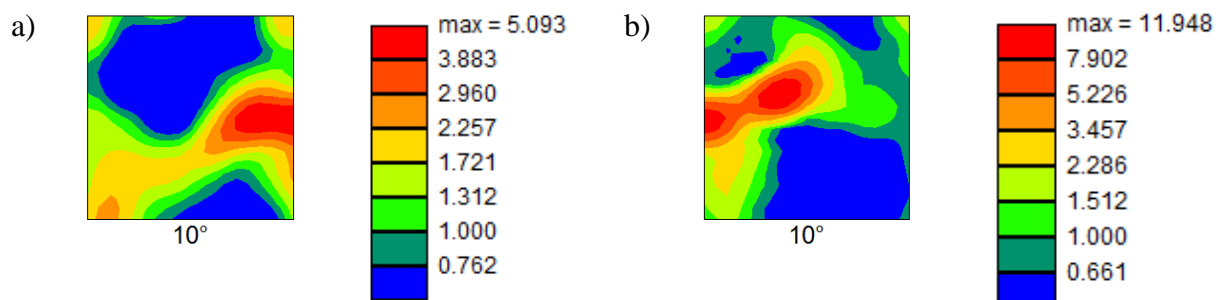


Figura 57: ODF da seção transversal (plano DT-DN) da liga Al AA1070 deformada via rota A após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 200 °C.



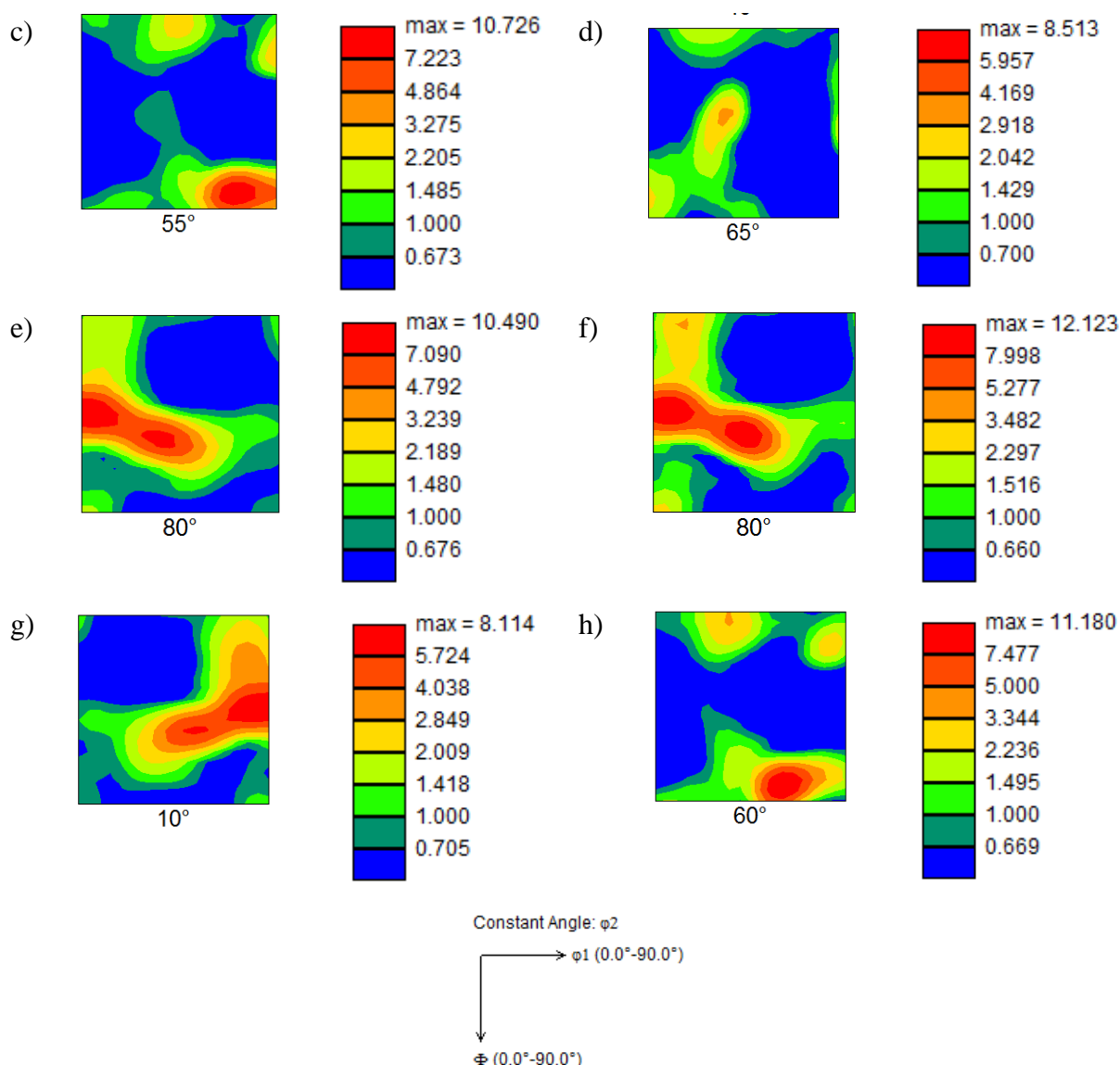


Figura 58: ODF da seção transversal (plano DT-DN) da liga Al AA1070 deformada via rota A após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 250 °C.

A fim de auxiliar na avaliação da evolução da intensidade de textura foi adotado um referencial proposto por Ferrase e seus colaboradores [47]. Os autores assumem que para a análise da intensidade da textura através de ODFs, níveis de intensidade,  $f(g)$ , entre 1 e 3 correspondem a uma textura de intensidade aleatória a fraca; índices entre 3 e 5 correspondem a uma intensidade de textura fraca a média; índices entre 5 e 20 correspondem a uma textura com intensidade que vai de média a forte e índices acima de 20 correspondem a intensidade de textura extremamente forte.

A análise das ODF do material deformado pela rota A e posteriormente recozidos mostrou que houve um aumento na intensidade global da textura para ambas temperaturas em



relação ao material deformado. Ainda foram identificadas componentes de textura resultantes da laminação (Cobre, S e Brass) porém com baixa intensidade. Ao longo do tratamento térmico a 200 °C, a componente Cobre  $\{1\ 2\ 2\}\langle 1\ 1\ 1\rangle$  apresentou intensidade máxima,  $f(g) = 1,0$  em  $\varphi_2 = 45^\circ$ , para o tempo de 15 min. Nos demais tempos, a intensidade da componente ficou abaixo de 0,5. A componente S  $\{1\ 2\ 3\}\langle 6\ 3\ 4\rangle$  também apresentou no tempo de 15 min seu maior pico,  $f(g) = 1,7$  em  $\varphi_2 = 45^\circ$ . Ambas as componentes se caracterizam por uma textura aleatória. A componente Brass  $\{0\ 0\ 1\}\langle 2\ 1\ 1\rangle$  apresentou-se com uma intensidade média de 4,8 em  $\varphi_2 = 45^\circ$ , para o tempo de 10 min. Essas texturas são compatíveis com aquelas disponíveis na literatura para alumínio laminado e sua baixa intensidade mostra que as componentes são remanescentes do material de partida.

No material submetido ao tratamento térmico a 250 °C essas componentes apresentaram comportamento aleatório a fraco. As componentes Cobre, S e Brass alcançaram, respectivamente, intensidades de 2,2, 1,2 e 1,8 em  $\varphi_2 = 45^\circ$  no tempo de 30 min. Esse enfraquecimento das componentes de textura características da laminação é esperado com o aumento do número de passes de deformação e posteriormente, com o tempo e a temperatura do tratamento térmico.

No entanto, a alteração da textura do material recozido em relação a do material deformado foi mínima. E de acordo com Sakai *et al.* [1] e Humphreys e Hatherly [18], esse é mais um indício de que a recristalização estática contínua ou coalescimento contínuo foi o mecanismo atuante no posterior tratamento térmico da microestrutura resultante da recristalização dinâmica contínua.

No alumínio e suas ligas, a textura de recristalização é caracterizada pela presença da componente Cubo, no entanto, essa não é única componente presente no material. A textura de recristalização depende da microestrutura resultante da deformação (heterogeneidade da microestrutura e taxa de deformação, por exemplo), assim como, dos parâmetros do tratamento térmico [76]. Engler e Randle [44] explicam que em ligas de alumínio comercialmente puras, a orientação cristalográfica Cubo é frequentemente acompanhada da componente R, que é similar a componente de textura de deformação S. Os grãos com orientação R se formam presumivelmente por meio da nucleação nos contornos de alto ângulo preexistentes e subsequentemente, crescem na matriz deformada. Apesar de a orientação R ser identificada ao longo do tratamento térmico em ambas as rotas, essa afirmação não é pertinente a esse estudo devido aos parâmetros estabelecidos e a deformação em ECAP ser severa. Logo, o mecanismo atuante é a recristalização estática contínua que ocorre em apenas

um estágio, coalescimento de grãos. Assim, a textura obtida no presente estudo foge da textura de recristalização convencional regida pelos estágios distintos de nucleação e crescimento e caracterizada pela presença forte da componente Cubo.

No material deformado pela rota A, a componente de textura Cubo se apresentou com intensidade fraca a média para ambas as temperaturas, alcançando níveis máximo de 2,5 e 3,3, respectivamente. A componente de recristalização do tipo Goss  $\{0\ 0\ 1\}\langle 1\ 0\ 0\rangle$  foi a que apresentou maior intensidade em todo o tratamento, alcançando um intensidade máxima de 10,0 no tratamento térmico de 45 min a 200 °C e 8,5 no tratamento térmico de 30 min a 250 °C. No entanto, essa componente também é caracterizada como sendo uma componente de textura de deformação em materiais CFC. Sua intensidade variou ao longo dos tempos de tratamento e apesar de alcançar níveis de intensidade média a forte para essas condições, ela manteve seus valores de intensidade na faixa de fraca a média durante os outros tempos de tratamento. Ambas as componentes foram observadas nas seções  $\varphi_2 = 0/45^\circ/90^\circ$ . Outra componente que apresentou-se com intensidade significativa, 5,6 e 4,6, foi a Goss girado  $\{0\ 1\ 1\}\langle 1\ \bar{1}\ 1\rangle$ . A componente apareceu em todos os tempos e temperaturas do tratamento térmico. A evolução das componentes Cubo, Goss e Goss girado durante os tratamentos térmicos podem ser observadas nas Figuras 59 e 60.

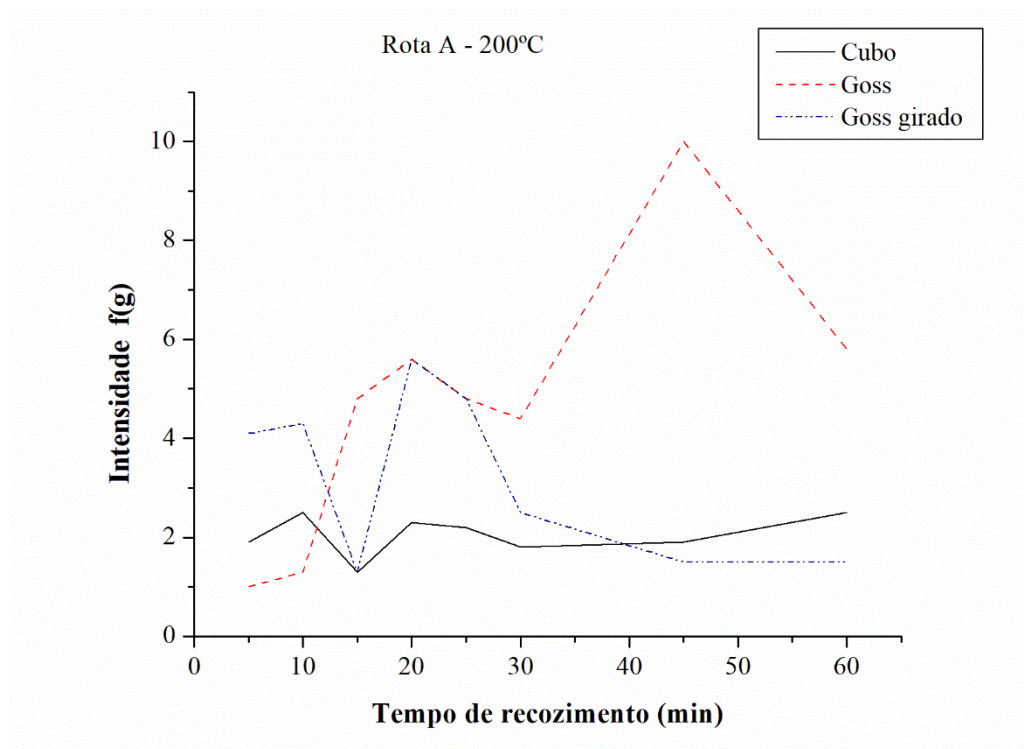


Figura 59: Evolução da intensidade das componentes de textura Cubo, Goss e Goss girado durante o tratamento térmico de recozimento a 200 °C da liga Al AA1070 deformada via rota A.

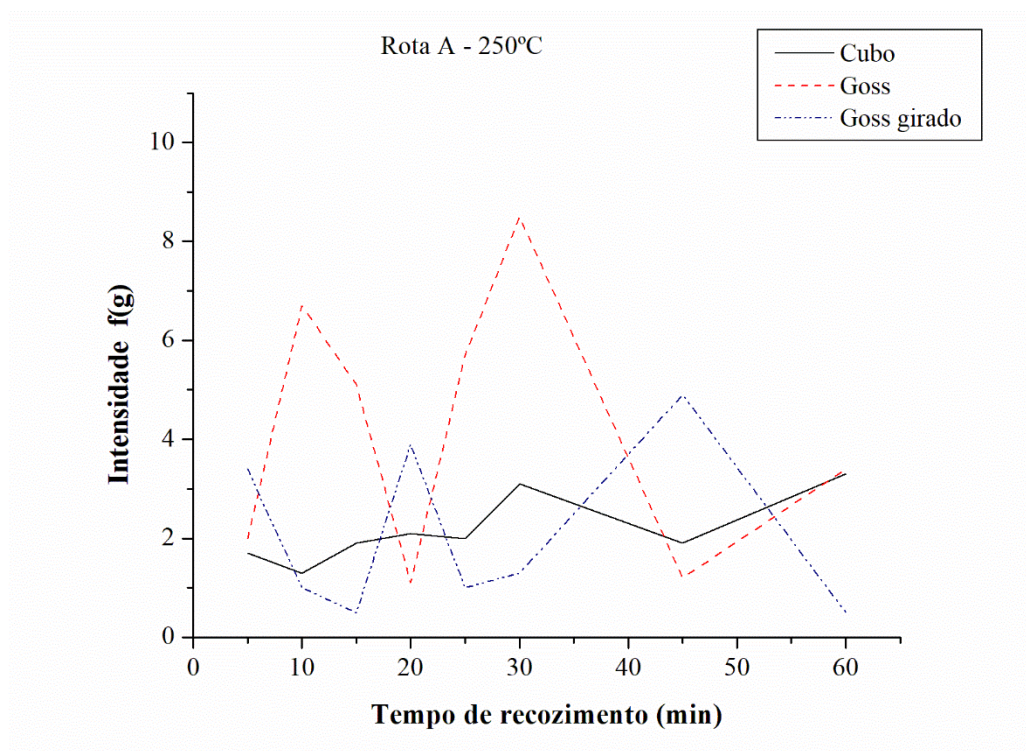


Figura 60: Evolução da intensidade das componentes de textura Cubo, Goss e Goss girado durante o tratamento térmico de recozimento a 250 °C da liga Al AA1070 deformada via rota A.

Foram observadas também a presença das componentes P, Q, R e cubo girado ao longo do tratamento térmico porém com intensidade bem fraca, mantendo-se os níveis observados no material deformado. A mudança mínima na textura cristalográfica ao longo do tratamento térmico em relação a do material deformado, para ambas as temperaturas, corrobora com a afirmação de que a recristalização dinâmica/estática contínua é o principal mecanismo de restauração atuante.

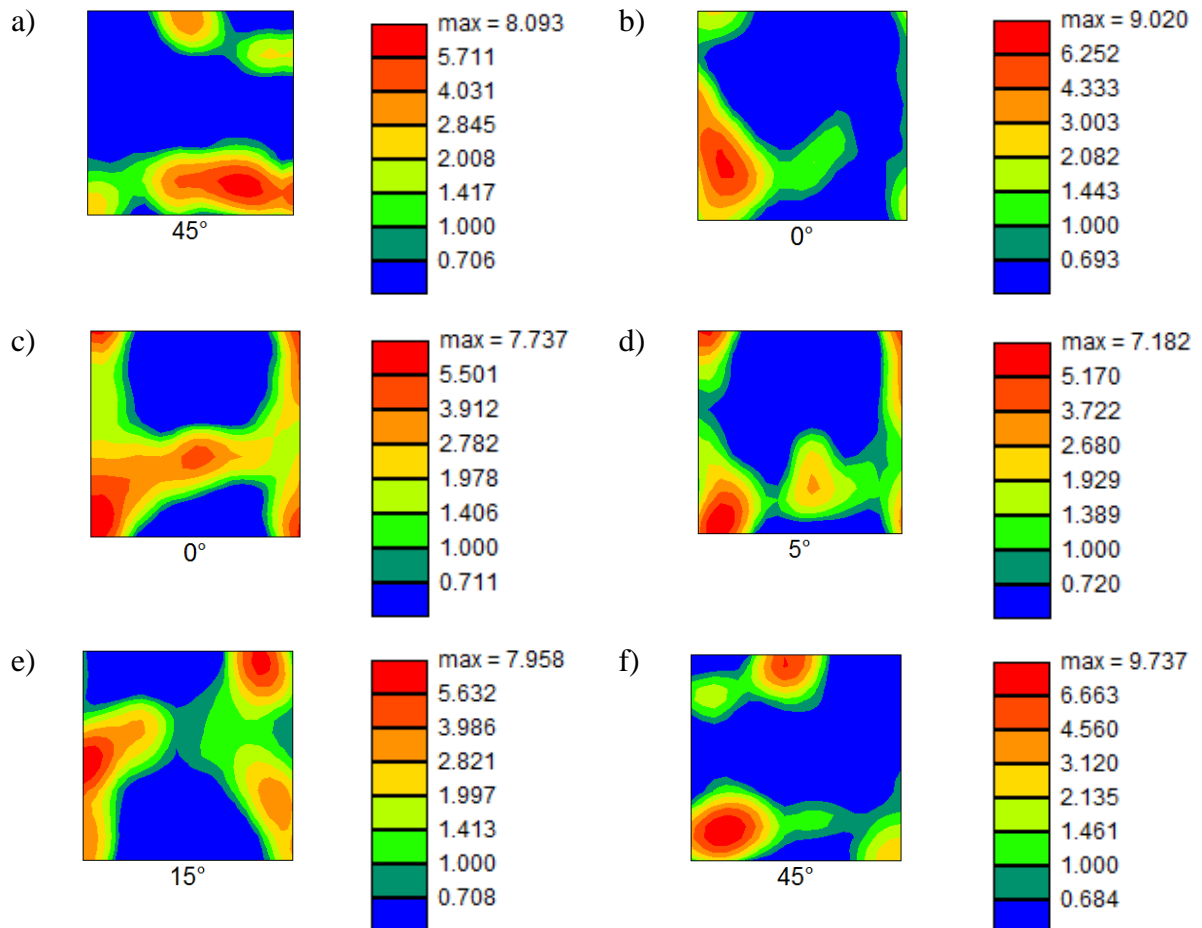
#### 5.4.3.2 Rota C

Os resultados do material deformado pela rota C e posteriormente recozidos estão igualmente apresentados na Tabela 22 e nas Figuras 61 e 62.

Tabela 22: Orientações e intensidades das componentes de textura identificadas na seção transversal das amostras da liga Al AA1070 deformada em ECAP via rota C.

Tempo de Recozimento (min)	Temperatura			
	200 °C		250 °C	
	Orientação	f(g)	Orientação	f(g)
5	(3 3 1) [3 $\bar{1}0$ 21]	8,1	(0 4 1) [23 $\bar{1}$ 4]	8,0

10	$(0\ 2\ 1) [12\ \bar{1}\ 2]$	9,0	$(11\ 1\ 2) [1\ \bar{23}\ 6]$	11,2
15	$(1\ 34\ 6) [22\ \bar{1}\ 2]$	7,7	$(20\ 3\ 14) [0\ \bar{14}\ 3]$	12,2
20	$(1\ 11\ 1) [28\ \bar{3}\ 5]$	7,2	$(0\ 29\ 7) [0\ \bar{7}\ 29]$	9,2
25	$(5\ 20\ 16) [4\ \bar{1}\ 0]$	8,0	$(27\ 7\ 2) [\bar{1}\ \bar{5}\ 31]$	7,8
30	$(3\ 3\ 1) [8\ \bar{9}\ 3]$	9,7	$(15\ 5\ 16) [3\ \bar{25}\ 5]$	10,7
45	$(17\ 4\ 15) [0\ \bar{15}\ 4]$	9,5	$(15\ 4\ 19) [3\ \bar{16}\ 1]$	11,8
60	$(2\ 7\ 6) [0\ \bar{6}\ 7]$	9,0	$(4\ 1\ 0) [1\ \bar{4}\ 27]$	8,4



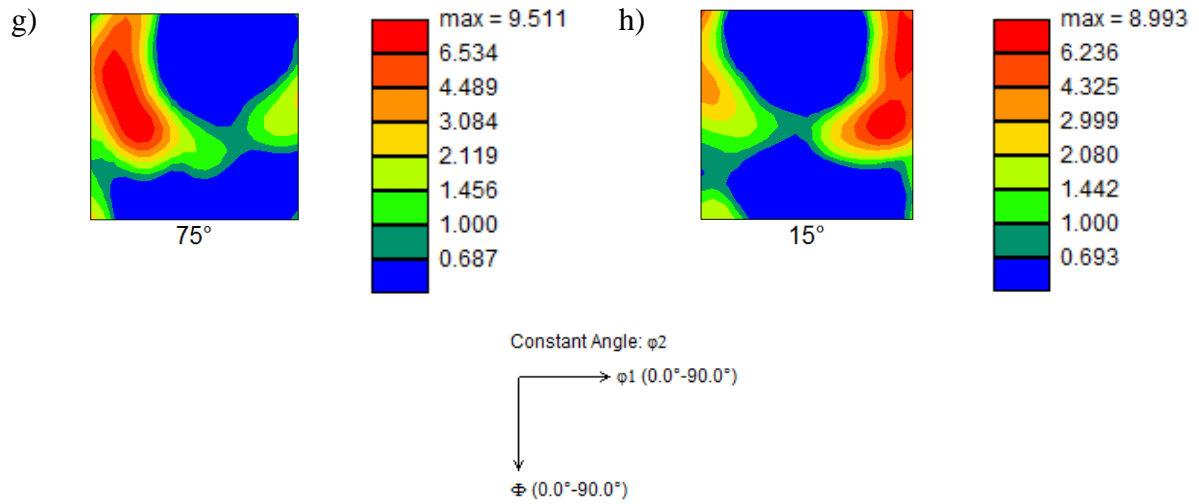
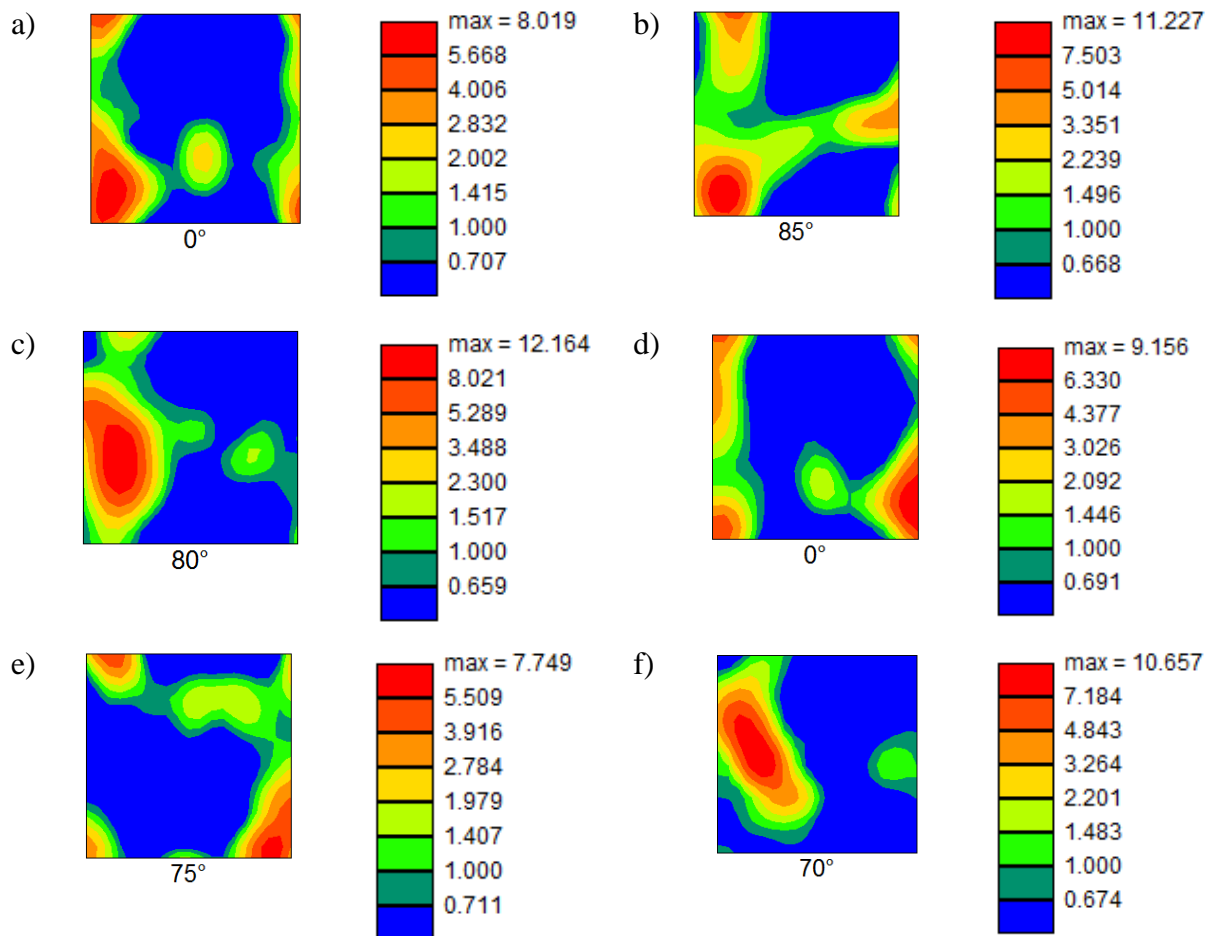


Figura 61: ODF da seção transversal (plano DT-DN) da liga Al AA1070 deformada via rota C após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 200 °C.



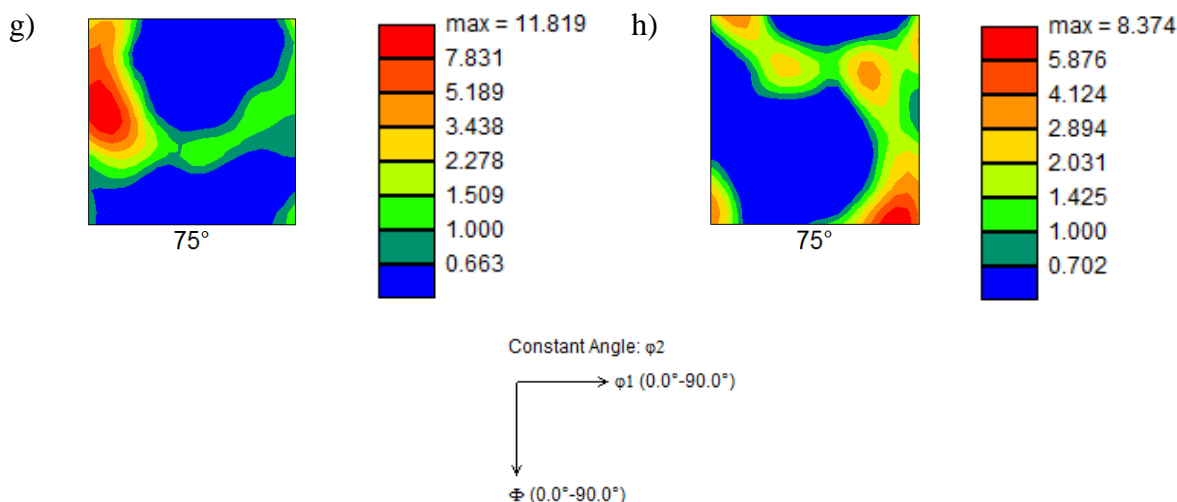


Figura 62: ODF da seção transversal (plano DT-DN) da liga Al AA1070 deformada via rota C após a) 5 min, b) 10 min, c) 15 min, d) 20 min, e) 25 min, f) 30 min, g) 45 min, h) 60 min de recozimento a 250 °C.

As ODF do material deformado via rota C também mostram um aumento na intensidade da textura global para ambas as temperaturas. Os valores caracterizam uma textura de média para forte.

Assim como no material deformado pela rota A, verificou-se a presença das texturas de laminação Cobre, S e Brass com intensidade fracas. No entanto, essas componentes não tinham sido observadas no material ao final dos cinco passes de deformação. A componente Cobre apresentou intensidade máxima de 3,7 durante o tratamento térmico de 10 min a 200 °C e 4,1 no tempo de 45 min a 250 °C. A componente S apresentou níveis ainda mais baixos alcançando intensidade máxima de 2,4 e 3,3 durante os tempo de 25 min e 15 min para os tratamentos a 200 °C e 250 °C, respectivamente. A componente Brass apresentou-se de maneira não significativa em ambas as temperaturas.

A componente Cubo e Goss tiveram comportamento diferente do apresentado na rota A. Nestas condições, a componente Cubo apresentou intensidade mais elevada do que a componente Goss. A componente Cubo alcançou uma intensidade de 6,3 durante o recozimento nos tempos de 25 min e 30 min a 200 °C e 5,1 no tratamento térmico a 250 °C durante 20 min. Estudos mostram que a nucleação da componente Cubo é associada a grãos antigos com essa mesma orientação que estavam presentes antes da deformação e se mantiveram após a deformação. Esses grão “antigos” com orientação Cubo apresentam-se metaestáveis após a deformação, e com o posterior recozimento atuam como sítios de nucleação para novos grãos, também com textura cubo [77]. Essa característica fornece

indícios de que na rota C, realmente, em determinadas regiões houve a atuação do mecanismo de recristalização estática contínua, enquanto em outras foi observada a ocorrência da recristalização estática descontínua. Quando ocorre a recristalização estática descontínua, a textura de deformação é substituída pela textura de recristalização, principalmente pela componente cubo. Em contrapartida, durante a recristalização estática contínua a textura de deformação apresenta pouca alteração devido às poucas alterações na microestrutura deformada em seu posterior recozimento.

As componentes Goss girado, P, Q, R e cubo girado também foram observadas nas seções das ODF podem com intensidades fracas. A evolução das intensidades das principais componentes de textura de recristalização em materiais CFC estão apresentadas nas Figuras 63 e 64.

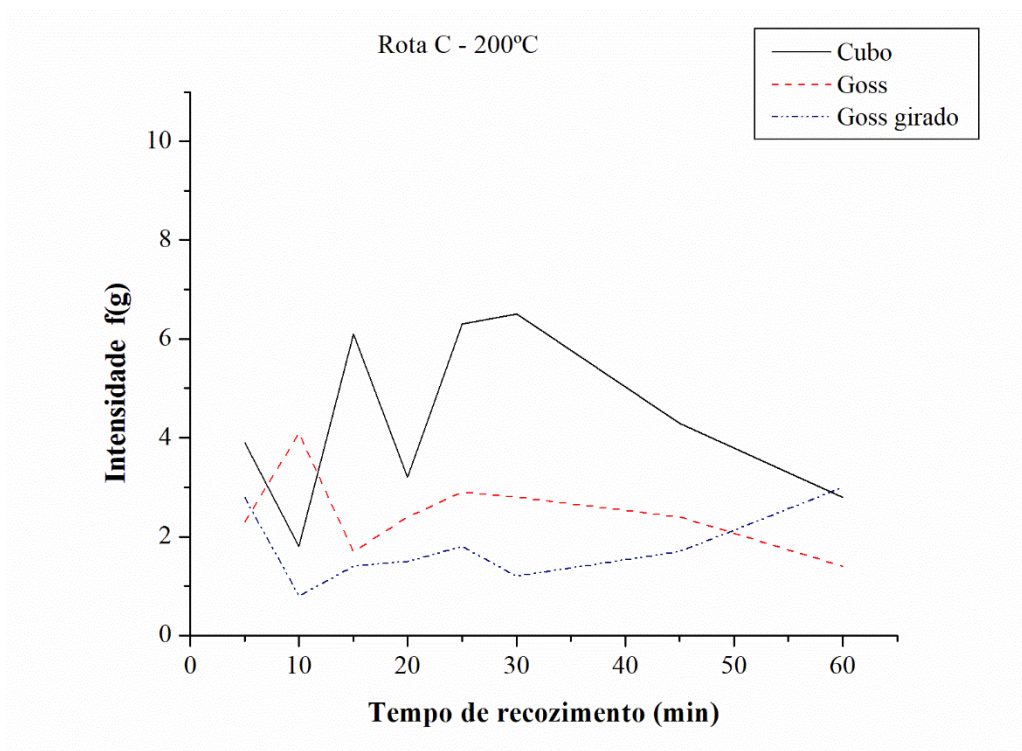


Figura 63: Evolução da intensidade das componentes de textura Cubo, Goss e Goss girado durante o tratamento térmico de recozimento a 200 °C da liga Al AA1070 deformada via rota C.

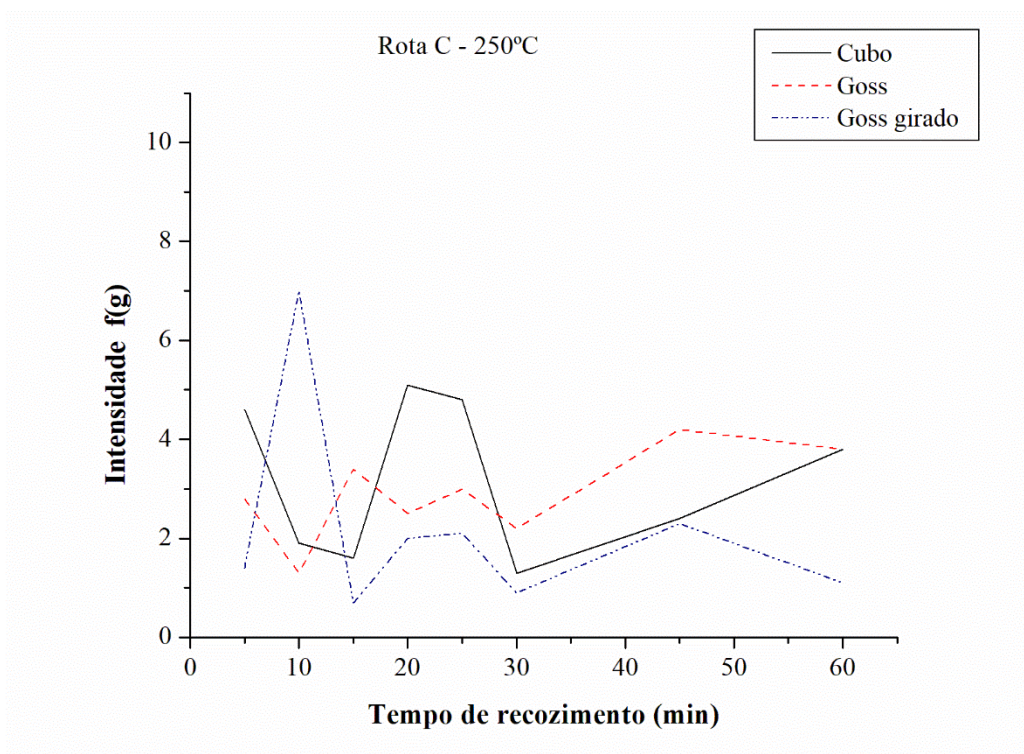


Figura 64: Evolução da intensidade das componentes de textura Cubo, Goss e Goss girado durante o tratamento térmico de recozimento a 250 °C da liga Al AA1070 deformada via rota C.

Foi observada a presença das componentes da fibra A em maiores intensidades, 2,4, ainda que não seja de caráter forte. As componentes B,  $\overline{B}$  e C se apresentam com intensidade bem fraca, f(g) 1,5. Essas componentes não foram observadas no material deformado em ECAP. As componentes A,  $\overline{A}$  e C são observadas ao longo de todo o tratamento em ambas as rotas ainda que com intensidades fracas. Mesmo em níveis de intensidade baixos, essas são as componentes com maiores intensidades na análise global. Esse comportamento está de acordo, uma vez que a intensidade global ao longo do estudo tem caráter fraco a médio, sendo os maiores valores observados no tratamento a 250 °C do material deformado via rota C. Diferentemente, Wronski *et al.* [61] reportaram a presença das componentes B,  $\overline{B}$  com forte intensidade na liga de alumínio AA1050 deformada via rota C em ECAP. Observaram ainda, que com o aumento do número de passes, ou seja, aumento da deformação acumulada, a textura não apresentou mudanças significativas e as componentes se mantiveram estáveis. Os autores identificaram que as fibras não estavam completas devido a ausência das componentes A e C. No entanto, após o tratamento térmico do material a 250 °C durante 60 minutos, em contrapartida com o presente estudo, as componentes A e C se apresentaram mais fortes e as fibras se tornaram mais homogêneas.



## CONCLUSÃO

A cinética de recristalização da liga de alumínio AA1070 prensada em canais equiangulares a frio via rotas A e C foi estudada por meio de seu comportamento ao longo do recozimento a 200 °C e 250 °C durante os intervalos de tempo de 5 a 60 min.

A microestrutura do material deformado em ECAP via rota A apresentou uma evolução tendendo ao equiaxial em maior extensão do que o material deformado pela rota C. Ao final do tratamento térmico à 200 °C o tamanho de grão foi de 1,91  $\mu\text{m}$  e 2,19  $\mu\text{m}$  para as rotas A e C respectivamente, enquanto a fração de contornos de alto ângulo representaram 0,80 e 0,51 do total. Para o tratamento térmico realizado à 250 °C os tamanhos finais de grãos para as rotas A e C foram, nesta ordem, 2,07  $\mu\text{m}$  e 2,33  $\mu\text{m}$ . A fração de contornos de alto ângulo foi de 0,78 e 0,51.

Foi observado que os mecanismos responsáveis pela evolução da microestrutura durante a deformação de ECAP foram recuperação dinâmica e recristalização dinâmica contínua que resultaram, em especial na rota A, um material com grãos finos e elevada fração de contornos de alto ângulo. Na rota C, esses mecanismos também atuaram durante a deformação e apesar de formar uma microestrutura refinada a evolução dos contornos de baixo ângulo em contornos de alto ângulo não ocorreu prontamente.

Durante o tratamento térmico, a rota A apresentou indícios da ocorrência de recuperação estática levando a uma microestrutura mais estável e também ao coalescimento contínuo dos grãos, ou recristalização estática contínua. Os grãos não apresentaram crescimento significativo, nem obteve-se uma recristalização completa da microestrutura devido às baixas temperaturas de tratamento que não forneceram energia suficiente para ativação dos mecanismos. O material deformado pela rota C, por sua vez, apresentou em determinadas regiões, principalmente, características do mecanismos de recuperação estática com elevada fração de subgrãos e também indícios da ocorrência de recristalização estática descontínua. Apresentou também, características que permitiram inferir a ocorrência de recristalização estática contínua em determinadas regiões. Em todas as situações os núcleos foram formados durante a DPS e a energia fornecida pelas baixas temperaturas não foi suficiente para o desenvolvimento dos mesmo.

Verificou-se que os modelos de JMAK e Caminho microestrutural não descrevem a cinética de recristalização da liga AA1070 nas condições estabelecidas no presente estudo. As constantes diferiram significativamente das esperadas segundo os modelos. Os resultados sugerem que esta divergência ocorre principalmente devido as hipóteses simplificadoras de

ambos os modelos, além deles considerarem a recristalização como um processo que ocorre em dois estágios, nucleação e crescimento, e os resultados mostraram que para o caso estudado a recristalização é contínua e descrita como um processo de apenas um estágio.

A fração de amolecimento do material foi baixa para o material tratado termicamente à 200 °C, aproximadamente, 0,16 para o material deformado via rota A, com uma dureza Vickers de 44,7 e 0,23 para o material deformado via rota C, alcançando uma dureza Vickers de 43,7. No tratamento à 250 °C, a fração e amolecimento foi de 0,36 para rota A e dureza Vickers de 40,1 e 0,37 para a rota C e dureza Vickers de 40,6. Para ambas as rotas a redução dos valores de dureza do material deformado em 5 passes e a condição após 60 min de tratamento térmico à 200 °C foi de 7-10% e 17%, à 250 °C.

A textura não apresentou evoluções significativas corroborando para a afirmação de que a recristalização contínua associada a recuperação foram os mecanismos responsáveis pela evolução da microestrutura durante a DPS e no tratamento térmico. As principais componentes de textura de recristalização, Cubo, Goss e Goss girado, não apresentaram um padrão de evolução e se mantiveram em intensidades fraca a aleatória. Na rota C a componente que apresentou maior intensidade foi a Cubo, 6,5, durante o tratamento térmico a 200°C. Na rota A, foi a componente Goss, 8,5, durante o tratamento térmico a 250 °C.

Desta forma, os resultados do presente trabalho permitiram concluir que os principais mecanismos de restauração atuantes durante a DPS e em seu posterior recozimento são a recuperação e recristalização contínua, que se caracteriza como um processo de coalescimento contínuo dos grãos.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] SAKAI, Taku et al. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. **Progress in materials science**, v. 60, p. 130-207, 2014.
- [2] AZUSHIMA, A. *et al.* Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. **CIRP Annals - Manufacturing Technology**, v. 57, n. 2, p. 716–735, 2008.
- [3] MENDES, R. S. **Caracterização microestrutural e da textura cristalográfica da liga Al AA1070 prensada em canais equiangulares a frio via rota A**. 2014. 103 p. (Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica) – EEIMVR, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ.
- [4] CASTRO, G.G.P. **Caracterização microestrutural e da textura cristalográfica da liga Al AA1070 deformado a frio via ECAP a partir da rota C**. 2014. 95 p. (Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica) – EEIMVR, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ
- [5] GHOLINIA, A.; PRANGNELL, P. B.; MARKUSHEV, M. V. Effect of strain path on the development of deformation structures in severely deformed aluminium alloys processed by ECAE. **Acta Materialia**, v. 48, n. 5, p. 1115–1130, 2000.
- [6] REZENDE, M. C. **Caracterização Microestrutural e da Textura Cristalográfica de uma liga de alumínio AA 1070 deformada via Prensagem em canais equiangulares**. 2011. 130 p. (Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica) – EEIMVR, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ.
- [7] CAO, W. Q. *et al.* Annealing behavior of aluminium deformed by equal channel angular pressing. **Materials Letters**, v. 57, n. 24–25, p. 3767–3774, 2003.
- [8] YU, C. Y. *et al.* Evolution of microstructure during annealing of a severely deformed aluminum. **Materials Science and Engineering A**, v. 366, n. 2, p. 310–317, 2004.
- [9] HUMPHREYS, F. J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures—I. The basic model. **Acta Materialia**, v. 45, n. 10, p. 4231-4240, 1997.
- [10] VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. **Progress in Materials Science**, v. 51, n. 7, p. 881–981, 2006.
- [11] SEGAL, V. M. Materials processing by simple shear. **Materials Science and Engineering: A**, v. 197, n. 2, p. 157–164, 1995.

- [12] LURI, R. *et al.* A New Configuration for Equal Channel Angular Extrusion Dies. **Journal of Manufacturing Science and Engineering**, v. 128, n. 4, p. 860, 2006.
- [13] FURUKAWA, M. *et al.* The use of severe plastic deformation for microstructural control. **Materials Science and Engineering A**, v. 324, n. 1–2, p. 82–89, 2002.
- [14] FURUKAWA, M. *et al.* The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering: A**, v. 257, n. 2, p. 328–332, 1998.
- [15] HOSEINI, M. *et al.* Texture contribution in grain refinement effectiveness of different routes during ECAP. **Materials Science and Engineering A**, v. 497, n. 1–2, p. 87–92, 2008.
- [16] HOSEINI, M. *et al.* The role of grain orientation in microstructure evolution of pure aluminum processed by equal channel angular pressing. **Materials Characterization**, v. 61, n. 12, p. 1371–1378, 2010.
- [17] FUKUDA, Y. *et al.* The application of equal-channel angular pressing to an aluminum single crystal. **Acta Materialia**, v. 52, n. 6, p. 1387–1395, 2004.
- [18] HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. Elsevier, 1995.
- [19] KAWASAKI, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Microstructural evolution in high purity aluminum processed by ECAP. **Materials Science and Engineering A**, v. 524, n. 1–2, p. 143–150, 2009.
- [20] IWAHASHI, Y. *et al.* An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing. **Acta Materialia**, v. 45, n. 11, p. 4733–4741, 1997.
- [21] HAUEGEN, C. G. **Caracterização Microestrutural da liga Al AA 1070 deformada via Prensagem em canais equiangulares a frio através das rotas B<sub>A</sub> e B<sub>C</sub>**. 2014. 110 p. (Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica) – EEIMVR, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ.
- [22] SARAVANAN, M. *et al.* Equal channel angular pressing of pure aluminum – an analysis. **Bull. Mater. Sci.**, v. 29, n. 7, p. 679–684, 2006.
- [23] XU, C. *et al.* The evolution of homogeneity and grain refinement during equal-channel angular pressing: A model for grain refinement in ECAP. **Materials Science and Engineering A**, v. 398, n. 1–2, p. 66–76, 2005.
- [24] PADILHA, A. F.; JUNIOR, F. S. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. ABM, 2005.

- [25] XU, C.; LANGDON, T. G. The development of hardness homogeneity in aluminum and an aluminum alloy processed by ECAP. **Journal of Materials Science**, v. 42, n. 5, p. 1542–1550, 2007.
- [26] LANGDON, T. G. The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, v. 462, n. 1–2, p. 3–11, 2007.
- [27] LINS, J. F. C. **Caracterização Microestrutural de Bandas de Cisalhamento Adiabáticas num Aço IF estabilizado ao Titânio**. 2005. 151 p. (Tese de Doutorado em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia Química de Lorena, Lorena, SP.
- [28] SANDIM, H. R. Z. Heterogeneidades de Deformação: Uma visão microscópica. In: A. Tschiptschin, A.F. Padilha, C.G. Schoen, F.J.G. Landgraf, H. Goldenstein, I.G.S. Falleiros, N.B. de Lima. (Org.). **Textura e relações de orientação: Deformação plástica, Recristalização, Crescimento de Grão**. 2a.ed .São Paulo - SP: Editora da Universidade de São Paulo, 2003, v. 01, p. 20-31.
- [29] BELYAKOV, Andrey et al. Microstructure evolution in ferritic stainless steels during large strain deformation. **Materials transactions**, v. 45, n. 9, p. 2812-2821, 2004.
- [30] ZHAO, F. X. *et al.* Effect of annealing treatment on the microstructure and mechanical properties of ultrafine-grained aluminum. **Materials & Design**, v. 53, p. 262–268, 2014.
- [31] CAHN, R. W.; HAASEN, P. **Physical metallurgy: fourth**, revised and enhanced edition. Elsevier Science BV. 1996.
- [32] JONAS, J. J.; MC QUEEN, H. J. . Recovery and recrystallization during high temperature deformation. In: **Metals and alloys working**. 1976.
- [33] STÜWE, H. P.; PADILHA, A. F.; SICILIANO, J. Competition between recovery and recrystallization. **Materials Science and Engineering A**, v. 333, n. 1–2, p. 361–367, 2002.
- [34] ABAL. *Guia técnico do Alumínio: Características físico-químicas*. São Paulo. Associação Brasileira do Alumínio (ABAL), p. 183, 2006.
- [35] DOHERTY, R. D. *et al.* Current issues in recrystallization: A review. **Materials Today**, v. 1, n. 2, p. 14–15, 1998.
- [36] OLIVEIRA, V. T. de *et al.* Desenvolvimento de um código em 3D para simular a recristalização pelo método do autômato celular. **Tecnologia em Metalurgia e Materiais**, v. 2, n. 4, p. 24-39, 2006.

- [37] SILVA FILHO, M. C. da *et al.* Estudo da cinética de recristalização de um aço microligado processado via ARB. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, v. 6, n. 2, p. 113, 2009.
- [38] VANDERMEER, R. A.; GORDON, P. The influence of recovery on recrystallization in aluminum. **Illinois Institute of Technology Chicago**, 1962.
- [39] DEHOFF, R. T. *et al.* Annealing processes: recovery, recrystallization and grain growth. In: **Proceedings of the 7th Conference of Risø National Laboratory**. 1986. p. 35-52.
- [40] VANDERMEER, R. A.; RATH, B. B. Modeling recrystallization kinetics in a deformed iron single crystal. **Metallurgical Transactions A**, v. 20, n. 3, p. 391–401, 1989.
- [41] GOKHALE, A. M.; DEHOFF, R. T. Estimation of nucleation rate and growth rate from time dependence of global microstructural properties during phase transformations. **Metallurgical Transactions A**, v. 16, n. 4, p. 559–564, 1985.
- [42] VANDERMEER, R. A. Microstructural descriptors and the effects of nuclei clustering on recrystallization path kinetics. **Acta Materialia**, v. 53, n. 5, p. 1449-1457, 2005.
- [43] ALVES, P. H. O. M. **Caracterização Microestrutural e da Textura Cristalográfica de um Aço IF estabilizado ao Titânio deformado a frio via ECAP a partir das rotas BA e BC**. 2011. 103 p. (Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica) – EEIMVR, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, RJ.
- [44] ENGLER, O.; RANDLE, V. **Introduction to texture analysis**. [s.l.] CRC press, 2010.
- [45] ENGLER, O.; LÜCKE, K. Mechanisms of recrystallization texture formation in aluminium alloys. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 27, n. 11, p. 1527–1532, dez. 1992
- [46] LI, S., BEYERLEIN, I.J., BOURKE, M.A.M. Texture formation during equal channel angular extrusion of fcc and bcc materials: Comparison with simple shear, **Materials Science and Engineering: A**, v.394, 66–77, 2005.
- [47] FERRASSE, S. *et al.* Texture evolution during equal channel angular extrusion: Part I. Effect of route, number of passes and initial texture. **Materials Science and Engineering: A**, v. 368, n. 1, p. 28-40, 2004.

- [48] LI, S. *et al.* Texture evolution during equal channel angular extrusion: Effect of initial texture from experiment and simulation. **Scripta Materialia**, v. 52, n. 11, p. 1099-1104, 2005.
- [49] RUSS, J. C.; DEHOFF, R. T. **Practical stereology**. Springer Science & Business Media, 2012.
- [50] OLIVEIRA, J.C.P.T., **Evolução da Microestrutura e da Textura Durante a Laminação a Frio e a Recristalização de Alumínio de Diferentes Níveis de Pureza**, Tese de Doutorado, USP, 2009.
- [51] HUGHES, D. A.; HANSEN, N. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. **Acta Materialia**, v. 45, n. 9, p. 3871–3886, 1997.
- [52] MISHIN, O. V.; BOWEN, J. R.; LATHABAI, S. Quantification of microstructure refinement in aluminium deformed by equal channel angular extrusion: Route A vs. route Bc in a 90 die. **Scripta materialia**, v. 63, n. 1, p. 20-23, 2010.
- [53] KIM, K.J., YANG, D.Y., YOON, J.W.; Microstructural evolution and its effect on mechanical properties of commercially pure aluminum deformed by ECAE (Equal Channel Angular Extrusion) via routes A and C. **Materials Science and Engineering: A**, v. 527, 7927-7930, 2010.
- [54] SUWAS, S. *et al.* Evolution of texture during equal channel angular extrusion of commercially pure aluminum: Experiments and simulations. **Materials Science and Engineering: A**, v. 520, n. 1, 134-146, 2009.
- [55] AKBARI MOUSAVI, S. A. A.; BAHADORI, S. R. The effects of post annealing on the mechanical properties, microstructure and texture evolutions of pure copper deformed by twist extrusion process. **Materials Science and Engineering A**, v. 528, n. 3, p. 1242–1246, 2011.
- [56] MORRIS, D. G.; MUNOZ-MORRIS, M. A. Microstructure of severely deformed Al–3Mg and its evolution during annealing. **Acta materialia**, v. 50, n. 16, p. 4047-4060, 2002.
- [57] WINNING, M.; SCHÄFER, C. Influencing recrystallization behaviour by mechanical loads. **Materials Science and Engineering: A**, v. 419, n. 1-2, p. 18-24, 2006.
- [58] ALVI, M. H. *et al.* Cube texture in hot-rolled aluminum alloy 1050 (AA1050)—nucleation and growth behavior. **Acta materialia**, v. 56, n. 13, p. 3098-3108, 2008.

- [59] ALVI, M. H. *et al.* Recrystallization and texture development in hot rolled 1050 aluminum. **In: Materials Science Forum. Trans Tech Publications**, 2004. p. 357-362.
- [60] STARINK, M. J. *et al.* Predicting grain refinement by cold severe plastic deformation in alloys using volume averaged dislocation generation. **Acta Materialia**, v. 57, n. 19, p. 5796-5811, 2009.
- [61] WRONSKI, S. *et al.* Microstructure heterogeneity after the ECAP process and its influence on recrystallization in aluminium. **Materials Characterization**, v. 78, p. 60-68, 2013.
- [62] VERLINDEN, B. *et al.* **Thermo-mechanical processing of metallic materials.** Elsevier, 2007.
- [63] HUANG, X.; HANSEN, N.; TSUJI, N. Hardening by Annealing and Softening by Deformation in Nanostructured Metals. **Science (New York, N.Y.)**, v. 312, n. 5771, p. 249–251, 2006.
- [64] ZI, A. *et al.* Recovery and recrystallization behavior of aluminum processed by extrusion-preceded equal channel angular pressing. **International Journal of Materials Research**, v. 100, n. 6, p. 867–870, 2009.
- [65] ZI, A.; STULIKOVA, I.; SMOLA, B. Response of aluminum processed by extrusion preceded ECAP to isochronal annealing. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, n. 6, p. 1469–1472, 2010
- [66] LÜ, Y.; MOLODOV, D. A.; GOTTSTEIN, G. Recrystallization kinetics and microstructure evolution during annealing of a cold-rolled Fe–Mn–C alloy. **Acta Materialia**, v. 59, n. 8, p. 3229-3243, 2011.
- [67] VANDERMEER, R. A.; JENSEN, D. J. Microstructural path and temperature dependence of recrystallization in commercial aluminum. **Acta Materialia**, v. 49, n. 11, p. 2083-2094, 2001.
- [68] OYARZÁBAL, M.; MARTÍNEZ-DE-GUERENU, A.; GUTIÉRREZ, I. Effect of stored energy and recovery on the overall recrystallization kinetics of a cold rolled low carbon steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 485, n. 1, p. 200-209, 2008.
- [69] SAITO *et al.*; Novel ultra-high straining process for bulk materials-development of the accumulative roll-bonding (ARB) process; **Acta Materialia**, v.47, p. 579-583, 1999.



- [70] BELYAKOV, A. *et al.* Grain refinement in copper under large strain deformation. **Philosophical Magazine A**, v. 81, n. 11, p. 2629-2643, 2001.
- [71] YE, W.; LE GALL, R.; SAINDRANAN, G. A study of the recrystallization of an IF steel by kinetics models. **Materials Science and Engineering: A**, v. 332, n. 1, p. 41-46, 2002.
- [72] SUWAS, S. *et al.* Evolution of texture during equal channel angular extrusion of commercially pure aluminum: Experiments and simulations. **Materials Science and Engineering: A**, v. 520, n. 1, 134-146, 2009.
- [73] HAN, J.H., OH, K.H., LEE, J.C. Effect of initial texture on texture evolution in 1050 Al alloys under simple shear. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v.34, 1675–1681, 2003.
- [74] DOHERTY, R.D., SAMAJDAR, I., KUNZE, K. Orientation imaging microscopy: Application to the study of cube recrystallization texture in aluminum, **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 27, 1459–1464, 1992.
- [75] LI, S., BEYERLIN, I.J., ALEXANDER, D.J., VOGEL, S.C. Texture evolution during equal channel angular extrusion: Effect of initial texture from experiment and simulation, **Scripta Materialia**, 52 (2005) 1099–1104.
- [76] VATNE, H. E. *et al.* Modelling recrystallization after hot deformation of aluminium. **Acta materialia**, v. 44, n. 11, p. 4463-4473, 1996.
- [77] BEYERLEIN, I.J., TÓTH, L.S., Texture evolution in equal-channel angular extrusion. **Progress in Material Science**, v. 54, 427-510, 2009.