

UNIVERSIDADE FEDERAL FLUMINENSE  
PÓLO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA  
ESCOLA DE ENGENHARIA INDUSTRIAL METALÚRGICA DE VOLTA REDONDA  
PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA METALÚRGICA

TESE

ESTUDO DA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E DA  
CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO DE UM AÇO LIVRE  
DE INTERSTICIAIS ESTABILIZADO AO TITÂNIO  
DEFORMADO A FRIO VIA PENSAGEM EM CANAIS  
EQUIANGULARES PELA ROTA  $B_A$  E  
POSTERIOREMENTE RECOZIDO.

ALUNO: GABRIEL GONÇALVES PESSOA DE CASTRO

ORIENTADOR: PROF. Dr. JEFFERSON FABRÍCIO CARDOSO LINS

UNIVERSIDADE  
FEDERAL  
FLUMINENSE

GABRIEL GONÇALVES PESSOA DE CASTRO

ESTUDO DA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E DA CINÉTICA DE  
RECRISTALIZAÇÃO DE UM AÇO LIVRE DE INTERSTICIAIS ESTABILIZADO  
AO TITÂNIO DEFORMADO A FRIO VIA PRENSAGEM EM CANAIS  
EQUIANGULARES PELA ROTA  $B_A$  E POSTERIORMENTE RECOZIDO.

Tese apresentada ao curso de Pós-  
Graduação em Engenharia Metalúrgica  
da Universidade Federal Fluminense  
como requisito para obtenção do Grau de  
Doutor em Engenharia Metalúrgica.

Área de concentração: Processamento e  
Caracterização de Materiais

VOLTA REDONDA

2019

GABRIEL GONÇALVES PESSOA DE CASTRO

ESTUDO DA EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E DA CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO DE UM AÇO LIVRE DE INTERSTICIAIS ESTABILIZADO AO TITÂNIO DEFORMADO A FRIO VIA PRENSAGEM EM CANAIS EQUIANGULARES PELA ROTA  $B_A$  E POSTERIORMENTE RECOZIDO.

Tese apresentada ao curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense como requisito para obtenção do Grau de Doutor em Engenharia Metalúrgica.

**BANCA EXAMINADORA**



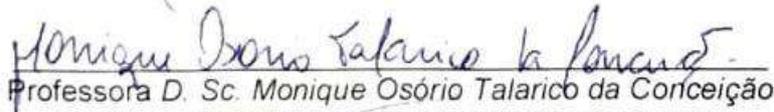
Professor D. Sc. Jefferson Fabrício Cardoso Lins – Orientador  
EEIMVR/UFF – Universidade Federal Fluminense



Professor D. Sc. Rodrigo Pinto Siqueira  
EEIMVR/UFF – Universidade Federal Fluminense



Professor D. Sc. Alexandre Furtado Ferreira  
EEIMVR/UFF – Universidade Federal Fluminense



Professora D. Sc. Monique Osório Talarico da Conceição  
UERJ – Universidade do Estado do Rio de Janeiro



Professor D. Sc. Alexandre Fernandes Habibe  
UERJ – Universidade do Estado do Rio de Janeiro

VOLTA REDONDA

2019

Esta Tese é dedicada a minha amada família.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por nunca me desamparar e sempre colocar boas pessoas ao meu lado. Agradeço a minha esposa Camila Gabriele Ferreira de Castro, ao meu pai Cristino Dominguito de Castro e a minha mãe Edna Gonçalves Pessoa de Castro, pelo amor, paciência e todo apoio. Agradeço também ao Professor Dr. Jefferson Fabrício Cardoso Lins pelo apoio e orientação deste projeto. A Professora Dr<sup>a</sup>. Fabiane Roberta Freitas da Silva por todas as horas de auxílio nas análises de MEV e EBSD. Agradecimentos também a CAPES, CNPq e FAPERJ pelo apoio financeiro.

## SUMÁRIO

|  |           |
|--|-----------|
| <b>RESUMO</b> .....  | <b>17</b> |
| <b>ABSTRACT</b> .....  | <b>19</b> |
| <b>1. INTRODUÇÃO</b> .....   | <b>21</b> |
| <b>2. REVISÃO DA LITERATURA</b> .....  | <b>24</b> |
| 2.1 AÇO IF - “INTERSTITIAL FREE STEEL” .....   | 24        |
| 2.2 PRENSAGEM POR CANAIS EQUIANGULARES – ECAP .....  | 25        |
| 2.2.1 Rotas de processamento do processo ECAP .....  | 28        |
| 2.2.2 Influência dos ângulos entre os canais .....   | 31        |
| 2.2.3 Refino microestrutural e melhoria das propriedades mecânicas promovidos por processamento ECAP ..... | 32        |
| 2.3 ESTADO DEFORMADO .....   | 34        |
| 2.3.1 Bandas de Deformação .....   | 34        |
| 2.3.2 Bandas de Transição .....  | 35        |
| 2.3.3 Bandas de Cisalhamento.....  | 36        |
| 2.4 FENOMENOS DE RESTAURAÇÃO .....   | 37        |
| 2.4.1 Recuperação .....  | 38        |
| 2.4.2 Recristalização .....  | 40        |
| 2.5 CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO .....  | 43        |
| 2.5.1 Teoria fenomenológica de Johnson e Mehl, Avrami e Kolmogorov – JMAK .....                            | 44        |
| 2.5.2 Caminho Microestrutural.....   | 46        |
| 2.6 TEXTURA CRISTALOGRÁFICA.....   | 48        |
| 2.6.1 Representação da textura cristalográfica .....   | 49        |
| 2.6.2 Textura de Deformação .....  | 51        |
| 2.6.3 Textura de recristalização.....  | 53        |
| <b>3. MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....  | <b>54</b> |

|           |  |            |
|-----------|--|------------|
| 3.1       | MATERIAL .....   | 54         |
| 3.2       | MÉTODOS .....  | 54         |
| 3.2.1     | Processo ECAP .....  | 54         |
| 3.2.2     | Recozimento .....  | 55         |
| 3.2.3     | Preparação Metalográfica .....   | 56         |
| 3.2.4     | Microscopia Óptica .....   | 57         |
| 3.2.5     | Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV .....  | 57         |
| 3.2.6     | Difração de Elétrons Retroespalhados – EBSD .....  | 57         |
| 3.2.7     | Metalografia Quantitativa .....  | 58         |
| 3.2.8     | Dureza de Vickers .....  | 60         |
| <b>4.</b> | <b>RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>  | <b>61</b>  |
| 4.1       | CURVA FORÇA VERSUS DESLOCAMENTO DO PUNÇÃO .....  | 61         |
| 4.2       | CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E DA TEXTURA<br>CRISTALOGRÁFICA – PROCESSO ECAP ROTA B <sub>A</sub> ..... | 64         |
| 4.2.1     | Material de Partida – MP .....   | 64         |
| 4.2.2     | Caracterização do primeiro passe de deformação ECAP .....  | 66         |
| 4.2.3     | Caracterização do segundo passe de deformação ECAP .....   | 72         |
| 4.2.4     | Caracterização do terceiro passe de deformação ECAP .....  | 78         |
| 4.3       | CARACTERIZAÇÃO APÓS O RECOZIMENTO ISOTÉRMICO .....   | 87         |
| 4.4       | CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO .....  | 101        |
| 4.4.1     | Modelo JMAK .....  | 101        |
| 4.4.1     | Caminho Microestrutural .....  | 105        |
| <b>5.</b> | <b>CONCLUSÃO .....</b>   | <b>109</b> |
| <b>6.</b> | <b>REFERÊNCIA BIBLIOGRAFICA .....</b>  | <b>111</b> |

## LISTA DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| Figura 1: <i>Representação de prensagem por canal equiangular – ECAP.</i> [20]..   | 26 |
| Figura 2: <i>Matriz ECAP e planos de orientação. Adaptado de [23].</i> .....   | 27 |
| Figura 3: <i>Esquema ilustrativo da evolução microestrutural durante o 1º passe do processo ECAP. Adaptado de [6].</i> .....   | 28 |
| Figura 4: <i>Rotas do processo ECAP. a) rota A; b) rota BA; c) rota BC; d) rota C [26].</i> .....  | 29 |
| Figura 5: <i>Planos de cisalhamento associados a cada rota de processamento ECAP. Adaptado de [25].</i> .....  | 30 |
| Figura 6: <i>Desenho esquemático de uma microestrutura gerada pela deformação plástica de a) moderada e b) grande intensidade. Adaptado de [31].</i> .....   | 32 |
| Figura 7: <i>Bandas de deformação em um monocristal de ferro. Adaptado de [40].</i> .....  | 35 |
| Figura 8: <i>Bandas de transição em uma liga Al-Cu após compressão uniaxial a temperatura ambiente [40].</i> .....   | 36 |
| Figura 9: <i>Etapas da recuperação de um metal deformado plasticamente [46].</i>   | 39 |
| Figura 10: <i>Mecanismo de nucleação por formação de colares sucessivos [47].</i> .....  | 42 |
| Figura 11: <i>Cinética de recristalização durante o recozimento. Adaptado de [32].</i> .....   | 43 |
| Figura 12: <i>Plote de Avrami para o aço CSN 2710 com redução a frio de 90% recozido nas temperaturas indicadas [51].</i> .....  | 45 |
| Figura 13: <i>(a) Representação da projeção esferográfica de uma figura de pólo família {100} de um cristal cúbico; (b) Figura de pólo da projeção. [57]</i> .....   | 49 |
| Figura 14: <i>Esquema ilustrativo mostrando a) Espaço tridimensional de Euler e b) as secções tiradas deste espaço conhecida como notação de Bunge. Adaptado de [58].</i> .....                              | 50 |
| Figura 15: <i>Figuras de pólo (110) mostrando as texturas experimentais no aço IF no decorrer de 4 passes de deformação. (a) Rota A (a) Rota B<sub>A</sub> (a) Rota B<sub>C</sub> (a) Rota C. [64]</i> ..... | 52 |
| Figura 16: <i>Metodologia de DeHoff grade de sobreposição de 192 pontos.</i> .....   | 58 |

|   |    |
|---|----|
| Figura 17: Metodologia de DeHoff grade de sobreposição 5 x 5.....   | 59 |
| Figura 18: <i>Gráfico experimental de força versus deslocamento do punção para o primeiro passe de deformação do aço IF processado via ECAP a partir das rotas B<sub>A</sub>.</i> .....   | 62 |
| Figura 19: Simulação computacional da força de compressão em função das condições de atrito da matriz ECAP $\Phi = 90^\circ$ , adaptado de [66].....  | 63 |
| Figura 20: <i>Micrografia do material de partida da secção transversal (plano DT-DP). MEV – imagem no modo elétrons retroespalhados, 15 kV.</i> .....   | 65 |
| Figura 21: Microscopia por imagem de orientação (MIO) da seção transversal da chapa de aço IF: (a) Mapa de orientação, (b) Função de Distribuição de Orientação global da seção transversal material de partida (DL – Direção de laminação).....  | 66 |
| Figura 22: <i>Micrografia após o primeiro passe da secção transversal (plano DT-DN). Microscópio Óptico com ampliação de 100X.</i> .....  | 67 |
| Figura 23: <i>Micrografia após o primeiro passe, secção transversal, apresentando bandas de deformação (plano DT-DN). MEV – imagem no modo elétrons retroespalhados, 15 kV.</i> .....   | 67 |
| Figura 24: <i>Micrografia após o primeiro passe da secção transversal, apresentando bandas de deformação (plano DT-DN). Microscópio Óptico com ampliação de 1000X.</i> .....  | 68 |
| Figura 25: Mapa de orientação da secção transversal após o 1º passe de deformação. (a) Mapa de orientação com contornos de grão de alto ângulo; (b) Mapa de orientação com contornos de grão de baixo ângulo; (c) Mapa de qualidade com contornos de grão de baixo e alto ângulo. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. .... | 69 |
| Figura 26: <i>Mapa de dureza do material após o primeiro passe do processo ECAP da Secção transversal (plano DT-DN).</i> .....  | 70 |
| Figura 27: Função de Distribuição de Orientação da seção transversal após o 1º Passe de deformação ECAP via rota B <sub>A</sub> .....   | 71 |
| Figura 28: <i>Micrografia após o primeiro passe da secção transversal (plano TD-ND). Microscópio Óptico com ampliação de 100X.</i> .....  | 73 |
| Figura 29: <i>Micrografia do material de partida, secção transversal (plano DT-DN). MEV – imagem no modo elétrons retroespalhados, 15 kV [56].</i> .....  | 74 |

|   |    |
|---|----|
| Figura 30: Mapa de orientação da secção transversal após o 2º passe de deformação. (a) Mapa de orientação com contornos de grão de alto ângulo; (b) Mapa de orientação com contornos de grão de baixo ângulo; (c) Mapa de qualidade com contornos de grão de baixo e alto ângulo. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. .... | 76 |
| Figura 31: <i>Mapa de dureza do material após o segundo passe do processo ECAP rota B<sub>A</sub> da Secção transversal (plano DT-DN)</i> .....   | 77 |
| Figura 32: (a) Função de distribuição de orientação ( $\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$ ) da secção longitudinal após o segundo passe de deformação. (b) Figura de pólo do material.....   | 78 |
| Figura 33: <i>Micrografia após o terceiro passe da rota B<sub>A</sub> da secção transversal (plano TD-ND). Microscópio Óptico com ampliação de 200X</i> . ....  | 79 |
| Figura 34: (a) e (b) <i>Micrografia após o terceiro passe da rota B<sub>A</sub> da secção transversal (plano DT-DP). MEV – imagem no modo elétrons retroespalhados, 15 kV</i> .....   | 80 |
| Figura 35: Mapa de orientação da secção transversal após o 3º passe de deformação. (a) Mapa de orientação com contornos de grão de alto ângulo; (b) Mapa de orientação com contornos de grão de baixo ângulo; (c) Mapa de qualidade com contornos de grão de baixo e alto ângulo. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. .... | 82 |
| Figura 36: Gráfico de evolução da fração de contornos de baixo ângulo no decorrer dos 3 passes da rota B <sub>A</sub> .....   | 83 |
| Figura 37: <i>Mapa de dureza da Secção transversal do aço IF após processamento ECAP pela rota B<sub>A</sub>. (a) Primeiro Passe; (b) Segundo Passe; (c) Terceiro Passe. (plano DT-DN)</i> .....  | 84 |
| Figura 38: Gráfico de evolução da dureza no decorrer dos 3 passes da rota B <sub>A</sub> . ....   | 85 |
| <b>Figura 39:</b> Comparação entre as microestruturas da seção transversal (Plano DT-DN) após os três passes da rota B <sub>A</sub> (Microscopia Óptica com ampliação de 100X).....   | 86 |
| Figura 40: Função de distribuição de orientação - ODF ( $\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_2=45^\circ$ ) da secção transversal após o terceiro passe de deformação.....   | 87 |
| Figura 41: Mapa de orientação do material deformado por ECAP rota B <sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante (a) 15 minutos e (b) 30 minutos.   |    |

|  |    |
|--|----|
| MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. ....  | 89 |
| Figura 42: Gráfico de distribuição: Tamanho de grão X Fração de área. (a) Material deformado por ECAP rota B <sub>A</sub> até o terceiro passe; (b) Material deformado por ECAP rota B <sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 15 minutos; (c) Material deformado por ECAP rota B <sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 30 minutos. ....   | 90 |
| Figura 43: Mapa Kernel da diferença média de orientação. (a) Material deformado por ECAP rota B <sub>A</sub> até o terceiro passe; (b) Material deformado por ECAP rota B <sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 15 minutos; (c) Material deformado por ECAP rota B <sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 30 minutos. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. .... | 91 |
| Figura 44: Função de distribuição de orientação - ODF ( $\varphi_2 = 0^\circ$ , $\varphi_2=45^\circ$ e $\varphi_2=70^\circ$ ) da secção transversal. (a) Material deformado por ECAP rota B <sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 15 minutos; (b) Material deformado por ECAP rota B <sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 30 minutos. MEV-EBSD, 20 kV. ....   | 92 |
| Figura 45: Material deformado por ECAP rota B <sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 60 minutos. (a) Mapa de Orientação; (b) Mapa Kernel da diferença média de orientação; (c) Gráfico de distribuição: Tamanho de grão X Fração de área. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. ....  | 94 |
| Figura 46: Material deformado por ECAP rota B <sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 120 minutos. (a) Mapa de Orientação; (b) Mapa Kernel da diferença média de orientação; (c) Gráfico de distribuição: Tamanho de grão X Fração de área. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. ....   | 95 |
| Figura 47: Material deformado por ECAP rota B <sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 180 minutos. (a) Mapa de Orientação; (b) Mapa Kernel da diferença média de orientação; (c) Gráfico de distribuição: Tamanho de grão X Fração de área. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente. ....   | 96 |

|  |     |
|--|-----|
| Figura 48: Material deformado por ECAP rota $B_A$ até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 240 minutos. (a) Mapa de Orientação; (b) Mapa Kernel da diferença média de orientação; (c) Gráfico de distribuição: Tamanho de grão X Fração de área. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente..... | 97  |
| Figura 49: Material deformado por ECAP rota $B_A$ até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 360 minutos. (a) Mapa de Orientação; (b) Mapa Kernel da diferença média de orientação; (c) Gráfico de distribuição: Tamanho de grão X Fração de área. MEV-EBSD, 20 kV. DT .....  | 98  |
| Figura 50: Evolução da diferença média de orientação de Kernel para as amostras recozidas a 600 °C após deformação via ECAP rota $B_A$ em três passes.....   | 99  |
| Figura 51: Evolução do tamanho médio de grãos para as amostras recozidas a 600 °C após deformação via ECAP rota $B_A$ em três passes.....  | 100 |
| Figura 52: Evolução da fração de contornos de baixo ângulo para as amostras recozidas a 600 °C após deformação via ECAP rota $B_A$ em três passes. ....  | 100 |
| Figura 53: Perfil de amolecimento medido para as amostras recozidas a 600 °C após deformação via ECAP rota $B_A$ em três passes. ....  | 101 |
| Figura 54: Curva de Avrami com os dados experimentais ajustados por linearização para o aço IF recozido a 600°C.....   | 102 |
| Figura 55: Cinética de recristalização do aço IF recozido a 600°C, construída com a equação de JMAK e os dados experimentais da fração volumétrica recristalizada – $V_v$ .....  | 104 |
| Figura 56: Área superficial por unidade de volume versus tempo de recozimento e curva ajustada com a curva ajustada a Equação 6 para o aço IF recozido a 600°C.....  | 105 |
| Figura 57: Caminho microestrutural. Área superficial por unidade de volume ( $S_v$ ) em função da fração volumétrica recristalizada ( $V_v$ ) com a curva ajustada a Equação 7 para o aço IF recozido a 600°C.....   | 106 |

## LISTA DE TABELAS

|  |     |
|--|-----|
| Tabela 1: <i>Características do cisalhamento associadas às quatro rotas de processamento. Adaptado de [25].</i> .....  | 24  |
| Tabela 2: <i>Variação do expoente de Avrami (n), em função da dimensão do sistema analisado e do tipo de nucleação [50].</i> .....   | 45  |
| Tabela 3: Orientações ideais para materiais cúbicos de corpo centrado (CCC) deformados por ECAP e suas posições relativas nas FDOs [63].   | 52  |
| Tabela 4: Composição química do aço IF estabilizado ao titânio (% em peso).<br>.....   | 54  |
| Tabela 5: Relação entre a força máxima e o passe de deformação ECAP. ....  | 64  |
| Tabela 6: <i>Evolução da microtextura do material deformado via ECAP.</i> .....  | 87  |
| Tabela 7: Parâmetros ajustados do aço IF. “K” e “n” são constantes da equação do modelo JMAK e R <sup>2</sup> é o coeficiente de correlação da linearização. ....  | 102 |
| Tabela 8: Parâmetros ajustados na Figura 54 para descrever evolução de superfícies por unidade de volume, B e m são constantes da Equação 6, R <sup>2</sup> coeficiente de correlação. ....  | 106 |
| Tabela 9: Parâmetros ajustados para descrever evolução de superfícies por unidade de volume em função da fração recristalizada a 600°C, q e C são constantes da equação de caminho microestrutural, e R <sup>2</sup> o coeficiente de correlação de ajuste. .... | 107 |

## LISTA DE ABREVIATURAS

DN – Direção normal à direção de prensagem

DP – Direção de Prensagem

DPS – Deformação Plástica Severa

DT – Direção transversal à direção de prensagem

EBSD – *Electron Backscatter Diffraction*

ECAP – *Equal Channel Angular Pressing*

EDE – Energia de Defeito de Empilhamento

HC – Hexagonal compacta

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

N – Número de passes realizados no processo de deformação via ECAP

N1 – Número de votos da solução mais votada;

N2 – Número de votos da segunda solução mais votada;

NS – Número total de soluções encontradas.

ECAP – Prensagem por Canais Equiangulares

X – Plano transversal

Y – Plano de fluxo, extrusão ou prensagem

Z – Plano longitudinal

$\varepsilon$  – Deformação verdadeira

$\Psi$  – Ângulo de abertura dos raios de adoçamento dispostos na interseção dos canais da matriz. [Graus/Radianos]

$\Phi$  – Ângulo de interseção dos canais da matriz utilizada na técnica ECAP. [Graus/Radianos]

## LISTA DE SIMBOLOS

|  |  |
|--|--|
| (hkl)  | Plano cristalográfico  |
| (hkl)[uvw]   | Orientação cristalográfica   |
| $D1\theta, D2\theta, E\theta, J\theta, \bar{J}\theta, F\theta$ | Principais orientações cristalográficas para materiais CCC deformados por ECAP   |
| [uvw]  | Direção cristalográfica  |
| $\{110\}_\theta$   | Textura de fibra ao longo da família de planos {110}                             |
| $\langle 110 \rangle_\theta$                                   | Textura de fibra ao longo da família de direções                                 |
| $\langle 110 \rangle$  |  |
| $\mu\text{m}$  | Micrometro   |
| A, BA, BC, C   | Rotas de processamento da técnica ECAP   |
| b  | Vetor de Burgers   |
| B  | Largura do pico de difração a meia altura  |
| CCC  | Cúbico de corpo centrado   |
| CFC  | Cúbico de faces centradas  |
| d  | Diâmetro do grão (mm)  |
| g  | Orientação dos grãos   |
| G  | Módulo de cisalhamento (GPa)   |
| gf   | Gramas-força HV Dureza Vickers   |
| kN   | Quilo Newton   |
| kV   | Quilovolt  |
| ky   | Medida da extensão do empilhamento de discordâncias no contorno de grão (MPa.mm) |
| L  | Litro  |
| mL   | Militro  |
| $\text{mm}^2$  | Milímetro quadrado   |

|                 |  |
|-----------------|--|
| N               | Número de passes   |
| n               | Constante JMAK ou constante de Avrami                        |
| nm              | Nanômetro  |
| PP              | Fração de pontos coincidentes                                |
| ppm             | Partes por milhão  |
| t               | Tempo  |
| T <sub>f</sub>  | Temperatura absoluta de fusão                                |
| V <sub>E</sub>  | Volume estendido   |
| W               | Trabalho interno   |
| X               | Plano perpendicular à direção de prensagem                   |
| X <sub>V</sub>  | Fração volumétrica   |
| X <sub>VE</sub> | Fração volumétrica estendida                                 |
| Y               | Plano transversal à direção de prensagem                     |
| Z               | Plano normal à direção de prensagem                          |
| α               | Constante  |
| γ               | Taxa de cisalhamento   |
| Γ               | Deslizamento total   |
| ε               | Deformação   |
| ν               | Coefficiente de Poisson                                      |
| ρ               | Densidade de discordâncias                                   |
| Φ               | Ângulo interno de intersecção entre os canais da matriz ECAP |
| φ1, Φ, φ2       | Ângulos de Euler   |
| Ψ               | Ângulo externo de intersecção entre os canais da matriz ECAP |

## RESUMO

O presente estudo visa caracterizar a evolução da microestrutura e da textura cristalográfica de um aço IF (Interstitial Free) estabilizado ao titânio, deformado pelo processo de prensagem por canais equiangulares (ECAP) pela rota  $B_A$  e com posterior tratamento térmico de recozimento. O tratamento isotérmico de recozimento se deu a uma temperatura de 600°C nos tempos de 15, 30, 60, 120, 180 e 360 minutos. A avaliação da cinética de recristalização do material foi realizada correlacionando os resultados com os modelos de cinética de recristalização de JMAK e caminho microestrutural. Os corpos de prova utilizados possuíam secções transversais quadradas de 10x10mm e foram deformadas por ECAP via rotas  $B_A$  em 3 passes consecutivos a temperatura ambiente, proporcionando uma deformação acumulada total de  $\epsilon_3 = 3,57$ . A caracterização microestrutural foi realizada com o auxílio das técnicas de microscopia ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV). Para a caracterização da textura cristalográfica foi utilizada a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Medidas de dureza Vickers foram empregadas para a determinação do comportamento mecânico e da energia armazenada após a deformação e o posterior recozimento. Conclui-se que o processamento ECAP via rota  $B_A$  elevou a dureza do material em aproximadamente 114%, devido ao fenômeno de encruamento e refino microestrutural, resultante da rotação e fragmentação dos grão durante a deformação de cisalhamento imposta na intersecção dos canais da matriz ECAP. A textura de deformação ao fim do processo apresentou componentes típicas em ECAP pertencentes às fibras  $\langle 111 \rangle$  e  $\{110\}$  e uma microestrutura com subestruturas refinadas e uma elevada fração de contornos de baixo ângulo, ocorrência proveniente da criação de subestruturas no interior dos grãos devido a fragmentação dos mesmos durante o processo. Nos tempos iniciais de recozimento, 15 e 30 min, a microestrutura sofreu alterações apenas no nível de rearranjo de discordâncias, caracterizando um processo de recuperação e recristalização primária. As mudanças mais significativas se deram após 60 min de recozimento, verificar-se os primeiros vestígios da ocorrência de recristalização chegando a 21% de recristalização da microestrutura. O material chega ao

ápice de 95% após 360 min, nestas etapas foram identificados vestígios das componentes de textura pertencentes às fibras  $\langle 111 \rangle$  e  $\{110\}$ . Os dados quantitativos permitem afirmar que o aço IF estabilizado ao titânio deformado via ECAP e posteriormente recozido sofreu um processo de recristalização por saturação de sítios e os modelos de cinética JMAK e caminho microestrutural se mostraram coerentes na descrição da cinética de recristalização do material, apresentando dados concisos com os observados nas análises de EBSD. Este estudo tem sua importância com base na aplicação dos dados obtidos na indústria de fabricação metalúrgica e em futuras pesquisas referentes a cinética de recristalização de materiais severamente deformados e com estrutura cristalina CCC.

**Palavras-chave:** Aço IF, ECAP, recozimento, JMAK, caminho microestrutural.

## ABSTRACT

The present study aims to characterize the evolution of the microstructure and crystallographic texture of a titanium stabilized IF (Interstitial Free) steel deformed by the process of equal channel angular pressing technique (ECAP) by the route BA route and with subsequent annealing heat treatment. The isothermal annealing treatment was carried out at a temperature of 600 ° C in the times of 15, 30, 60, 120, 180 and 360 minutes. The recrystallization kinetics evaluation of the material was performed by correlating the results with the JMAK recrystallization kinetics and microstructural path model. The samples used had 10x10mm square sections and were deformed by ECAP through BA route in 3 consecutive passages at room temperature with a total cumulative true deformation of  $\epsilon_3 = 3.57$ . Microstructural characterization was performed using optical microscopy (MO) and scanning electron (SEM) techniques. For the characterization of the crystallographic texture, a backscattered electron diffraction (EBSD) technique was used. Hardness Vickers measurements were used to determine mechanical behavior and stored energy after deformation and the annealing. Concludes that ECAP processing via BA route increases material hardness by approximately 114% due to hardening phenomenon and microstructural refinement, due grain fragmentation during shear deformation imposed at the intersection of ECAP matrix channels. A deformation texture of process show ECAP components belonging to the  $\langle 111 \rangle$  and  $\{110\}$  fibers and a microstructure with refined substructures as well as a high fraction of low angle contours, due the creation of substructures inside the grains due to their fragmentation during the process. In the initial annealing times, 15 and 30 min, the microstructure changed only in the disagreement rearrangement level, characterizing a process of recovery. The most significant changes occurred after 60 min annealing, the first traces of recrystallization occurring up to 21% microstructure recrystallization. The material reaches a 95% apex after 360 min, in these steps traces of the texture components belonging to the fibers  $\langle 111 \rangle$  and  $\{110\}$  were identified. Quantitative data allow us to state that the IF steel stabilized to the deformed titanium via ECAP and later annealed underwent a site saturation recrystallization process and the JMAK and microstructural path

kinetic models were coherent in the description of the material recrystallization kinetics, presenting data concise with those observed in the EBSD analyzes. This study has its importance based on the application of data obtained in the metallurgical manufacturing industry and on future research regarding the recrystallization kinetics of severely deformed materials with CCC crystal structure.

**Keywords:** IF steel, ECAP, annealing, JMAK, microstructural path.

## 1. INTRODUÇÃO

O interesse, por parte da comunidade científica e da indústria, por metais com granulação fina é cada vez maior nos dias atuais. Este interesse está aliado à possibilidade de aplicação destes metais em componentes estruturais que necessitem de elevada resistência mecânica, redução de peso e alto desempenho [1]. Várias propriedades dos materiais policristalinos são dependentes do tamanho dos grãos presentes na microestrutura e do desenvolvimento de texturas controladas, metais com granulometria mais refinada possuem a possibilidade de apresentar propriedades mecânicas superiores e podem ser obtidas por meio da aplicação de tratamentos termomecânicos apropriados [2]. É neste âmbito que os processos de deformação plástica severa (DPS) vêm se apresentando como alternativa mais adequada em relação aos processos de deformação plástica convencionais (laminação, forjamento, extrusão e trefilação) para obtenção de materiais com propriedades superiores, isto se dá pelo intenso processo de refinamento microestrutural no qual o material é submetido o que favorece o surgimento de microestruturas ultrafinas e/ou nanocristalinas [3].

E neste contexto que intenso processo de refinamento microestrutural, por meio de deformação plástica severa (DPS), vem se mostrando eficaz para obtenção de materiais com microestrutura compostas de grãos finos [2,4]. Dentre as técnicas não convencionais de DPS destaca-se a prensagem em canais equiangulares (ECAP) inventada por *Segal* em 1972 [23], que consiste na passagem de um tarugo por canais equiangulares com secção transversal constante, onde é aplicado sobre o material uma deformação de cisalhamento simples no decorrer que ele passa sobre a intersecção dos canais, promovendo o refinamento dos elementos microestruturais. Esse refinamento se dá pela formação de subestruturas de deformação, ou seja, durante a deformação a textura do metal se desenvolve devido à rotação dos cristais ao redor de posições preferenciais em relação à deformação aplicada [6]. Esta técnica pode ser conduzida em quatro rotas fundamentais de processamento, nomeadas de rotas A, B<sub>A</sub>, B<sub>C</sub> e C, que favorecem a ativação de diferentes

sistemas de deslizamento produzindo diferenças na microestrutura do material processado [5].

A distinção entre as rotas do ECAP está entre as rotações em relação à direção de aplicação de carga do material após cada passe de deformação. Na rota A o material processado não sofre rotação entre os passes de deformação. Na rota B<sub>A</sub> o material sofre rotações alternadas de 90°, em relação à direção de prensagem, nos sentidos horário e anti-horário. Na rota B<sub>C</sub> o material sofre após cada passe uma rotação de 90° no sentido horário. Por fim, na rota C o material sofre uma rotação de 180° entre cada passe. O refinamento da microestrutura durante o processamento ECAP, se dá pela formação de subestruturas de deformação, ou seja, durante a deformação a textura do metal se desenvolve devido à rotação dos cristais ao redor de posições preferenciais em relação à deformação aplicada [6]. A deformação plástica em muitos casos possui como finalidade o aumento da resistência mecânica do material associado ao fenômeno do encruamento. Porém em alguns casos a deformação plástica não é desejada.

Com intuito transformar uma microestrutura encruada em uma microestrutura não deformada plasticamente, é utilizado o tratamento térmico de recozimento. O recozimento possui três etapas distintas: recuperação, recristalização e crescimento de grão. Na recuperação ocorre o rearranjo das discordâncias, formação de sub-contornos de grão, aniquilação de discordâncias de sinais opostos e queda do potencial termodinâmico sem avanço de interfaces. A recristalização é a etapa onde há o processo de nucleação e crescimento de grãos livres de deformação e consiste no avanço das interfaces de contornos de alto ângulo. Os avanços das interfaces são responsáveis em reduzirem a alta densidade de discordâncias no interior da matriz deformada, sendo a força motriz utilizada nesse avanço a energia armazenada na forma de defeitos. Matematicamente a recristalização tem sido descrita pela clássica teoria do modelo de JMAK [51].

Por meio das teorias do modelo JMAK, DeHoff [54] desenvolveu outro método matemático para descrever o processo evolutivo da fração volumétrica das superfícies transformadas em função do tempo. Onde ampliou o método de estudo das evoluções microestruturais, com a metodologia do caminho

microestrutura (MPM). Por meio desta nova metodologia é possível obter a relação entre fração volumétrica e fração superficial por unidade de volume.

O objetivo geral deste trabalho foi caracterizar a evolução microestrutural de um aço IF estabilizado ao Ti comercial deformado via ECAP em três passes empregando a rota B<sub>A</sub> e com posterior recozimento isotérmico à temperatura de 600°C. O aço IF estabilizado ao titânio possui uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), constituído por uma fase ferrítica dúctil e granulometria grosseira ( $60 \pm 10 \mu\text{m}$ ). É um material de grande importância industrial que é largamente usado no setor automobilístico como material estrutural. A escolha do aço IF para esse estudo se justifica pelo seu potencial tecnológico e pela existência de poucos trabalhos e estudos dedicados ao comportamento e evolução microestrutural e da textura cristalográfica de materiais Cúbicos de Corpo Centrado (CCC) submetidos a tratamentos termomecânicos.

Como objetivos específicos citam-se a análise da evolução do comportamento mecânico no decorrer da deformação, a caracterização da textura cristalográfica alcançada após o processamento ECAP e posterior recozimento, quantificar a fração recristalizada após o recozimento do material, aplicar os principais modelos de cinética de recristalização: JMAK e caminho microestrutural e identificar os mecanismos de nucleação de novos grãos na microestrutura.

O processamento do material por ECAP rota B<sub>A</sub> em 3 passes, foi realizado a uma velocidade constante de 5mm/min a temperatura ambiente. Foi empregado para a caracterização microestrutural as técnicas de microscopia ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV) e difração de elétrons retroespalhados (EBSD) para a realização das análises de textura. O comportamento mecânico das amostras foi avaliado por ensaios de dureza por microimpressão em escala Vickers (HV), que posteriormente foram usadas para construção de mapas de dureza para se avaliar a homogeneidade do material, e também pela avaliação dos diagramas força x deslocamento gerados durante a deformação ECAP.

## 2. REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 AÇO IF - “INTERSTITIAL FREE STEEL”

A pesquisa e o desenvolvimento dos aços IF teve início na década de 70 com intuito de proporcionar características de maior conformabilidade a chapas [9]. O primeiro aço IF com características comerciais foi produzido por volta de 1970, como um aço com extra-baixo teor de carbono estabilizado ao titânio [10]. Em 1973 foi proposta [9] uma idéia inovadora de produção de aços IF com teores variando entre 0,005 e 0,010%C, desgaseificados a vácuo, pela adição conjunta de titânio e nióbio, em quantidades suficientes para remover os elementos intersticiais. Porém, as limitações tecnológicas da época impossibilitavam a produção de aços com baixos teores de elementos intersticiais sem que fosse necessária uma grande quantidade de elemento de liga para estabilizar a matriz. Com o advento dos equipamentos de desgaseificação a vácuo foi possível a produção de aços com teores de carbono e nitrogênio menores que 0,003% reduzindo assim a quantidade de titânio e/ou nióbio necessários no processo [11].

Basicamente, o aço IF pode ser encontrado comercialmente como: estabilizado ao Ti, Nb ou Ti+Nb. Os baixíssimos teores de elementos intersticiais e a adição de elementos microligantes permitem que este aço tenha uma matriz ferrítica bem limpa, fundamental a sua característica de estampabilidade. Os aços IF começaram a ser produzidos em grande quantidade a partir de 1979, em substituição aos aços baixo carbono acalmados ao alumínio, quando as chapas de aço galvanizadas por imersão a quente começaram a ser utilizadas para confecção de painéis automotivos com elevada resistência a corrosão [12, 13]. Devido a ausência de carbono livre em sua composição, tratamentos térmicos de pré ou pós-recozimento com a finalidade de prevenir o envelhecimento tornam-se dispensáveis [14, 15].

A boa ductilidade e estampabilidade que aparece nos aços IF submetidos a processamentos termomecânicos deve-se à existência de uma forte textura do tipo fibra  $\gamma$  ( $\langle 111 \rangle // DN$ , onde DN é a direção normal à direção

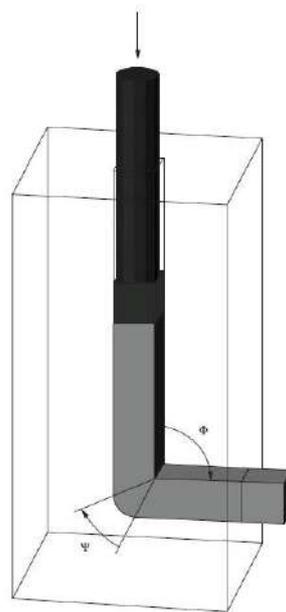
de laminação) e também da componente  $\{554\}\langle 225 \rangle$ . A textura do tipo fibra  $\gamma$  é oriundo da recristalização do material e aceita-se que ocorra via nucleação preferencial e/ou crescimento orientado dos grãos  $\gamma$ . Já a componente  $\{554\}\langle 225 \rangle$  é proveniente do processo de nucleação junto às bandas de cisalhamento que são observadas durante deformações a frio [16]. Existem vários indicativos de que a nucleação orientada seja a teoria que melhor explique a evolução das componentes de textura encontradas depois do recozimento no material [15,17]. A textura dos aços IF também é bastante afetada pela composição química. Vale lembrar que os materiais comerciais apresentam um rígido controle no seu processamento visando produzir determinadas texturas para aplicações específicas.

## **2.2 PRENSAGEM POR CANAIS EQUIANGULARES – ECAP**

Técnicas de deformação plástica severa (DPS) representam um grupo de processos de conformação mecânica onde grandes deformações são induzidas nos materiais de forma a obter um refinamento de grão significativo [18]. Os princípios básicos do desenvolvimento de estruturas no processamento DPS foram apresentados em muitos trabalhos recentes [19-22]. Desde os primeiros estudos de formação de microestrutura de grãos finos durante o DPS, um método de processamento DPS conhecido como prensagem por canais equiangulares (ECAP) [20] tem apresentado uma significativa importância na obtenção desse tipo de material. O processo de prensagem em canais equiangulares (ECAP), também conhecido como extrusão em canais equiangulares (ECAE), foi introduzido primeiramente por Segal durante os anos 70 e 80, no Instituto Minsk na antiga União Soviética.

Este processo de conformação consiste em introduzir elevadas tensões em um tarugo metálico através de cisalhamento simples. Essa técnica não foi valorizada na época pela comunidade científica, onde apenas na década de 90, devido a relatórios que documentando a produção de metais com grãos finos, a partir da técnica de ECAP, que estudos e investigações mais intensas da aplicação e resultados desse processo foram iniciados [2,23].

O processo ECAP convencional apresentado na Figura 1, consiste basicamente em pressionar uma amostra através de uma matriz, forçando-a a escoar por dois canais com secções transversais iguais, que se interceptam em um ângulo  $\Phi$ , que pode variar de  $60^\circ$  a  $120^\circ$ . Associado aos dois canais existe também um segundo ângulo  $\Psi$ , que representa o ângulo externo de curvatura da intersecção dos dois canais. A amostra lubrificada é pressionada por um punção e move-se dentro dos canais sofrendo deformações uniformes de natureza de cisalhamento simples à medida que passa pela zona de intersecção dos canais [20].



**Figura 1:** Representação de prensagem por canal equiangular – ECAP.[20]

O ângulo de intersecção dos canais,  $\Phi$ , determina o nível de deformação do processo. Considerando que não haja atrito entre a amostra e a matriz, pode-se calcular a deformação verdadeira acumulada utilizando a equação desenvolvida por Nagasekhar [24]: Equação 1: Deformação verdadeira acumulada

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left( 2 \cot \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right) \quad (1)$$

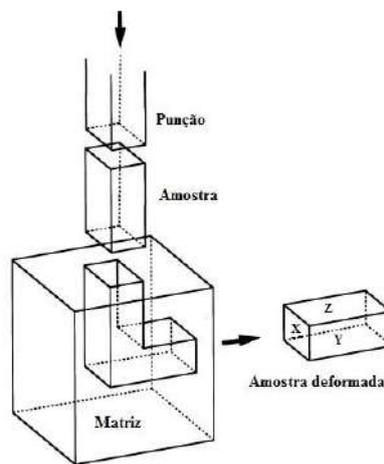
Onde: N é o número de passes realizados.

Considerando  $\Phi$  igual a  $2\phi$  a deformação verdadeira em função do número de passes é dada pela Equação 2:

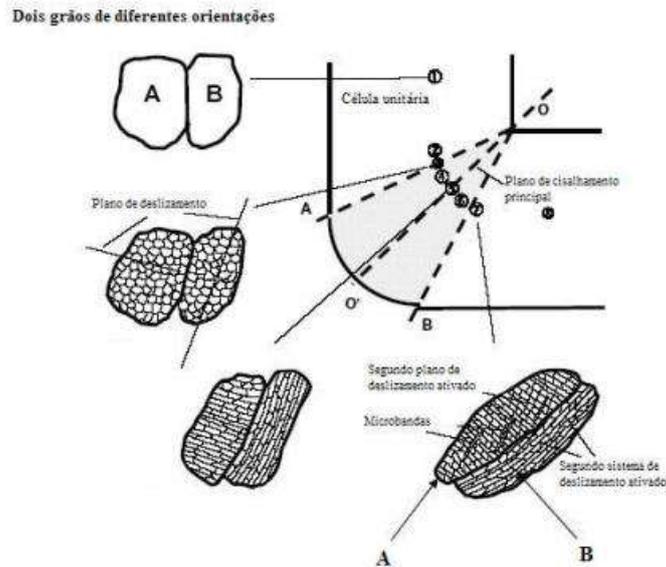
$$\varepsilon_N = \frac{2N}{\sqrt{3}} \cot \Phi \quad (2)$$

Quando a amostra passa pelo plano de cisalhamento (Figura 2 e 3) ocorrem elevadas deformações, porém esta não sofre qualquer alteração nas suas dimensões transversais.

A passagem da amostra pela matriz faz com que ela sofra uma grande deformação cisalhante, gerando assim uma série de transformações microestruturais como pode-se ver na Figura 3, onde dois grãos de orientações diferentes denominados A e B sofrem uma evolução microestrutural ao passar pela intersecção dos canais apresentando ao fim uma microestrutura refinada constituída de subestruturas de deformação [23].



**Figura 2:** Matriz ECAP e planos de orientação. Adaptado de [23].



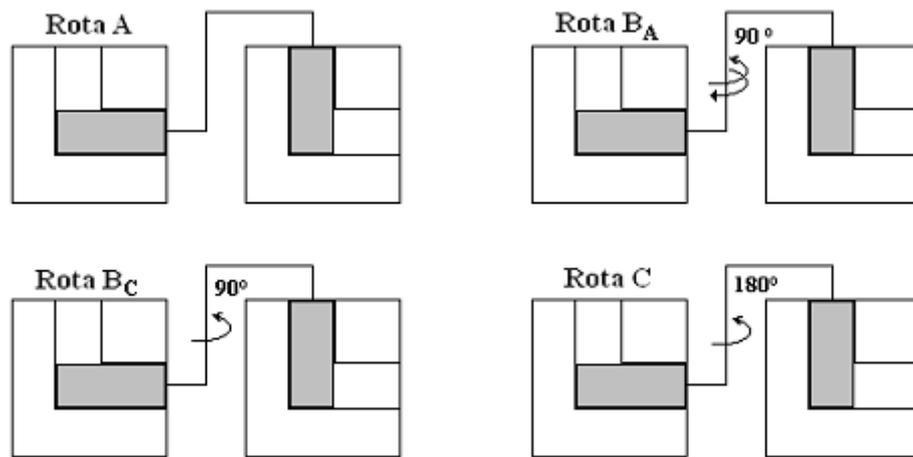
**Figura 3:** Esquema ilustrativo da evolução microestrutural durante o 1º passo do processo ECAP. Adaptado de [6].

Uma das vantagens do processo de ECAP, é que o material não possui sua redução de sua seção transversal, além de produzir grãos finos, uma variedade de texturas e diferentes propriedades mecânicas.

A rotação da amostra em diferentes ângulos durante as repetições do processo de deformação ECAP permite que diferentes sistemas de deslizamento sejam ativados em cada passe, onde essas diferentes rotações estão associadas às rotas do processamento ECAP [20].

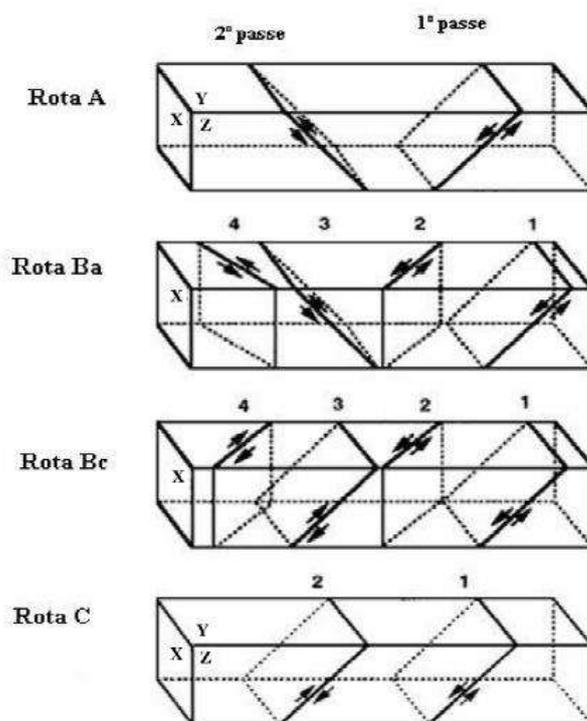
### 2.2.1 Rotas de processamento do processo ECAP

O processo ECAP tem fundamentalmente quatro rotas de processamento, nomeada de rotas A, B<sub>A</sub>, B<sub>C</sub> e C, que favorecem a ativação de diferentes sistemas de deslizamento produzindo diferenças significativas na microestrutura do material processado. Na rota A (Figura 4a), o material processado não sofre rotação entre os sucessivos passes de deformação. Na rota B<sub>A</sub> (Figura 4b) o material sofre rotações alternadas de 90°, em relação à direção de prensagem, nos sentidos horário e anti-horário. Na rota B<sub>C</sub> (Figura 4c) o material sofre após cada passe uma rotação de 90° no sentido horário. Por fim, na rota C (Figura 4d) o material sofre uma rotação de 180° entre cada passe.



**Figura 4:** Rotas do processo ECAP. a) rota A; b) rota BA; c) rota BC; d) rota C [26].

Valiev e Langdon [25] sugerem em seu trabalho que na rota C o mesmo plano sofre sucessivos cisalhamentos a cada passe, alternando somente a sua direção, fazendo com que a deformação imposta tenha características restaurativas e esta rota seja conhecida como de processo de deformação redundante. De forma semelhante acontece na rota B<sub>C</sub> com a diferença que o cisalhamento do primeiro passe é cancelado no terceiro, enquanto, o cisalhamento do segundo passe é cancelado no quarto passe. Diferente, a estas duas rotas, as rotas A e B<sub>A</sub> não têm esta característica restaurativa. Na rota A existem dois planos de cisalhamento distintos se interceptando num ângulo de 90°, por outro lado na rota B<sub>A</sub> existem quatro planos de cisalhamento envolvidos que se interceptam num ângulo de 120°. Sendo assim nas rotas A e B<sub>A</sub> existem uma formação cumulativa de deformação a cada passe. Analisando a Figura 5 pode-se perceber a ativação de diferentes planos de deslizamento associados às varias rotas de processamento para quatro passes de deformação do processo ECAP.



**Figura 5:** Planos de cisalhamento associados a cada rota de processamento ECAP. Adaptado de [25].

A ativação destes diferentes planos de cisalhamento tem como resultados a distorção macroscópica durante o processamento pelas quatro rotas, como pode ser observado na Tabela 1. Evidentemente, esta distorção influencia diretamente o processo de refinamento dos grãos. Portanto, ao compararmos a granulometria do material processado com sua configuração inicial percebemos, por exemplo, que a rota B<sub>A</sub> tende a tornar os grãos alongados em duas direções [25].

**Tabela 1:** Características do cisalhamento associadas às quatro rotas de processamento. Adaptado de [25].

| Rota | Plano | Número de passes |   |   |   |   |   |   |   |   |
|------|-------|------------------|---|---|---|---|---|---|---|---|
|      |       | 0                | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| A    | X     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|      | Y     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|      | Z     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
| BA   | X     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|      | Y     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|      | Z     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
| Bc   | X     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|      | Y     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|      | Z     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
| C    | X     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|      | Y     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|      | Z     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
| BA-A | X     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|      | Y     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|      | Z     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
| Bc-A | X     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|      | Y     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|      | Z     |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |

### 2.2.2 Influência dos ângulos entre os canais

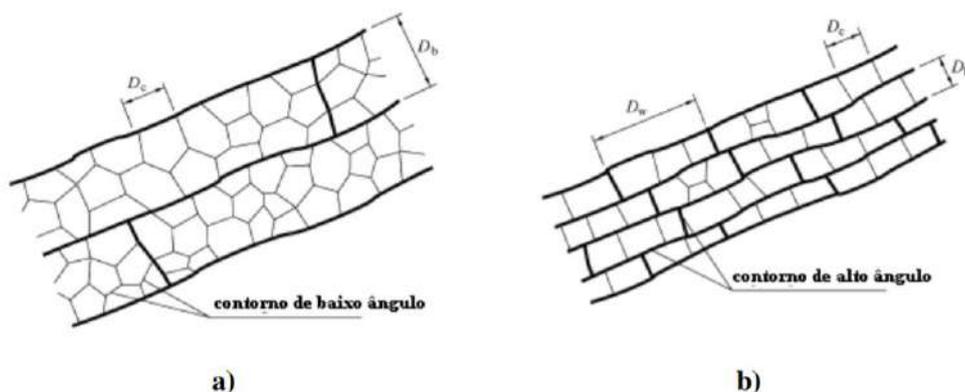
Os ângulos entre os canais ECAP configuram um importante parâmetro que influenciam diretamente a microestrutura obtida após a prensagem. Estudos realizados por Nagasekhar e colaboradores [24] avaliaram alumínio puro prensado via ECAP variando  $\Phi$  entre  $90^\circ$  e  $157,5^\circ$ . Onde observaram que com  $\Phi = 90^\circ$  a microestrutura refinou de forma mais regular e houve maior fração volumétrica de contornos de alto ângulo. Entretanto, o aumento no ângulo do canal às vezes é necessário para materiais mais resistentes ou com uma baixa ductilidade para que não ocorram falhas, como trincas ou quebras até o fim do processamento.

McQueem e colaboradores [28] estudaram o ângulo de curvatura  $\Psi$  através da análise de elementos finitos chegando à conclusão que o uso de

curvatura proporciona uma elevação na extensão das heterogeneidades na microestrutura após a prensagem.

### 2.2.3 Refino microestrutural e melhoria das propriedades mecânicas promovidos por processamento ECAP

O processo de deformação plástica envolve processos de acomodação macro e microscópicas que afetam a evolução microestrutural [29]. De acordo com Alves [dissertação mestrado] macroscopicamente, os grãos grosseiros subdividem-se em diferentes componentes cristalográficos como bandas. Já em escala microscópica esta subdivisão continua, agora a partir das estruturas anteriores, pela multiplicação de discordâncias e geração de contornos necessários para acomodar as crescentes mudanças de orientação. A microestrutura gerada a partir da deformação plástica é constituída geralmente por células de discordâncias equiaxiais (contorno de baixo ângulo, em inglês, Low-Angle Boundaries - LAGBs) agrupadas formando blocos de células (contorno de alto ângulo, em inglês, High-Angle Boundaries - HAGBs). Na Figura 6,  $D_c$  é o diâmetro da célula de discordância,  $D_b$  é a distância entre dois blocos de células paralelas e  $D_w$  é o comprimento ou a largura do bloco de células [24]. Estas dimensões são gradativamente diminuídas com o aumento das deformações como proposto por Petryk e Stupkiewicz (2007).



**Figura 6:** Desenho esquemático de uma microestrutura gerada pela deformação plástica de a) moderada e b) grande intensidade. Adaptado de 31.

Gazder em seu trabalho investiga [30] por meio de EBSD a evolução microestrutural de um aço IF recozido após alguns passes de deformação para as 4 rotas do processo ECAP, concluindo que no primeiro passe o aço inicialmente de granulação grosseira passou a apresentar subestruturas que inclui uma elevada fração de subgrãos e uma pequena de fração de grãos (contorno de alto ângulo). A grande quantidade de contornos de baixo ângulo remete ao processo de refinamento microestrutural ou subdivisão de grãos devido as elevadas tensões impostas no processo. Depois de dois passes de deformação para a rota  $B_A$  foi observado que o refinamento de subgrãos ocorreu, bem como o aumento da fração de contornos de alto ângulo. As áreas alongadas começaram a ser subdivididas pelo HAGBs, enquanto, uma rede de LAGBs ainda estava presente dentro da maioria dos grãos. Porém, a distribuição de LAGBs se mostrava heterogênea, enquanto, alguns poucos grãos maiores apresentavam alta densidade LAGBs outros grãos relativamente menores quase não continham LAGBs. Em termos de menor tamanho de grão registrado e fração de área de HAGBs obtida após 4 passes, as rotas  $B_C$  e  $B_A$  são aproximadamente equivalentes, seguida pela rota A e C conforme observado em [30].

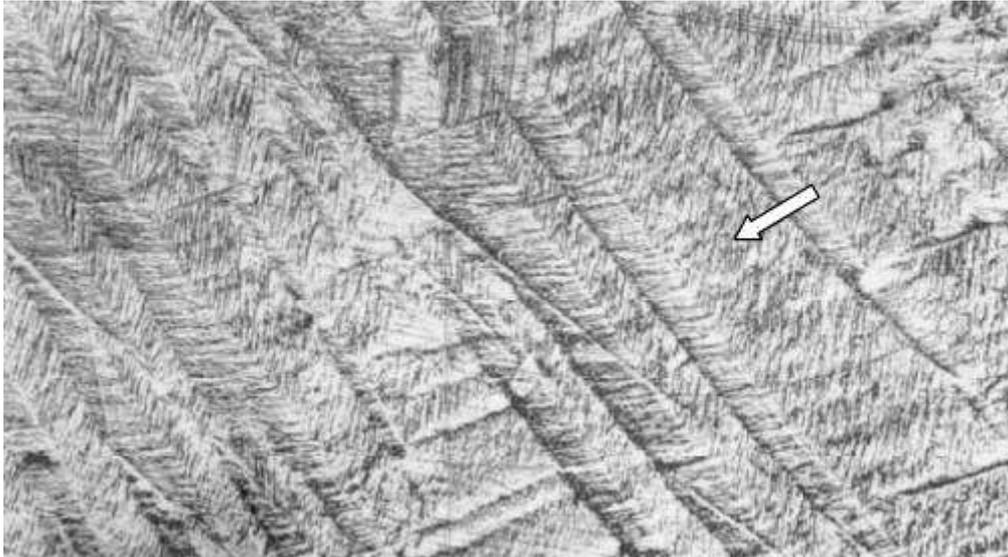
De acordo com Alves [56] embora a taxa de formação de HAGBs varie com as rotas de processamento ( $B_C \geq B_A > A > C$  para quatro passes), existe uma tendência natural do aumento da fração de área de HAGBs com o aumento do número de passes. A elevada resistência dos materiais processados via ECAP é geralmente atribuída a refinamento das subestruturas. Esta correlação entre resistência mecânica e microestrutura pode ser descrita pela equação de Hall-Petch. Porém, esta relação é dotada de limitações provenientes de sua formulação. Isto é usualmente atribuído ao fato da formulação original considerar todos os grãos como estruturas de alto ângulo. Assim, o erro da relação de Hall-Petch resulta principalmente das características associadas ao comportamento de aumento de resistência do LAGBs e HAGBs em materiais deformados [30].

## 2.3 ESTADO DEFORMADO

Heterogeneidades de deformação são observadas tanto para metais com granulometria grosseira como para matérias refinados [32-35]. Diversos estudos enfatizam o potencial tecnológico das heterogeneidades na microestrutura de diferentes tipos de materiais e condições de processamento. De acordo com Lins [4] na prática, a deformação plástica de um metal não ocorre de forma homogênea. De uma maneira geral, pode-se dizer que as heterogeneidades de deformação são formadas em consequência da ativação de novos sistemas de deslizamento com o objetivo de acomodar localmente as flutuações das tensões induzidas na microestrutura.

### 2.3.1 *Bandas de Deformação*

As bandas de deformação foram observadas pela primeira vez em 1940 por Barrette [16]. Este termo é largamente usado para a maioria das heterogeneidades encontradas em microestruturas após a deformação. Bandas de deformação podem ser definidas como sendo regiões dentro de um mesmo grão que sofreram diferentes rotações [16,38]. Normalmente, ocorrem em materiais com granulação grosseira ( $> 500 \mu\text{m}$ ) e foi primeiramente introduzida para descrever bandas como áreas em alguns grãos no qual linhas de deslizamento caminham na mesma direção. Em geral, é considerada como uma região onde o estado de deformação diverge do predominante na matriz o que pode ser notado com a variação na orientação ou na densidade de discordância [39]. É apresentada na Figura 7 a micrografia de um monocristal de ferro puro onde se encontram presentes bandas de deformação (indicado pela seta).



**Figura 7:** *Bandas de deformação em um monocristal de ferro. Adaptado de [40].*

A natureza da deformação por bandeamento é estudada nos últimos anos devido a sua importância na geração de textura de deformação. Estudos identificaram dois tipos de bandas de deformação. O primeiro tipo, esta associado à ativação de diferentes sistemas de deslizamento, assim a deformação imposta pode ser acomodada por mais de um sistema levando a ocorrência de rotação em diferentes direções. Já no segundo tipo, diferentes regiões de um mesmo grão experimentam diferentes deformações. Uma das principais características das bandas de deformação é que elas ocorrem sempre dentro dos grãos. A formação das bandas pode variar também de acordo com o tamanho inicial dos grãos, da orientação cristalográfica dos mesmos e da porcentagem de deformação sofrida pelo material. [37,41].

### 2.3.2 *Bandas de Transição*

As bandas de transição são heterogeneidades devido à fragmentação e rotação de um cristal ou grão de um metal policristalino, ocasionado por deformação plástica, em regiões que possuem diferentes orientações cristalográficas. Estas regiões são chamadas de bandas de deformação e as

regiões entre elas são as bandas de transição, apresentado na Figura 8 [41]. A formação destas bandas ocorre quando volumes vizinhos de um mesmo grão deformam-se pela ação de diferentes sistemas de deslizamento levando a orientações finais distintas, ocorrendo subdivisão e dando origem a regiões com grandes diferenças de orientação [16,37,38]. Bandas de transição são limitadas ao interior do grão e se compõem de arranjos celulares, dispostas paralelamente, e tendem a tornar-se mais alongadas com o aumento da deformação.



**Figura 8:** Bandas de transição em uma liga Al-Cu após compressão uniaxial a temperatura ambiente [40].

### 2.3.3 Bandas de Cisalhamento

As bandas de cisalhamento podem se formar no material com um todo, não dependendo da estrutura dos grãos e sim do modo, quantidade e da velocidade de deformação. Estas bandas ocorrem devido à ação de um estado de tensões heterogêneo [39]. Assim, as bandas de cisalhamento surgem pelo escorregamento em regiões de máximas tensões macroscópicas de cisalhamento e em planos nos quais a deformação ocorre mais facilmente [39]. Sua ocorrência está associada a metais altamente deformados, tendo sido já encontrada em monocristais e policristais, em materiais monofásico e polifásico, com diversas estruturas cristalinas, deformados por diversos

processos tais como laminação, forjamento, tração, compressão e carregamento cíclico [41]. De acordo com a literatura, metais com uma estrutura cristalina CCC, como o aço IF, possuem maior tendência a exibir bandas de cisalhamento que os metais com estrutura CFC [41]. Esta diferença é atribuída aos diferentes comportamentos em relação aos mecanismos de escoamento plástico entre os dois tipos de metais. Os metais CCC são fortemente dependentes da temperatura e taxa de deformação. Já os metais CFC são fortemente influenciados somente pela continuidade do processo da deformação.

## **2.4 FENOMENOS DE RESTAURAÇÃO**

A deformação plástica em metais ocorre devido ao movimento e a geração de discordâncias, cada discordância dentro de um material metálico armazena uma quantidade de energia em forma de campo elástico ao redor da região de sua linha de discordância. Durante a deformação de um material metálico recozido a densidade de discordâncias pode ser aumentada em 5 vezes a sua ordem de grandeza [42]. Por meio do aumento da densidade de discordâncias eleva-se também o nível de energia armazenada na forma metaestável em um material no estado deformado. Sob um subsequente aquecimento esta energia pode ser liberada por dois distintos processos: recuperação e recristalização.

De maneira geral, entende-se a recuperação como fenômeno onde ocorre a restauração parcial das propriedades do material pelo rearranjo e aniquilação das discordâncias dentro da matriz deformada. A recristalização promove a eliminação dos defeitos cristalinos e envolve um mecanismo mais complexo que compreende a migração de contornos de alto ângulo. Ambos os fenômenos são termicamente ativados, e ocorrem com a função de minimizar a energia livre do sistema. A forma de armazenamento e o nível da energia dentro da matriz deformada têm grandes influências no fenômeno de recristalização, podendo acelerar ou retardar a reação.

Nos aços IF estabilizados ao titânio, estudos reportam que o processo de nucleação começa preferencialmente nos grãos {111}. Grãos com esta orientação possuem os mais altos valores de energia armazenada neste tipo de material [43].

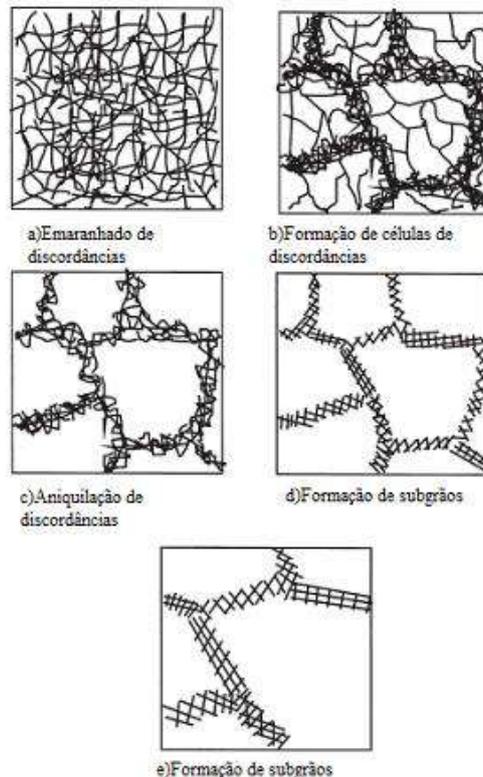
#### 2.4.1 Recuperação

Em seu trabalho *McQueen* [28] explica que devido à ativação térmica, temperatura entre  $0,2T_f$  e  $0,4 T_f$ , discordâncias de sinais contrários geradas na deformação plástica aniquilam-se e outras se rearranjam para formar uma estrutura de subgrãos. A temperatura elevada permite, em certo instante, que a quantidade de defeitos gerados durante a deformação seja compensada pela quantidade de defeitos eliminados, sendo este instante chamado de estado estacionário. Quanto maior a temperatura (desde que abaixo da temperatura em que começa a recristalização), maior é a ativação térmica e maior é a possibilidade para movimentação das discordâncias tendendo a formar subgrãos [45].

Diversos fatores influenciam a ocorrência de recuperação, como a própria natureza do material, incluindo nível de pureza, tamanho inicial do grão e a EDE. Metais com alta EDE apresentam cinética de recuperação (estática e dinâmica) rápida, diminuindo a quantidade de defeitos cristalinos e consequentemente, o potencial termodinâmico para a recristalização. Em contrapartida, metais com baixa EDE apresentam cinética de recuperação lenta e a quantidade de defeitos cristalinos sempre aumenta com a deformação. Dessa forma, a ocorrência da recristalização (estática e dinâmica) é facilitada. Parâmetros relacionados ao processamento também exercem forte influência na incidência de recuperação dinâmica, como temperatura, taxa e grau de deformação.

A recuperação é explicada como uma série de eventos que causam mudanças na microestrutura do material deformado plasticamente, que ocorre antes da recristalização, a fim de diminuir a energia armazenada na deformação [46]. As modificações microestruturais, Figura 9, causadas pela

recuperação são responsáveis por restaurar parcialmente as propriedades para seus valores antes da deformação.



**Figura 9:** *Etapas da recuperação de um metal deformado plasticamente [46].*

*Padilha* [37] enumera as etapas das alterações microestruturais que ocorrem durante a recuperação: (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 (por exemplo, contornos de baixo ângulo); (4) formação de contornos de alto ângulo.

A formação de subgrãos se dá através dos mecanismos básicos de escorregamento com desvio e por escalada. Pelo fato de tais mecanismos acontecerem em temperaturas mais elevadas, a formação de subgrãos na recuperação dinâmica requer maior ativação térmica, acontecendo a temperaturas geralmente maiores que  $0,4T_f$  [48].

O crescimento dos subgrãos normalmente ocorre durante o recozimento. Este fato leva a uma redução da área total dos subcontornos e conseqüentemente à diminuição da energia armazenada do material, pois comparando com a recristalização, esta energia ainda é alta. Dois mecanismos são apresentados para definir tal crescimento: migração de contornos, subcontornos e coalescimento de subgrãos. O primeiro descreve que o subgrão absorve discordâncias durante a migração dos subcontornos. Desta maneira, a diferença de orientação aumenta transformando-o em um contorno de alto ângulo. O segundo refere-se à rotação em que os subgrãos estão submetidos devido aos processos difusionais. Com as sucessivas rotações, subgrãos com orientações similares se coalescem se tornando um subgrão maior. Embora ambos os modelos sejam aceitos teoricamente, a migração dos subcontornos é o mecanismo mais plausível por se aproximar mais dos resultados experimentais. Para o alumínio e suas ligas estes modelos configuram os principais mecanismos de nucleação de recristalização.

#### *2.4.2 Recristalização*

A recristalização é caracterizada pela aniquilação de grandes quantidades de defeitos através da migração de contornos de grão conduzidos pela energia armazenada na deformação. Esses defeitos não podem ser eliminados apenas por recuperação, seja devido às altas taxas de deformação ou devido à baixa energia de defeito de empilhamento (EDE) do material, aumentando o potencial termodinâmico para a recristalização.

Para que ocorra a recristalização, há alguns critérios básicos que devem ser atendidos. Por exemplo, para que ocorra a recristalização é necessária uma deformação mínima e a temperatura de recristalização é tanto menor quanto maior for a quantidade de deformação. Apesar de ser um processo dependente do tempo e da temperatura, não há uma temperatura de recristalização fixa. É possível identificar alguns tipos diferentes de recristalização.

A recristalização com nucleação, também chamada de recristalização descontínua, que se refere ao avanço dos novos grãos através da migração dos contornos, consumindo a matriz deformada e permitindo que uma área livre de defeitos seja formada. A recristalização sem nucleação, ou recristalização contínua, que ocorre pela transformação dos subgrãos em grãos, quando os contornos atingem uma grande diferença de orientação. E existe ainda a recristalização dinâmica geométrica, que acontece durante o aumento da área do contorno de grão na deformação, quando os contornos tendem a se encontrarem e se recombinarem.

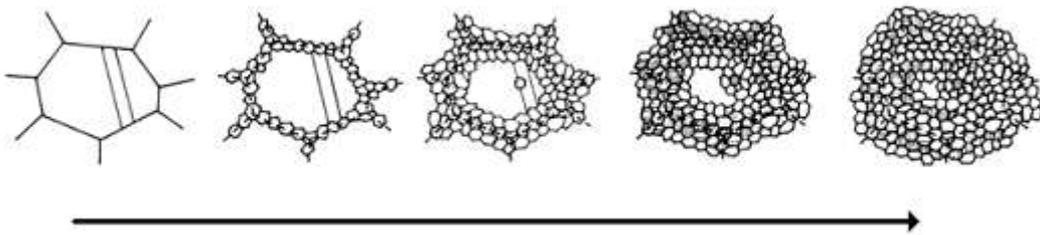
A quantidade de energia armazenada nos contornos oferece, posteriormente, o crescimento de grãos, responsável por diminuir a área total de contornos a fim de tornar a microestrutura estável. O crescimento pode ocorrer de maneira contínua, crescimento normal dos grãos ou descontínua, crescimento anormal de grãos, também chamado de recristalização secundária. A recristalização secundária ocorre quando o crescimento normal é restringido, sendo bastante comum encontrá-lo nas ligas de alumínio. A presença de partículas finas pode contribuir para a recristalização secundária, quando estas são coalescidas ou dissolvidas os contornos não sofrem restrição para migração e crescem exageradamente. Outro fato está ligado à presença de forte orientação. Materiais fortemente orientados exibem contornos de baixo ângulo entre a maioria dos cristais. Estes contornos têm pouca mobilidade e impedem o crescimento normal do grão, resultando que regiões diferentes desta orientação crescem mais. Heterogeneidade de tamanho de grão também contribui para a recristalização secundária, pois colônias de grãos maiores tendem a crescer sobre os grãos normais [44].

Bay e Hansen [48] estudaram os estágios iniciais da recristalização em alumínio comercialmente puro, laminado a frio em diferente grau de deformação e recozido em diferentes temperaturas. Observaram que os contornos de grão iniciais e os contornos de alto ângulo no interior dos grãos originais são sítios preferenciais para nucleação, e que a eficiência desses sítios é reforçada por partículas de  $\text{FeAl}_3$  muitas vezes presentes em grupos.

O efeito destas partículas se torna mais evidente com o aumento do tamanho de grão. Reportaram que a temperatura de nucleação diminui quando

o tamanho de grão inicial diminui e que a temperatura de recristalização mostra a mesma dependência sobre o tamanho de grão inicial e o grau de deformação tal como a temperatura de nucleação. E ainda, o tamanho de grão recristalizado diminui com o decréscimo do tamanho de grão inicial e o aumento da deformação.

Os mecanismos para a recristalização dinâmica são praticamente os mesmos para a recristalização estática. Na grande maioria das condições de deformação a quente, a nucleação da recristalização dinâmica ocorre preferencialmente nos contornos de grão. Esse mecanismo é conhecido por formação de colares sucessivos ("necklacing"), que consiste em nucleação dos novos grãos nos contornos do grão inicial e nos contornos dos grãos que acabaram de ser criados, e avançam seqüencialmente para o interior do grão original. A Figura 10 mostra o mecanismo de formação de colares sucessivos esquematicamente.



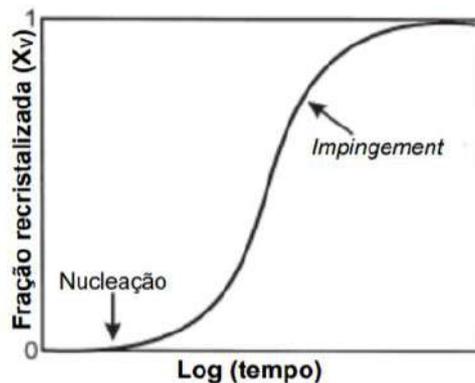
**Figura 10:** Mecanismo de nucleação por formação de colares sucessivos [47].

É possível observar um intenso refinamento de grão pelo exposto na Figura 9. O aumento de energia livre causado pela introdução de novos contornos de grão é compensado pela diminuição de energia livre devida à eliminação dos defeitos cristalinos. Nota-se os grãos recristalizados dinamicamente contidos no colar para de crescer e permanecem pequenos, pois o potencial termodinâmico vai sendo igualado com o restante da matriz deformada através das discordâncias geradas. O colar seguinte, por sua vez, passa pelo mesmo processo, e os grãos permanecem pequenos. Dessa maneira, a microestrutura de grãos sofre, em geral, considerável refinamento quando passa pelo processo de recristalização dinâmica. Por outro lado, em certos casos onde há condições de baixas taxas de deformação, os grãos

param de crescer somente quando encontram seus vizinhos que também estão em crescimento. Dessa forma, o processo assemelha-se com a recristalização estática. Com relação ao tamanho de grão inicial, este pode sofrer um ligeiro refino ou até um engrossamento [46,47].

## 2.5 CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO

A cinética de recristalização pode ser descrita pela fração volumétrica recristalizada ( $X_v$ ) em função do tempo de recozimento. Como pode ser observado na Figura 11, após um período inicial de nucleação, observa-se uma elevação da taxa recristalização posteriormente, o crescimento de novos grãos começa a interferir no crescimento de seus vizinhos, passando a “colidir” com eles. Estas colisões entre os grãos em crescimento são conhecidas como “impingement”. Ao final do processo, a taxa de nucleação diminui [32].



**Figura 11:** Cinética de recristalização durante o recozimento. Adaptado de [32].

Experimentos a respeito da recristalização de metais deformados possuem complicações em suas execuções, análises e interpretações por diversos fatores, tais como: resolução espacial limitada, competição entre vários processos simultaneamente, a restauração de dados necessários para acessar as propriedades estudadas, entre outros [49]. Neste sentido, a modelagem e a simulação são ferramentas importantes, pois permitem criar

cenários simplificados e dar acesso completo ao pesquisador a todo o processo estudado.

### 2.5.1 Teoria fenomenológica de Johnson e Mehl, Avrami e Kolmogorov – JMAK

O ponto de partida da teoria de JMAK é modelar a nucleação e o crescimento dos grãos recristalizados individualmente levando em consideração que eles crescessem independentemente um do outro ou seja, que o crescimento de um grão não tem nenhuma interferência no crescimento do seu grão vizinho. Sendo assim, volume total recristalizado adquirido por este caminho é bem maior do que o volume real recristalizado e, é conhecido como volume estendido,  $V_E$ . Esta quantidade  $V_E$  é geralmente dividida pelo volume total da matriz onde ocorrem os crescimentos dos grãos, o resultado desta divisão é a fração volumétrica estendida,  $V_{VE}$ . Para calcular  $V_{VE}$  é necessário definir a taxa de nucleação, a forma e a taxa de crescimento dos grãos estendidos. O segundo passo da teoria consiste em relacionar a fração volumétrica estendida,  $V_{VE}$ , à fração volumétrica real,  $V_V$ . Isto pode ser feito com uma relação geométrica matematicamente exata, para uma distribuição espacial aleatória dos núcleos, de acordo com as Equações 3 e 4:

$$V_V = 1 - \exp(-V_{VE}) \quad (3)$$

Ou de forma mais geral:

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

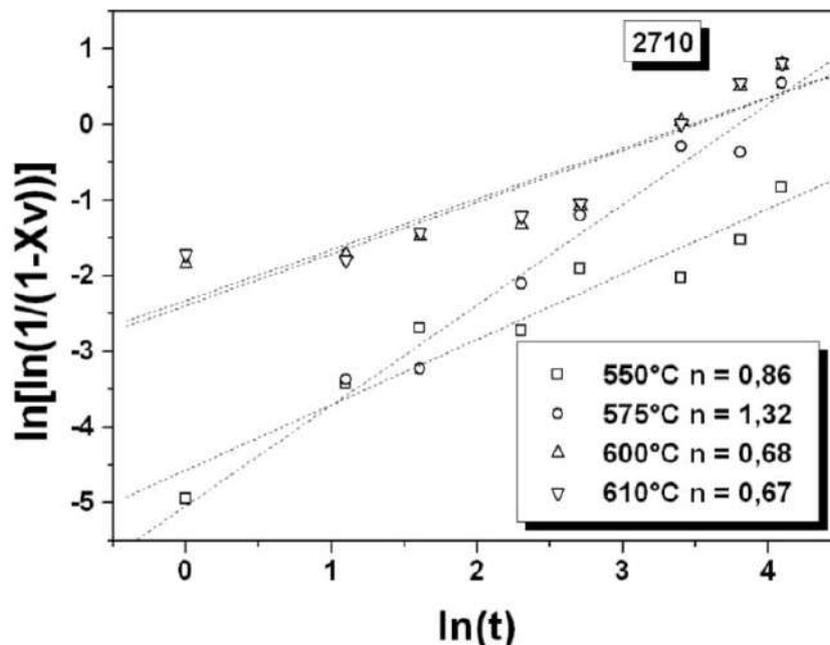
Onde 'k' é o expoente de Avrami, 't' é o tempo de recozimento e 'n' é uma constante que pode variar de acordo com a dimensão do sistema

analisado conforme a Tabela 2. A Equação 4 é frequentemente denominada de equação generalizada de JMAK.

**Tabela 2:** *Varição do expoente de Avrami (n), em função da dimensão do sistema analisado e do tipo de nucleação [50].*

| Dimensão da análise | Saturação dos sítios | Nucleação constante |
|---------------------|----------------------|---------------------|
| 3D                  | n = 3                | n = 4               |
| 2D                  | n = 2                | n = 3               |
| 1D                  | n = 1                | n = 2               |

É possível determinar de forma experimental os valores de k e n, fazendo-se um gráfico de  $\ln\{\ln [1 / (1 - X_v)]\}$  versus  $\ln(t)$ , este gráfico é conhecido como plote de Avrami [51], podemos observar na Figura 12 um exemplo do plote de Avrami para um aço 2710 deformado e recozido.



**Figura 12:** *Plote de Avrami para o aço CSN 2710 com redução a frio de 90% recozido nas temperaturas indicadas [51].*

A teoria JMAK tem sido utilizada de maneira a apresentar o perfil da cinética de recristalização. Sua fundamentação física se baseia em algumas suposições, como: Taxa de crescimento de grão constante e uniforme; Formatos dos núcleos são considerados esféricos e o crescimento isotrópico; Núcleos localizados aleatoriamente dentro da matriz.

De acordo com Assis [52], existem situações em que estas suposições não condizem com a verdade podendo acarretar erros na análise experimental. Cita-se como exemplo, a suposição de nucleação aleatória em materiais que contêm precipitados, maclas ou bandas de deformação. Resultados experimentais e teóricos sugerem que os núcleos surgem preferencialmente nos nestes locais de maior energia. Outro ponto que não é levado em consideração pelo modelo JMAK é a existência de gradiente de deformação e alta EDE no material. Tanto a gradiente de deformação, quanto, a alta EDE são fatores que ocasionam decréscimo de velocidade média das interfaces. Este fator ocorre porque a velocidade dos grãos decresce ao entrar em uma região menos deformada do gradiente (menor força motriz). A competição entre recuperação e recristalização também tem forte influencia na cinética de recristalização, pois, ocorre a diminuição global da força motriz para recristalização.

### *2.5.2 Caminho Microestrutural*

Tendo em vista as limitações do modelo JMAK, diversos pesquisadores apresentaram ajustes ao modelo com a finalidade de aplica-lo a casos mais complexos. O caminho microestrutural apresentado por DeHoff [54] é um conceito importante para analisar a cinética de recristalização. De maneira sucinta, a análise do caminho microestrutural é uma abordagem que utiliza vários parâmetros microestruturais junto com  $S_v$  para possibilitar que os pesquisadores estimem as características de nucleação e determinem as taxas médias globais de crescimento durante a recristalização. Para que a abordagem de caminho microestrutural seja bem sucedida é imprescindível o desenvolvimento de modelos apropriados e precisos de nucleação e

crescimento [53]. A grandeza  $S_{VE}$  (fração de superfícies por unidade de volume estendida) pode ser calculada com auxílio da Equação 5:

$$S_{VE} = Bt^m \quad (5)$$

Sendo “t” o tempo de recozimento e “B” e “m” constantes da equação. A fração de superfícies por unidade de volume estendida pode ser calculada em função da fração de superfícies por unidade de volume real, assim como a fração de grãos recristalizados por unidade de volume. A partir desse princípio, DeHoff [54], sugeriu a relação da área superficial recristalizada por unidade de volume ( $S_v$ ) em função do tempo com a seguinte equação:

$$S_v = (1 - \exp(-Kt^n))Bt^m \quad (6)$$

A partir da Equação 6, Vandermeer [53] sugeriu o método de se relacionar a fração volumétrica real com a fração de superfícies por unidade de volume, conhecido como modelo do caminho microestrutural, que pode ser representado pela Equação 7:

$$S_v = C(1 - V_v)^q \quad (7)$$

Onde “C” é uma constante referente ao fator geométrico de crescimento e “q” é uma constante utilizada para descrever o tipo de nucleação, sendo 2/3 para saturação de sítios e 4/3 para nucleação constante.

## 2.6 TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

Materiais policristalinos podem possuir grãos com diferentes orientações cristalográficas de seus vizinhos. Ao analisar os grãos de maneira geral, os mesmos podem apresentar orientações que não formam um padrão, ou seja, distribuídas de forma aleatória ou podem estar concentradas em uma ou mais orientação particular [37]. A Textura cristalográfica ou, simplesmente, textura é um termo que diz respeito à orientação preferencial dos grãos, as variações de orientação presentes dentro dos grãos e a determinação da natureza das interfaces presentes. O conhecimento sobre a textura de um material é essencial para a completa caracterização de sua microestrutura e previsão de suas propriedades físicas [37].

Orientações preferenciais ou textura podem ocorrer de maneira natural ou serem produzidas [56]. O surgimento da textura ocorre primeiramente durante a solidificação do material e posteriormente por processamento termomecânico [55]. A deformação plástica imposta por processos de conformação ocorre por meio do deslizamento de planos ou maclação, que ocorre para as direções mais favoráveis, e geram a rotação do reticulado cristalino. Em alguns casos a textura de deformação ocorre a partir de núcleos pré-definidos no material deformado, próximo aos locais de maior energia armazenada.

Podem ocorrer também alterações na textura de um material deformado quando o mesmo é submetido a um recozimento. Em temperaturas menores ou em tempos muito curtos, onde há a predominância do processo de recuperação, pouca ou nenhuma alteração na textura pode ser observada. Entretanto quando a temperatura e o tempo de recozimento são maiores, o processo de recristalização promove uma nova textura, denominada: textura de recristalização. Durante o subsequente crescimento normal dos grãos, poucas mudanças podem ser notadas na textura [37].

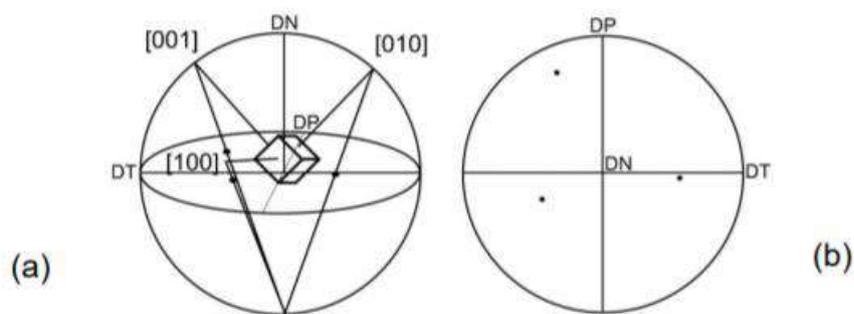
Existem algumas técnicas de caracterização cristalográfica, a forma mais tradicional de avaliação da textura cristalográfica dos materiais é certamente a difração de raios x, embora esta técnica seja muito usada em

ciência dos materiais, sua resolução espacial é muito ruim não permitindo determinar a orientação de um grão em particular. Por outro lado, a técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET) possui uma excelente resolução espacial, da ordem de nanômetros, adequadas a avaliação intragranular, entretanto a região de análise em uma amostra é muito pequena, da ordem de alguns microns [37]. Porém a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) acoplada a um microscópio eletrônico de varredura (MEV) possui resolução espacial compatível com o tamanho de grão, permitindo conhecer a “microtextura”, população de orientações individuais relacionada a detalhes de microestrutura, e a “mesotextura”, textura entre grãos ou geometria do contorno de grão [37].

### 2.6.1 Representação da textura cristalográfica

As duas formas de representação da textura cristalográfica mais utilizadas atualmente são as figuras de pólo e funções de distribuição de orientação (FDO). Nestas representações, a orientação dos grãos (g) é dada pela notação dos índices de Miller  $\{hkl\}$  e  $\langle uvw \rangle$  ou pelos ângulos de Euler  $\phi_1$ ,  $\Phi$  e  $\phi_2$  [57].

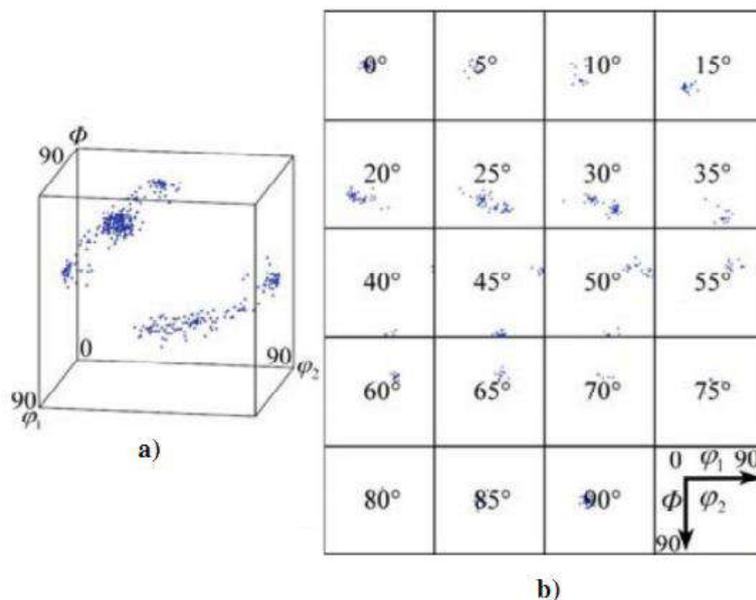
Figuras de pólo (Figura 13) são projeções estereográficas que representam a densidade dos polos, ou normais a um determinado plano, em relação a um dado conjunto de planos cristalográficos.



**Figura 13:** (a) Representação da projeção esferográfica de uma figura de pólo família  $\{100\}$  de um cristal cúbico; (b) Figura de pólo da projeção. [57]

Tais projeções são apresentadas em termos de um sistema de eixos de referência. Para a deformação por ECAP tais projeções são apresentadas em termos dos eixos: DP, DN e DT, que descrevem respectivamente as direções de prensagem, normal e transversal. É importante ressaltar que cada figura de pólo faz referência a apenas um plano  $\{hkl\}$ . Apesar das figuras de pólo serem bastante úteis, mas as informações que nelas contêm são limitadas e semi-quantitativas, pois os grãos podem sofrer rotações ao redor de um pólo particular [58].

Essas informações podem ser obtidas com auxílio da Função de Distribuição de Orientações (FDO), que especifica a frequência de ocorrência de (ou probabilidade de se encontrar) determinadas orientações  $\{hkl\} \langle uvw \rangle$  em uma amostra do material. Esta probabilidade, numa amostra sem textura, é igual à unidade. A orientação de um cristal é definida por três ângulos de Euler ( $\varphi_1, \Phi$  e  $\varphi_2$ ), os quais constituem três rotações consecutivas que, aplicadas aos eixos X, Y e Z do cristal, torna-os coincidentes com os eixos DL, DT e DN da chapa ou amostra do material, respectivamente. A notação mais usada para os ângulos de Euler foi proposta por Bunge, conforme apresentada na Figura 14.



**Figura 14:** Esquema ilustrativo mostrando a) Espaço tridimensional de Euler e b) as secções tiradas deste espaço conhecida como notação de Bunge.

Adaptado de [58].

## 2.6.2 *Textura de Deformação*

Durante uma deformação plástica a estrutura cristalina sofre sucessivas rotações por meio do deslizamento dos cristais ao longo de certas direções cristalográficas para orientações mais favoráveis, formando assim a chamada textura de deformação. O processamento ECAP utiliza tensões cisalhantes elevadas que implicam no escoamento do material, deformando sua estrutura, causando fragmentação e rotação de grãos e subgrãos, causando efeitos diretos na textura final de deformação do material processado.

O comportamento do material durante os processos de recuperação e recristalização está relacionado com a textura de deformação, sendo assim mecanismos de deformação podem ser estudados por meio da análise da textura de deformação [59]. A distribuição e a intensidade dos componentes da textura de deformação são dependentes principalmente, da orientação inicial dos grãos antes da deformação, do tipo de conformação e da temperatura de trabalho [60]. Chen [59] em seu trabalho observa que a intensidade da textura de deformação é elevada juntamente com o aumento do nível de deformação do material, de modo que os grãos vão se alinhando de acordo com as características de plasticidade cristalográfica.

Materiais metálicos com estrutura cúbica de corpo centrado podem apresentar variadas texturas de deformação dependendo de fatores como: o tipo de metal, sistemas de deslizamentos preferenciais, a fração do material recristalizada, a geometria do processo de conformação e a quantidade de maclas de deformação [59,61].

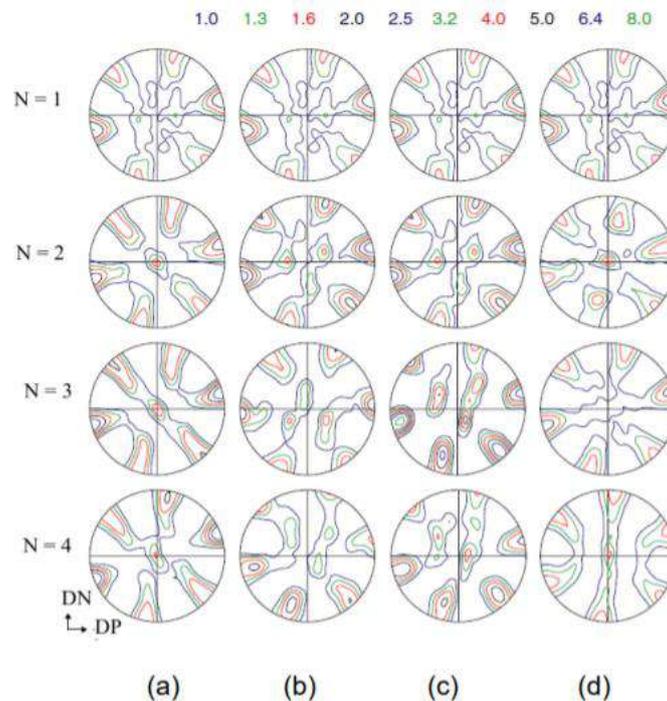
A Tabela 1 lista as orientações ideais para materiais cúbicos de corpo centrado (CCC) deformados por ECAP e os ângulos de Euler descrevem as posições de cada componente nas FDOs. Após múltiplas deformações, a textura desenvolvida se desvia daquelas formadas por cisalhamento, o tarugo sofre até duas rotações ao redor de diferentes eixos entre passes consecutivos, e logo as orientações cristalográficas de cada grão são alteradas antes de cada passe.

**Tabela 3:** Orientações ideais para materiais cúbicos de corpo centrado (CCC) deformados por ECAP e suas posições relativas nas FDOs [63].

| Notação            | $\{hkl\}\langle uvw \rangle$                  | Ângulos de Euler ( $^{\circ}$ ) <sup>a</sup> |        |             |
|--------------------|---|--|--------|-------------|
|                    |   | $\varphi_1$                                  | $\Phi$ | $\varphi_2$ |
| $D_{1\theta}$      | $(\bar{1}\bar{1}2)[111]_{\theta}$             | 99,74/279,74                                 | 45     | 0           |
|                    |   | 9,74/189,74                                  | 90     | 45          |
| $D_{2\theta}$      | $(11\bar{2})[111]_{\theta}$                   | 170,26/350,26                                | 45     | 0           |
|                    |   | 80,26/260,26                                 | 90     | 45          |
| $E_{\theta}$       | $(110)[\bar{1}\bar{1}1]_{\theta}$             | 135  | 35,26  | 45          |
| $\bar{E}_{\theta}$ | $(\bar{1}\bar{1}0)[\bar{1}\bar{1}1]_{\theta}$ | 315  | 35,26  | 45          |
| $J_{\theta}$       | $(110)[\bar{1}\bar{1}2]_{\theta}$             | 15/135/255                                   | 54,74  | 45          |
| $\bar{J}_{\theta}$ | $(\bar{1}\bar{1}0)[\bar{1}\bar{1}2]_{\theta}$ | 75/195/315                                   | 54,74  | 45          |
| $F_{\theta}$       | $\{110\}\langle 001 \rangle_{\theta}$         | 45/225                                       | 45     | 0           |
|                    |   | 135/315                                      | 90     | 45          |

<sup>a</sup> mostrados para  $\varphi_2 = 0^{\circ}$  e  $45^{\circ}$ .

Para melhor entender a formação da textura, Li [64] realizou estudo para avaliar o efeito das rotas de deformação ECAP sobre a textura do aço IF. O ângulo entre os canais era de  $90^{\circ}$  o mesmo utilizado no presente trabalho. As figuras de pólo (110) resultantes da evolução da textura experimental no decorrer dos 4 passes são mostradas na Figura 15.



**Figura 15:** Figuras de pólo (110) mostrando as texturas experimentais no aço IF no decorrer de 4 passes de deformação. (a) Rota A (a) Rota B<sub>A</sub> (a) Rota B<sub>C</sub> (a) Rota C. [64]

### 2.6.3 Textura de recristalização

Componentes de textura preferenciais podem ser formas após a recristalização primária dos materiais metálicos, a ela danos o nome de textura de recristalização. A formação deste tipo de textura pode ser determinada pela: orientação dos novos grãos ou pelas taxas de nucleação e crescimentos dos novos grãos. A nucleação e o crescimento podem atuar de maneiras distintas na formação da textura de recristalização [37]. Sendo assim, podemos dividir a textura de recristalização em duas linhas de pesquisa: nucleação orientada e crescimento orientado. Na nucleação orientada, a nucleação de novos grãos ocorre com maior frequência em regiões de orientações particulares, formando assim componentes de uma determinada textura. Já no crescimento orientado, grãos nucleados possuem orientações aleatórias, porém crescem apenas aqueles que possuem uma determinada componente de textura. Em alguns casos a textura de deformação ocorre a partir de núcleos pré-definidos no material deformado, próximo aos locais de maior energia armazenada. A textura de recristalização pode ser formada de acordo com o local onde foi nucleado o futuro grão.

Os metais CCC, apresentam uma variação limitada de texturas de recristalização. A textura apresentada por materiais com estrutura CCC após a recristalização consiste nas fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  com variações apenas na intensidade de cada uma delas [55]. Emren em seu trabalho [65] com um aço IF, a orientação de recristalização podia ser descrita em função das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$ , assim como o material deformado, entretanto grande parte da fibra  $\alpha$  foi eliminada durante a recristalização, especialmente na faixa de  $\{001\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$  a  $\{112\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ , enquanto que a fibra  $\gamma$  permaneceu relativamente inalterada.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAL

As amostras de aço IF estabilizado ao titânio foram fornecidos pela Companhia Siderúrgica Nacional (CSN). A chapa foi obtida por laminação a quente em múltiplos passes no campo austenítico, abaixo da temperatura de 1070°C, seguido de resfriamento ao ar e retirado da linha após o esboço. A chapa foi fornecida nas dimensões de 400 x 200 x 38 mm, A partir desta chapa foram cortados e usinados corpos de prova paralelamente à direção de laminação, no formato de paralelepípedos retangulares com dimensões de 10 x 10 x 70 mm. A Tabela 2 apresenta o resultado da análise química do material fornecido pela CSN.

**Tabela 4:** Composição química do aço IF estabilizado ao titânio (% em peso).

|           |           |           |           |           |           |           |
|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| <b>C</b>  | <b>Mn</b> | <b>P</b>  | <b>S</b>  | <b>Si</b> | <b>N</b>  | <b>Al</b> |
| 0,003     | 0,172     | 0,011     | 0,005     | 0,011     | 0,0025    | 0,049     |
| <b>Ti</b> | <b>O</b>  | <b>Ni</b> | <b>Cr</b> | <b>Mo</b> | <b>Nb</b> | <b>V</b>  |
| 0,069     | 0,0054    | 0,004     | 0,002     | 0,002     | 0,001     | 0,003     |

#### 3.2 MÉTODOS

##### 3.2.1 Processo ECAP

No processamento ECAP os corpos de prova de aço IF estabilizado ao titânio foram lubrificados e forçados a escoar por dois canais de secção transversal igual e constante no interior de uma matriz bipartida, sofrendo deformações de natureza de cisalhamento simples conforme passam pela zona

de interseção entre os dois canais. As rotas utilizadas no processamento foram as rotas B<sub>A</sub> e foram realizados três passes consecutivos de deformação com uma taxa de 5mm / min. A deformação acumulada após o terceiro passe foi de  $\epsilon_3 = 3,57$ , sendo esta calculada utilizando a Equação 2 da seção 2.2 do presente estudo.

O processamento ECAP foi realizado no Laboratório de Ensaio Mecânicos da EEIMVR/UFF, utilizando os seguintes equipamentos e materiais:

1. Máquina de Tração e Compressão universal EMIC DL-60000 com capacidade máxima de carga de 600 KN;
2. Uma matriz bipartida de aço ferramenta H13 com dois canais idênticos com seção transversal de 10x10 mm formando um ângulo de 90° e possuindo um raio de endossamento dos canais de 5 mm;
3. Inicialmente foi utilizado uma punção de aço ferramenta H13, temperado, porém o mesmo não suportava a carga de compressão imposta pelo segundo passe de processamento. Sendo assim foi substituído por um punção de Aço Prata temperado;
4. O Lubrificante utilizado durante o ensaio foi uma graxa de alto desempenho de sulfonato de cálcio, NEX VG-EP fabricada pela Efficax Brasil.

### 3.2.2 *Recozimento*

Com a finalidade de se determinar a temperatura de recozimento ideal, onde fosse possível identificar todas as etapas do processo de recristalização, foi realizado um estudo prévio. Tal estudo consistiu em submeter amostras deformadas ao recozimento utilizando as temperaturas de 500°C, 550°C, 600°C, 650°C, 700°C, 725°C, 750°C e 800°C durante 60 minutos. Com base nos resultados de dureza foi constatado que no recozimento à 600°C, há o início do amolecimento do material. Sendo assim, com o objetivo de estudar a recristalização em períodos de tempos mais longos, a temperatura de 600°C foi como a temperatura de recozimento para o estudo da cinética de recristalização do presente estudo.

Posterior a escolha da temperatura de recristalização, as amostras deformadas por ECAP foram cortadas numa máquina de corte de precisão Buehler modelo IsoMet® 1000 na dimensão de 10 x 10 x 5 mm a uma velocidade de 300 rpm e sob a carga de 100 g. Em seguida, as amostras destinadas ao recozimento foram encapsuladas a vácuo, separadamente, em tubos de quartzo de 12,5mm de diâmetro.

As amostras do aço IF foram recozidas a temperatura de 600°C durante os tempos de: 15, 30, 60, 120, 180, 240 e 360 min em um forno elétrico sem controle de atmosfera. Estas condições foram escolhidas com o objetivo de avaliar a cinética de recristalização logo nos primeiros estágios e observar a influência do tempo de recozimento, na microestrutura.

### *3.2.3 Preparação Metalográfica*

As amostras deformadas e recozidas foram embutidas a quente numa embutidora Buehler modelo SimpliMet® 1000 utilizando resina fenólica Struers de uso geral. Posteriormente as amostras foram lixadas manualmente em uma lixadeira com disco giratório, utilizando lixas de granulometria 400, 600, 800, 1000, 1200 e 1500 mesh.

Em seguida as amostras foram submetidas a polimento utilizando solução de polimento contendo 1,5 litros de água DI, 30 ml de sílica coloidal de 1µm e 10ml de detergente neutro Ypê. O polimento foi realizado em uma politriz automática a uma velocidade de 250 RPM e com uma força de 25N, não foi utilizada água durante o processo polimento, apenas a solução de polimento, com a finalidade de umedecer o pano e detergente neutro Ypê para lubrificação. O polimento foi realizado durante 10 minutos.

O ataque químico para revelar a microestrutura das amostras deformadas foi realizado com Nital 3%. O tempo de imersão previsto foi da ordem de 30 s. Após o ataque as amostras foram lavadas em água corrente e, em seguida secadas com o uso de ar quente.

Todos os equipamentos utilizados estão instalados no Laboratório de Caracterização Microestrutural da EEIMVR/UFF.

#### *3.2.4 Microscopia Óptica*

Após preparação metalográfica, as amostras foram observadas utilizando-se um microscópio óptico LEICA modelo DM IRM equipado com uma câmera DM IRM acoplada a um analisador de imagens LEICA QWin instalado no Laboratório de Caracterização Microestrutural da EEIMVR/UFF.

#### *3.2.5 Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV*

A microestrutura das amostras foi observada e avaliada com auxílio dos microscópios eletrônicos de varredura com filamento de LaB<sub>6</sub>, EVO MA10 da Zeiss que se encontra instalado no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da EEIMVR/UFF e JSM-6610LV da JEOL instalado no Laboratório de Materiais Mercosul da empresa PSA GROUP.

Os microscópios foram operados no modo de elétrons retroespalhados e elétrons secundários, com tensão de aceleração do feixe de elétrons variando de 10-20 kV.

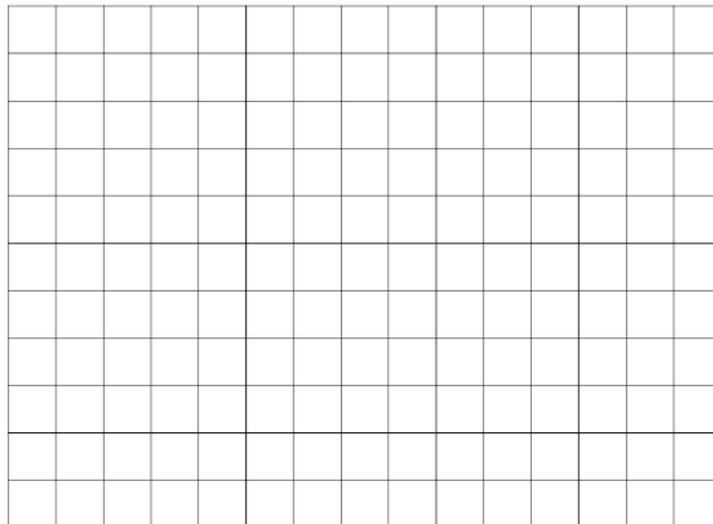
#### *3.2.6 Difração de Elétrons Retroespalhados – EBSD*

A textura cristalográfica foi analisada com o auxílio da técnica de difração de elétrons retroespalhados (Electron Backscattered Diffraction - EBSD), através de um sistema da EDAX com câmera de alta velocidade Hikari, no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica (LMME) da EEIMVR/UFF. A determinação das orientações dos elementos presentes na microestrutura foi realizada por meio da indexação das linhas de Kikuchi

geradas pela interação entre o feixe de elétrons e as amostras. O passo de varredura utilizado nas análises (step size) foi de 0,5 µm, a aceleração do feixe de elétrons variou entre 20 e 25 kV e uma ampliação de 2000X. Os dados foram captados por meio do software TSL OIM Data Collection e analisados com o software TSL OIM Analysis para o cálculo do tamanho de grãos, das diferenças de orientação, e também para a construção das figuras de pólo e funções de distribuição de orientação (FDO).

### 3.2.7 Metalografia Quantitativa

Para o modelo JMAK, foi preciso calcular  $V_v$  - fração volumétrica recristalizada. Foi empregada a metodologia de DeHoff que consiste na sobreposição de uma grade de 192 pontos (Figura 16) sobre as 10 micrografias de cada amostra. A fração volumétrica foi calculada segundo a Equação 8.

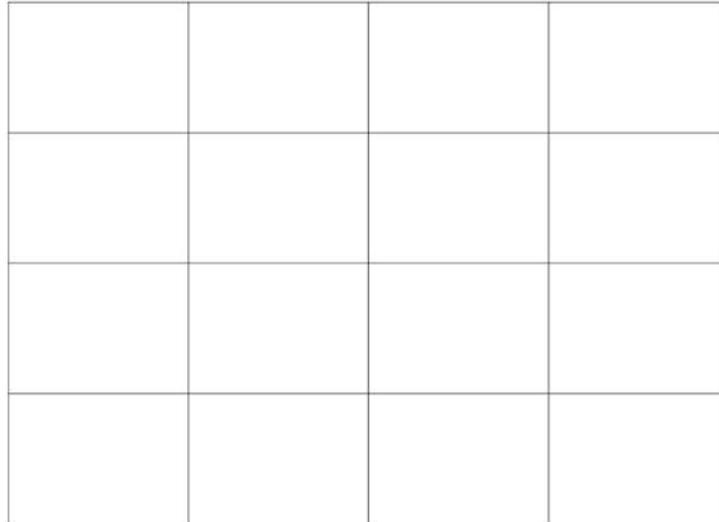


**Figura 16:** Metodologia de DeHoff grade de sobreposição de 192 pontos.

$$P_p = V_v \quad (8)$$

Onde  $P_p$  é a fração dos pontos contidas dentro das regiões recristalizadas. Essa fração é a razão entre a quantidade de pontos localizados em áreas recristalizadas e o total de pontos da grade.

Para o modelo do Caminho Microestrutural, foi necessário o cálculo de da área superficial por unidade de volume  $S_v$ . Foi utilizada uma grade de 5 horizontais e 5 verticais (Figura 17) sobre as mesmas 10 micrografias do material. Em cada linha realizou a contagem da quantidade de interseções ocorridas entre as regiões recristalizadas e recuperadas, essa quantidade de interseções é denominada de  $P_L$ . Com auxílio da relação da Equação 9 é possível calcular a área superficial recristalizada por unidade de volume.



**Figura 17:** Metodologia de DeHoff grade de sobreposição 5 x 5.

$$S_v = \frac{P_L}{n^{\circ} \text{ de linhas} \times \text{comprimento da linha}} \quad (9)$$

O erro experimental foi calculado a partir do desvio padrão das medidas. Foi utilizado o erro absoluto, conforme indica a regra de quantificação de erro para medidas experimentais. O erro absoluto é a razão entre o dobro do desvio padrão e a raiz quadrada do número de medidas realizadas, como apresenta a Equação 10.

$$\text{erro absoluto} = \frac{2 \sigma}{\sqrt{n}} \quad (10)$$

Onde  $\sigma$  é o desvio padrão e n o número de medidas realizadas em uma mesma amostra.

### 3.2.8 *Dureza de Vickers*

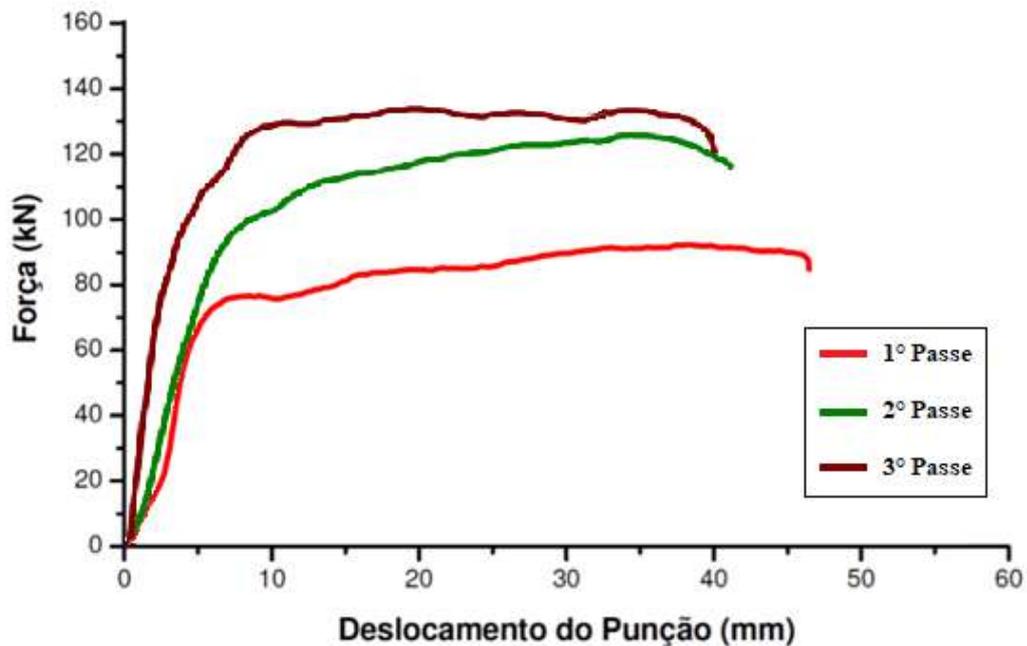
O ensaio mecânico de dureza de Vickers foi realizado a fim de se determinar a evolução das propriedades mecânicas e a energia armazenada, de maneira indireta, na seção transversal das amostras. Foi criado um mapa de dureza utilizando o ensaio mecânico de dureza de Vickers, em um mapa de 15 x 15 com 225 medições. Para tal, utilizado no ensaio o microdurômetro da Shimadzu modelo HVM-2T instalado no LMME na EEIMVR/UFF, as impressões Vickers foram realizadas com carga de 100 gf durante 30 s.

## **4. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Este capítulo tem por objetivo apresentar os resultados da caracterização microestrutural e da textura cristalográfica do aço IF estabilizado ao titânio processado via ECAP na rota BA em três passes de processamento e após o recozimento a 600°C nos tempos de 15, 30, 60, 120, 180, 240 e 300 minutos. Os resultados são apresentados utilizando gráficos, micrografias obtidas pela técnica de microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura no modo de elétrons retroespalhados, por mapas de orientação, figuras de pólo e FDO.

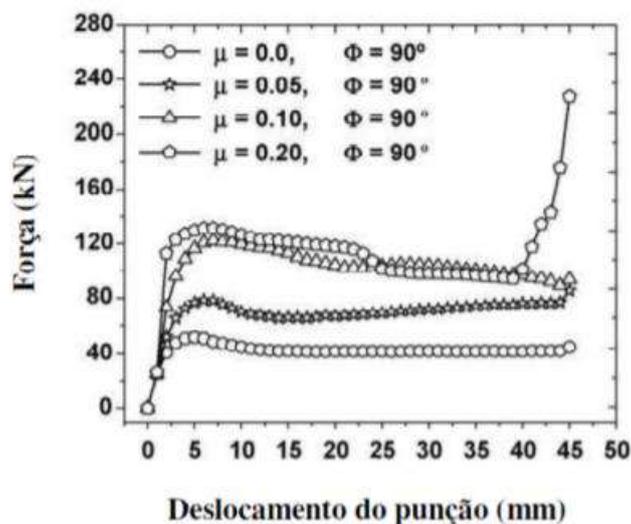
### **4.1 CURVA FORÇA VERSUS DESLOCAMENTO DO PUNÇÃO**

A Figura 18 apresenta o gráfico experimental de força versus deslocamento do punção, mostrando a evolução da força de prensagem do primeiro ao terceiro passe de deformação ECAP do aço IF na rota BA. Na faixa de 0 a 10 mm de deslocamento do punção, observou-se um rápido aumento da força em todos os 3 passes de deformação. Este se caracterizou como o aumento mais expressivo e está associado à deformação causada pela passagem da porção inicial do tarugo em direção ao canal de saída da matriz, que segundo Alves [56], possui características de forjamento. Este processo tem seu fim após o corpo de prova passar completamente pela intersecção dos canais, passando a sofrer deformação de cisalhamento, esta etapa pode ser observada após os 10 mm de deslocamento do punção, onde verificamos uma tendência à estabilização da força de prensagem.



**Figura 18:** Gráfico experimental de força versus deslocamento do punção para o primeiro passe de deformação do aço IF processado via ECAP a partir das rotas  $B_A$ .

Medeiros et al [66] via simulação computacional, obteve para o aço IF, a previsão de força de prensagem em função das condições de atrito da matriz para o primeiro passe do processo ECAP utilizando a matriz com  $\Phi = 90^\circ$ . A Figura 19 apresenta o gráfico de força versus deslocamento do punção dos resultados de sua simulação, mostrando a dependência entre a força de prensagem e as condições de atrito da matriz. Observe que a curva obtida para o coeficiente de atrito ( $\mu$ ) igual a 0,05 se assemelha a forma e valores de força obtidos experimentalmente para o primeiro passe de deformação neste estudo.



**Figura 19:** Simulação computacional da força de compressão em função das condições de atrito da matriz ECAP  $\Phi = 90^\circ$ , adaptado de [66].

Silva [67] em seu trabalho realizou o processamento ECAP na mesma matriz utilizada neste estudo, e observou valores de força de prensagem que indicam coeficiente de atrito próximos a 0,05, quando comparados ao estudo de Medeiros [66]. Sendo assim, pode-se concluir que a lubrificação utilizada neste estudo possui valores de coeficiente de atrito próximos a 0,05.

É observado também quando avaliamos o gráfico apresentado na Figura 16, um elevado aumento da força de prensagem em relação ao primeiro passe de deformação, fato este esperado devido ao encruamento do material após as deformações impostas pelo o primeiro passe. O aumento de resistência do material ao processo ECAP após o primeiro passe chegou a 44,7%, passando de 84,7 KN de carga máxima de prensagem para 122,6 KN no segundo passe. A Tabela 5 apresenta as forças máximas impostas aos tarugos durante o ECAP nos três passes de deformação. As curvas de processamento referentes ao segundo e terceiro passe, apresentam comportamento similar, porém ainda é observado um aumento de resistência do material devido ao encruamento decorrente também após o segundo passe, o que culminou em um novo aumento de aproximadamente 11% da força de processamento do terceiro em relação ao segundo passe.

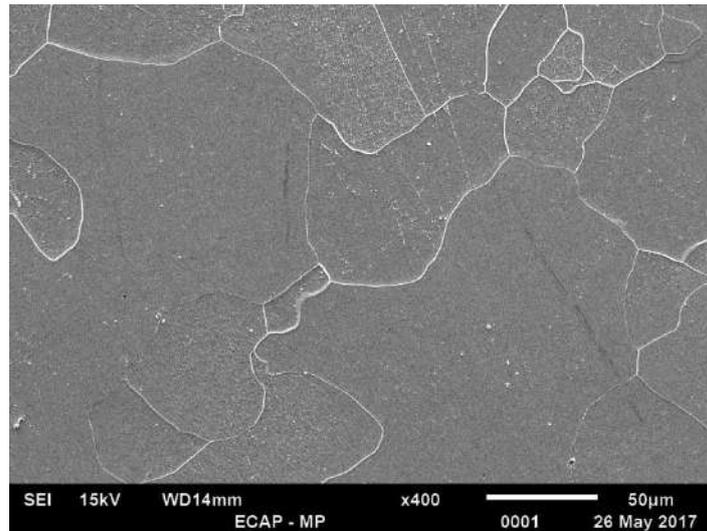
**Tabela 5:** Relação entre a força máxima e o passe de deformação ECAP.

| <b>Passe</b> | <b>Força Máxima (KN)</b> | <b>Taxa de Aumento em Relação ao Passe Anterior (%)</b> |
|--------------|--------------------------|---|
| 1° Passe     | 84,7 KN                  | -   |
| 2° Passe     | 122,6 KN                 | 44,7 %  |
| 3° Passe     | 136,3 KN                 | 11,2 %  |

## **4.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL E DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA – PROCESSO ECAP ROTA B<sub>A</sub>**

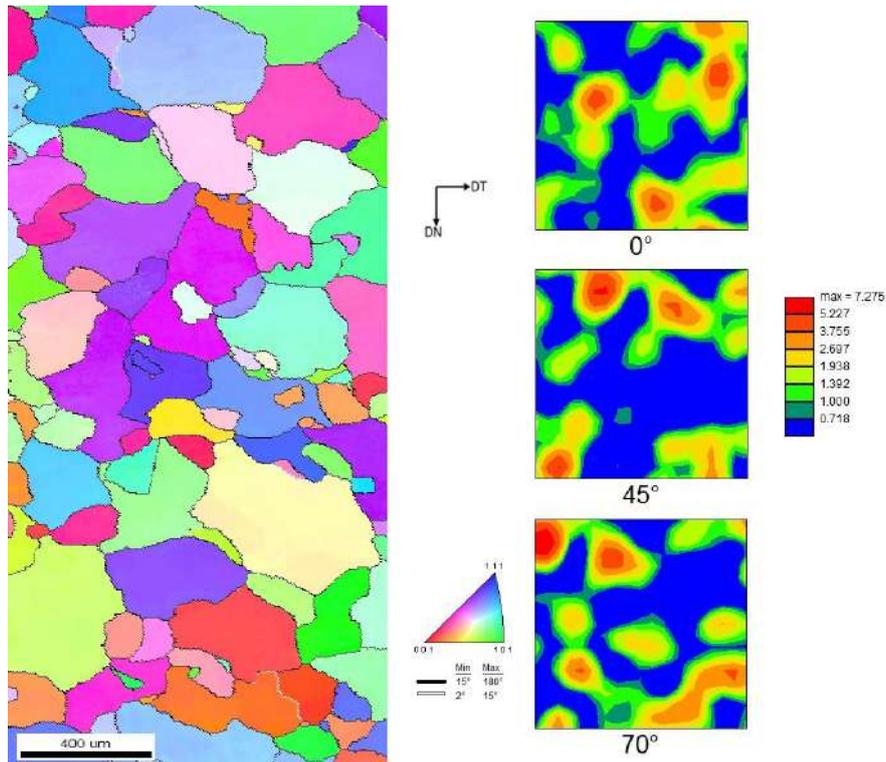
### *4.2.1 Material de Partida – MP*

O material de partida utilizado no presente estudo é uma chapa de aço IF estabilizado ao titânio, proveniente de um processo de laminação a quente no campo austenítico ( $\pm 1070^{\circ}\text{C}$ ) em múltiplos passes, com resfriamento a ar e deformação acumulada  $\epsilon = 2,2$  e uma dureza de  $93 \pm 11$  Vickers. O mesmo material foi caracterizado por Lins e colaboradores [68] num estudo que procurou identificar as principais componentes cristalográficas. A Figura 20 apresenta uma imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) no modo de elétrons retroespalhados, da secção transversal em relação à direção de laminação da chapa onde é possível identificar uma microestrutura de uma matriz de grãos poligonais resultantes da transformação da fase austenita para ferrita decorrentes do processo de laminação a quente.



**Figura 20:** Micrografia do material de partida da secção transversal (plano DT-DP). MEV – imagem no modo elétrons retroespalhados, 15 kV.

Na imagem obtida através de microscopia por imagem de orientação na mesma secção (Figura 21a), foi possível identificar uma microestrutura com tamanho de grão da ordem de  $58 \pm 15 \mu\text{m}$  e uma fração de menos de 5% contornos de baixo ângulo ( $\theta < 15^\circ$ ). A ODF's (Figura 21b) apresentam intensidade aleatória máxima das orientações apresenta valor de 7,3. É importante salientar que intensidades menores que 1 não possuem qualquer significado físico e são considerados artefatos [69]. As baixas intensidades encontradas indicam uma textura bastante fraca e aleatória, o que caracterizava o material como praticamente isotrópico. Foi observado que a componente de textura cubo girado  $\{001\}\langle 110\rangle$  tem certo destaque, a literatura reporta que tal componente surge da transformação primária da componente cubo  $\{001\}\langle 100\rangle$  da austenita em ferrita. Esta é uma forte evidência que o processo de recristalização dinâmica esteve fortemente presente durante a laminação a quente no campo austenítico..

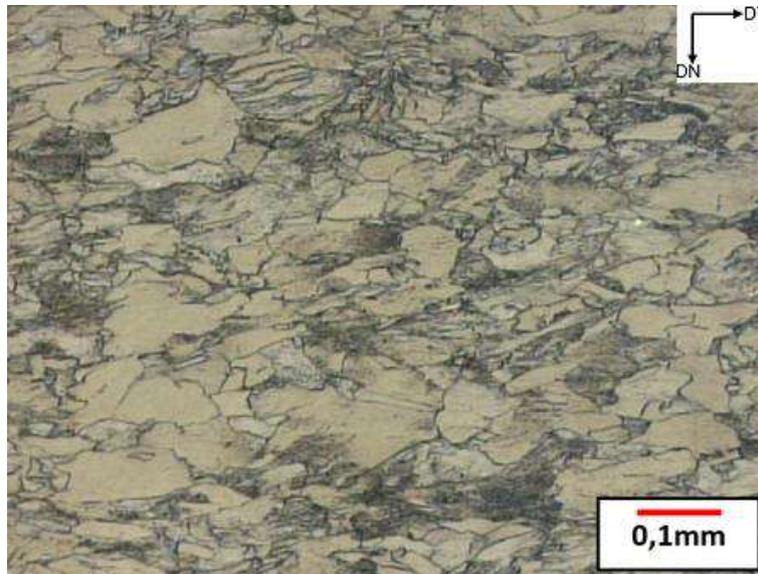


**Figura 21:** Microscopia por imagem de orientação (MIO) da seção transversal da chapa de aço IF: (a) Mapa de orientação, (b) Função de Distribuição de Orientação global da seção transversal material de partida (DL – Direção de laminação).

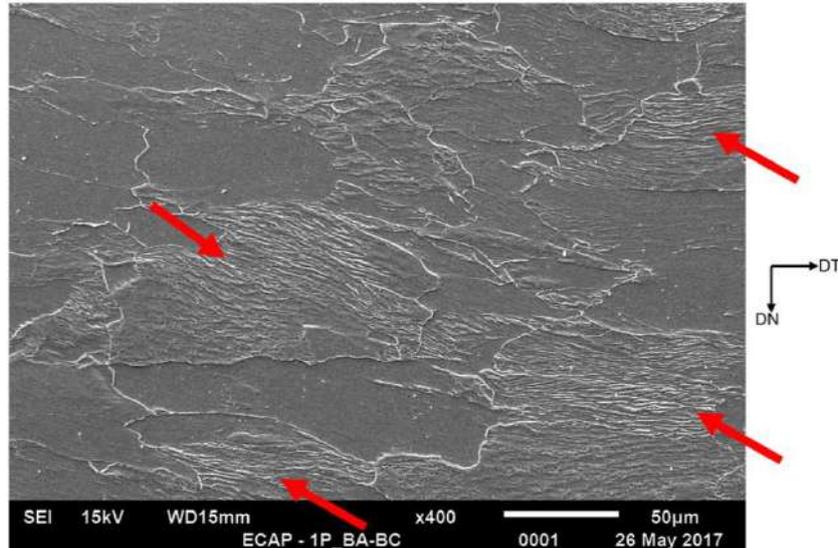
#### 4.2.2 Caracterização do primeiro passe de deformação ECAP

O aço IF apresentou após o primeiro passe de deformação ECAP mudanças microestruturas significativas. A Figura 22 apresenta a microestrutura da seção transversal onde podemos verificar uma microestrutura bastante heterogênea com alto grau de encruamento. Na Figura 23 observamos os grãos com bandas de deformação que atravessam todo o seu comprimento, estas bandas tem a largura da ordem de 5  $\mu\text{m}$ . As bandas de deformação possuem a tendência de aparecer em maior quantidade em materiais com granulometria inicial grosseira, como é o caso do material de partida empregado. No grão mostrado na Figura 24 as subestruturas de deformação partem dos contornos de grão mostrando a influência destas

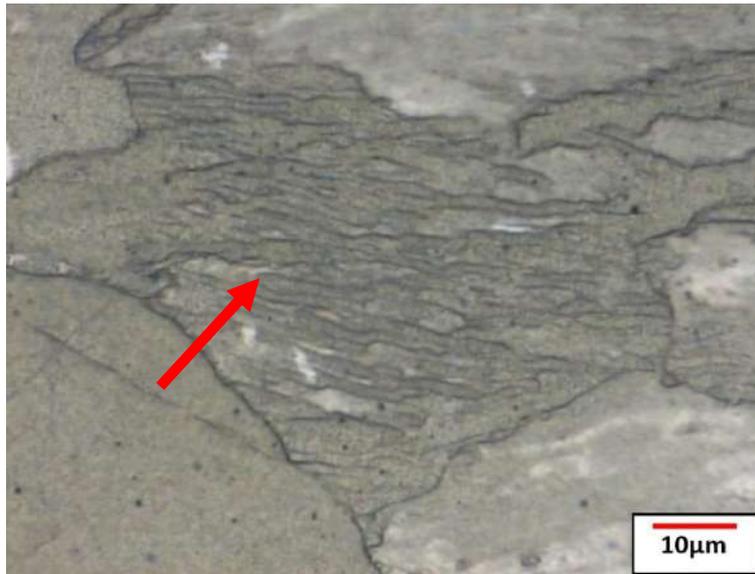
regiões no processo de subdivisão. Como resultado dessa subdivisão é esperado um aumento na fração dos contornos de baixo ângulo no material.



**Figura 22:** Micrografia após o primeiro passe da secção transversal (plano DT-DN). Microscópio Óptico com ampliação de 100X.



**Figura 23:** Micrografia após o primeiro passe, secção transversal, apresentando bandas de deformação (plano DT-DN). MEV – imagem no modo elétrons retroespalhados, 15 kV.



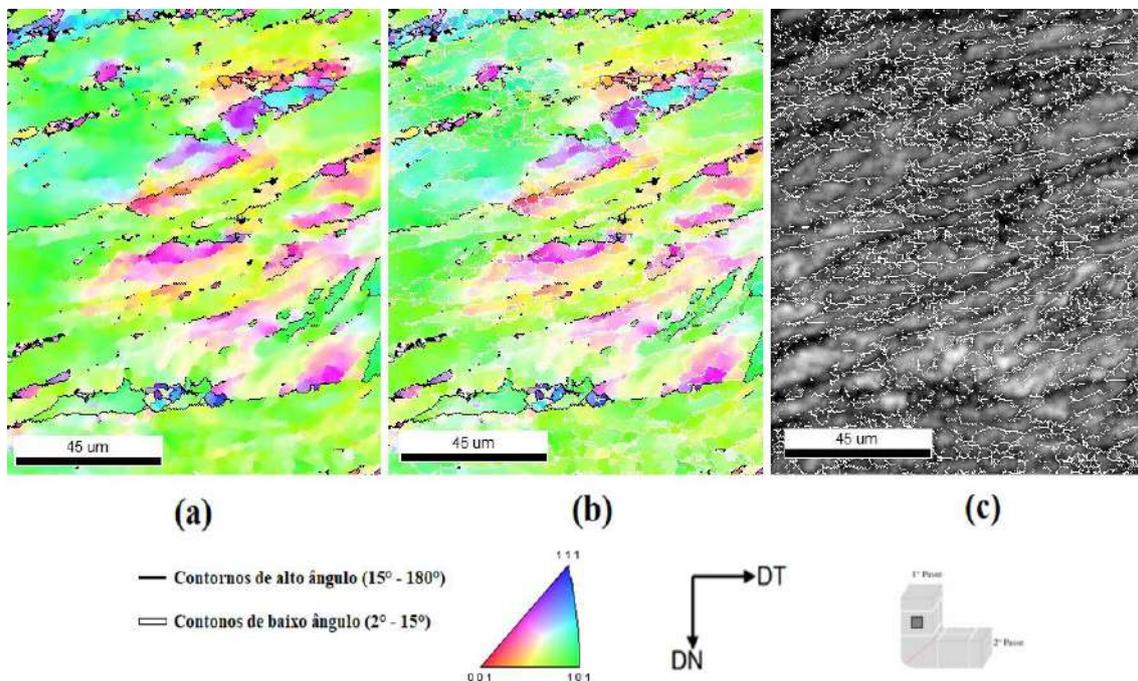
**Figura 24:** *Micrografia após o primeiro passe da secção transversal, apresentando bandas de deformação (plano DT-DN). Microscópio Óptico com ampliação de 1000X.*

Após o primeiro passe de deformação do processo ECAP, segundo os estudos de Gazder et al [70], é esperado um aumento da fração de contornos de grão de baixo ângulo, devido as subestruturas formadas no interior dos grãos decorrentes da deformação cisalhante imposta pelo durante a passagem na interseção entre os canais da matriz. A Figura 25a apresenta o mapa de orientação da secção transversal do material após o primeiro passe de deformação. A análise foi realizada em uma área de 625,0 x 1215,6 ( $\mu\text{m}$ ) utilizando um step size de 1  $\mu\text{m}$ . É observado na Figura 25b uma elevada fração de contornos de baixo ângulo ( $\theta < 15^\circ$ ), proveniente das subestruturas geradas pelo processo de subdivisão dos grãos, tais contornos são representados pelas linhas brancas. O material apresentou após o primeiro passe uma fração de 82% de contornos de baixo ângulo, bem acima dos menos de 5% encontrados no material de partida.

O aumento da fração de contornos de baixo ângulo após o primeiro passe foi relatado anteriormente na literatura [63, 70, 71, 72], cobrindo em torno de 80% das áreas analisadas [70], e esse aumento também foi observado para o aço IF estabilizado ao titânio no presente estudo. Vale ressaltar que a microestrutura gerada a partir da deformação plástica é

constituída geralmente por células de discordâncias equiaxiais (contorno de baixo ângulo, em inglês, Low-Angle Boundaries - LAGBs) agrupadas formando blocos de células (contorno de alto ângulo, em inglês, High-Angle Boundaries - HAGBs). Porém estas dimensões são gradativamente diminuídas com o aumento das deformações como proposto por Petryk e Stupkiewicz (2007).

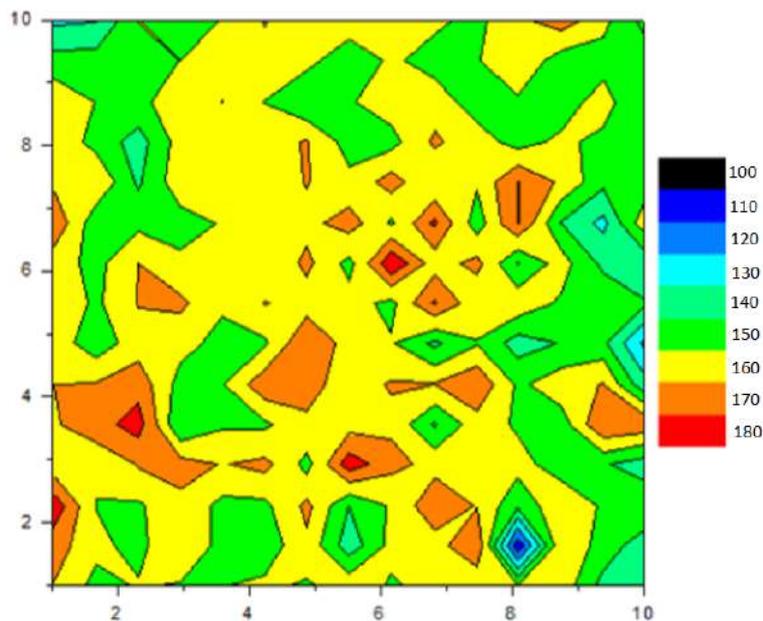
Gazder et al [70] conclui em seu trabalho que a distribuição de contornos tende a se inverter nos passes subseqüentes passando o material a apresentar após sucessivos passes um aumento da fração de contornos de alto ângulo. Na Figura 25a também percebemos que alguns grãos exibiram após o primeiro passe de deformação um padrão aparentemente homogêneo ou mais estável em relação aos grãos vizinhos.



**Figura 25:** Mapa de orientação da secção transversal após o 1° passe de deformação. (a) Mapa de orientação com contornos de grão de alto ângulo; (b) Mapa de orientação com contornos de grão de baixo ângulo; (c) Mapa de qualidade com contornos de grão de baixo e alto ângulo. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.

O mapa de dureza da Figura 26 apresenta a distribuição dos valores de dureza na secção transversal do tarugo após o primeiro passe de deformação. A distribuição de valores de dureza Vickers se apresentou bem heterogênea,

conseqüência da heterogeneidade microestrutural apresentada pelo material após o primeiro passe de deformação. A média dos valores de dureza ficou em  $179 \pm 16$  Vickers bem acima de  $93 \pm 11$  Vickers encontrado para o material de partida. Silva [67] investigando as rotas A e C do processo ECAP encontrou para o mesmo aço IF empregado neste estudo valores médios de dureza de  $182 \pm 18$  Vickers para a secção transversal após o primeiro passe de deformação. Os valores encontrados nestes estudos foram bem próximos, o que era de se esperar por se tratar do mesmo material e do mesmo processo de deformação.

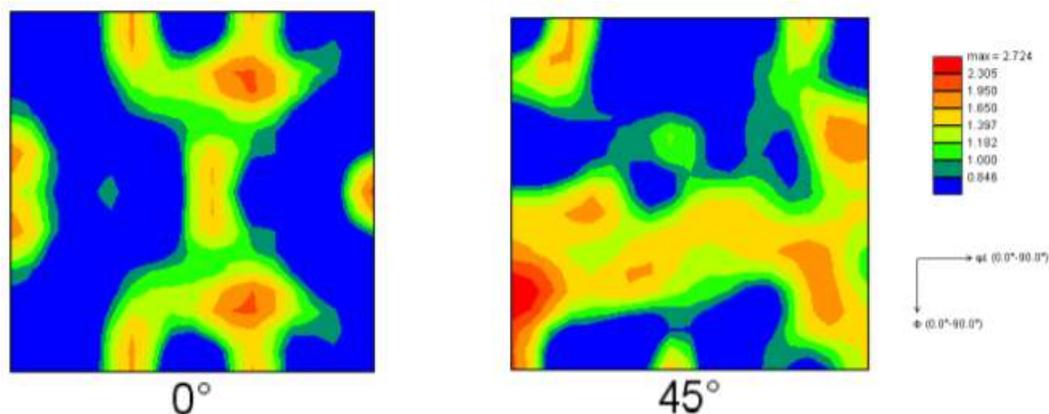


**Figura 26:** Mapa de dureza do material após o primeiro passe do processo ECAP da Secção transversal (plano DT-DN).

O aço IF deformado pela rota  $B_A$ , apresenta um pronunciado aumento na dureza após o primeiro passe de deformação, este fato também foi verificado em outros estudos [67,56] que demonstraram que o maior refinamento microestrutural ocorre no primeiro passe da amostra pela matriz. Esse elevado aumento da dureza do aço IF é relacionado a geração, movimentação e interação de discordâncias resultando em subestruturas complexas. A alta energia de falha de empilhamento (EDE) do material ( $\sim 320$  mJ/m<sup>2</sup>) é também

um fator que possui papel importante, pois neste caso, praticamente não há dissociação das discordâncias presentes, o que facilita os mecanismos de movimentação. Sendo assim existe, durante o processo de deformação, existe a tendência à formação de estruturas celulares de paredes bem definidas e com alta densidade de discordâncias (subgrãos) [32].

A função de distribuição de orientação (FDO) obtida da secção transversal do material após o primeiro passe é apresentada na Figura 27. As FDO's seguem a notação de Bunge para os ângulos de Euler com o ângulo  $\phi_2$  constante. Foram analisadas as seções com valores de  $\phi_2$  iguais a  $0^\circ$  e  $45^\circ$ .



**Figura 27:** Função de Distribuição de Orientação da seção transversal após o 1º Passe de deformação ECAP via rota B<sub>A</sub>.

Por meio delas verificamos que o material apresentou uma textura bastante fraca após o primeiro passe de deformação, esta observação é contrária a alguns trabalhos encontrados na literatura [25,26] em que já no primeiro passe de processamento ECAP o aço IF empregado apresentou o desenvolvimento de textura. Este fato pode estar ligado a alguns fatores como: o material de partida usado nos estudos e as condições distintas de processamento via ECAP. Após o primeiro passe (Figura 27), a textura apresentou maior intensidade na direção  $(\bar{1}\bar{1}2)[111]$  e ao longo da fibra  $\{111\}_\theta$  conhecidas pela literatura referente a textura em ECAP com  $D_1$  é observado também a presença da componente  $\{110\} \langle 001 \rangle$ , esta componente é uma das componentes consideradas ideais em ECAP, e conhecida na literatura como

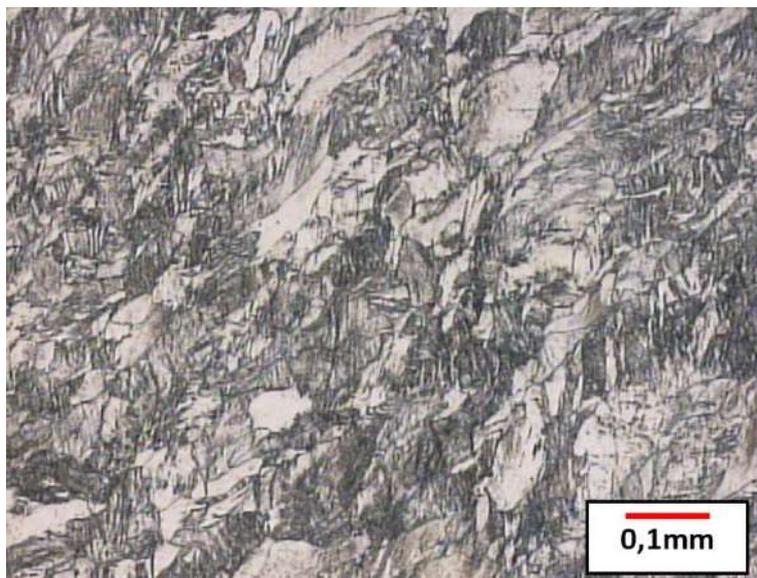
componente  $F_{\theta}$ . São observadas também em outros estudos [67]. É importante salientar que o primeiro passe é comum a todas as rotas ECAP e é esperado que a textura desenvolvida por ela seja coerente com a literatura.

#### 4.2.3 Caracterização do segundo passe de deformação ECAP

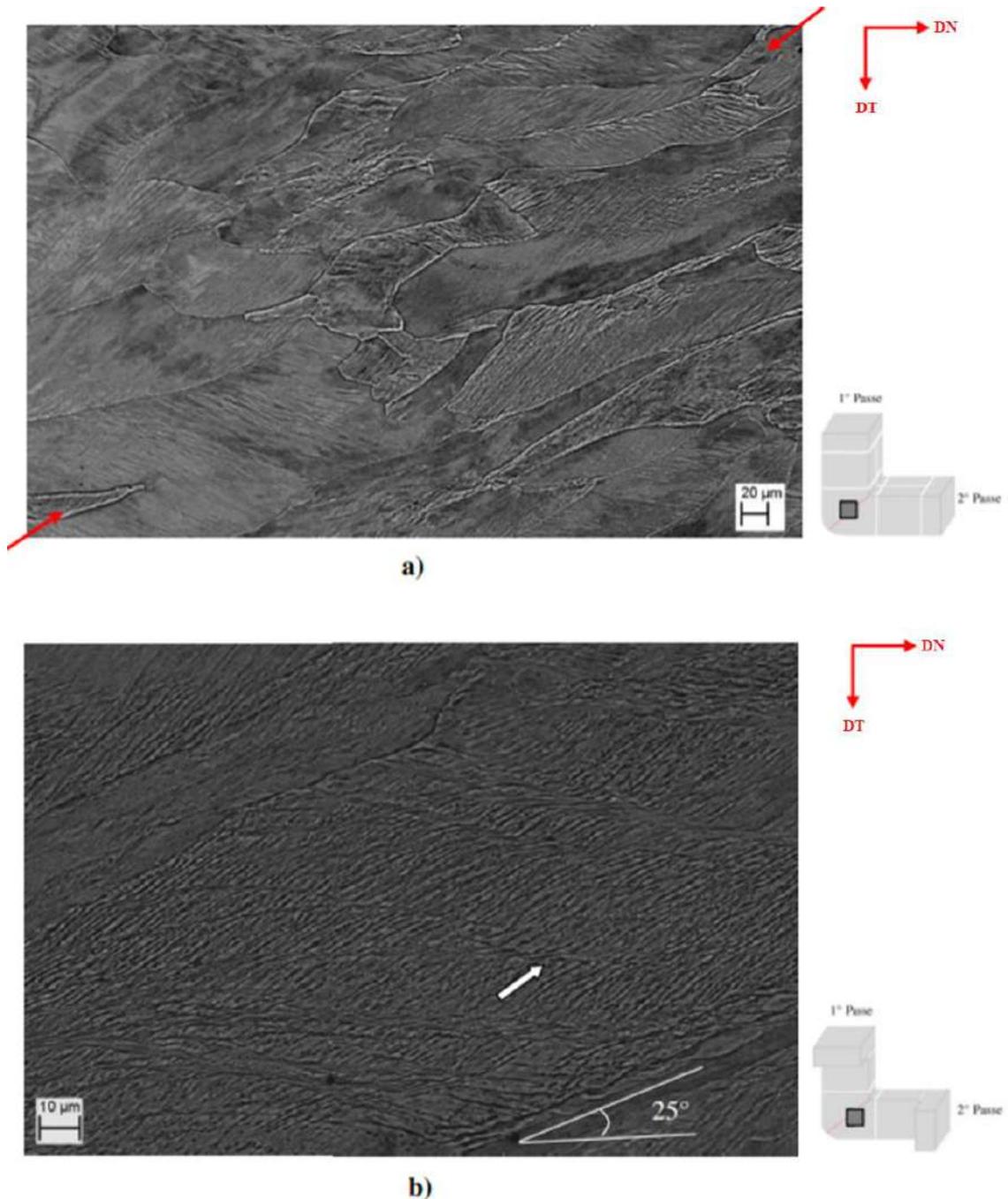
Na micrografia apresentada da seção transversal dos tarugos, podemos perceber que o processo de rotação e alongamento dos grãos foi mais eficaz que no primeiro passe. Foi observado um aumento das bandas de deformação na microestrutura do material em relação ao primeiro passe, 100% dos grãos contidos na microestrutura possuem em seu interior bandas de deformação (Figura 28). Alves [56] em seu trabalho, após analisar a microestrutura da seção longitudinal do aço IF na intersecção entre os canais (zona de cisalhamento) ECAP durante o segundo passe, observa no interior destes grãos bandas de transição finas com espessuras médias da ordem de 1  $\mu\text{m}$ , mostrando o contínuo processo de rotações do retículo cristalino na região de transição. A Figura 29 exhibe a microestrutura da seção longitudinal do tarugo numa região imediatamente após a região de cisalhamento.

Podemos verificar que o grão apresenta uma morfologia lamelar com uma inclinação em torno de 25° em relação ao eixo de prensagem (DP). Esta inclinação se mostra um pouco mais elevada que a inclinação de 19,5° encontrado por Zhu e Lowe [73] para o segundo passe de processamento ECAP usando o modelo desenvolvido por Langdon et al [20] para a previsão do alongamento ao longo do eixo de prensagem. Tal diferença pode estar relacionada ao material empregado que não sofreu grandes mudanças na morfologia após o primeiro passe, fazendo com que estas mudanças fossem iniciadas a partir do segundo passe. No interior do grão alongado em destaque na Figura 29 foram encontradas bandas de transição (seta) que apresentam características que se relacionam com uma rotação gradativa dos cristalitos em decorrência de uma maior rotação das bandas de deformação que perfazem a vizinhança.

Alves [56] conclui em seu trabalho que o processo de alongamento e subdivisão dos grãos prossegue mesmo após o cisalhamento imposto pela rota, gerando uma microestrutura ainda mais refinada. Em termos microestruturais percebe-se que o segundo passe via rota B<sub>A</sub> modificou drasticamente a morfologia dos grãos que mesmo após o primeiro passe não haviam assumido uma morfologia lamelar pronunciada.



**Figura 28:** *Micrografia após o primeiro passe da secção transversal (plano TD-ND). Microscópio Óptico com ampliação de 100X.*



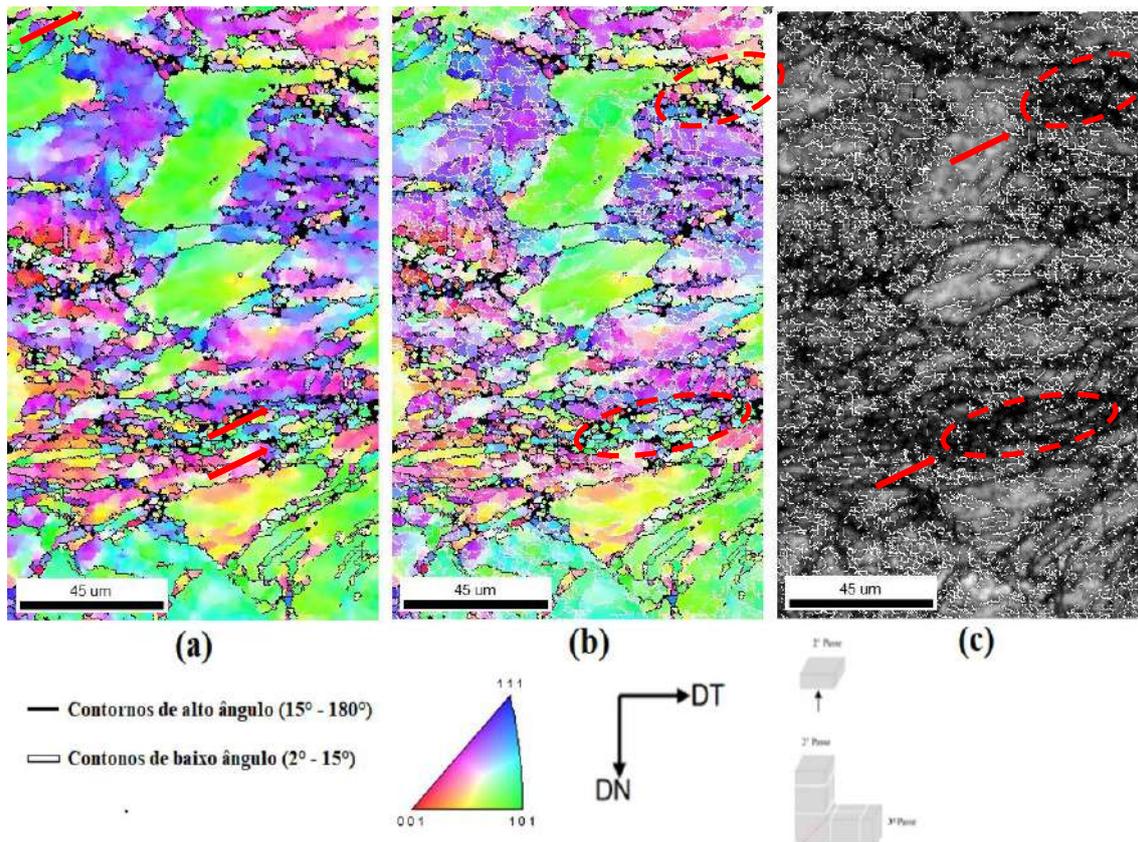
**Figura 29:** *Micrografia do material de partida, secção transversal (plano DT-DN). MEV – imagem no modo elétrons retroespalhados, 15 kV [56].*

Valiev e Langdon [74] sugerem em seu trabalho que os principais mecanismos responsáveis pela evolução microestrutural se dá a partir da fragmentação e rotação dos grãos, segundo modelo de refinamento de grãos proposto por Langdon [74]. Em seu trabalho por meio dos consecutivos passes também foi evidenciado a ocorrência de recristalização dinâmica devido ao

calor gerado pelo atrito presente no sistema. Analisando a microestrutura e comparando com a ilustração esquemática do modelo de refinamento de grãos proposto por *Langdon* [20], foi verificada similaridade. Uma vez que o processo ECAP retém os grãos ou subgrãos alongados devido à baixa variação angular,  $\eta$ . Os planos de cisalhamento se encontram de forma consistente a  $25^\circ$  com a direção de prensagem, quando visto da seção transversal. A microestrutura encontrada está em conformidade com o proposto por *Langdon* [18].

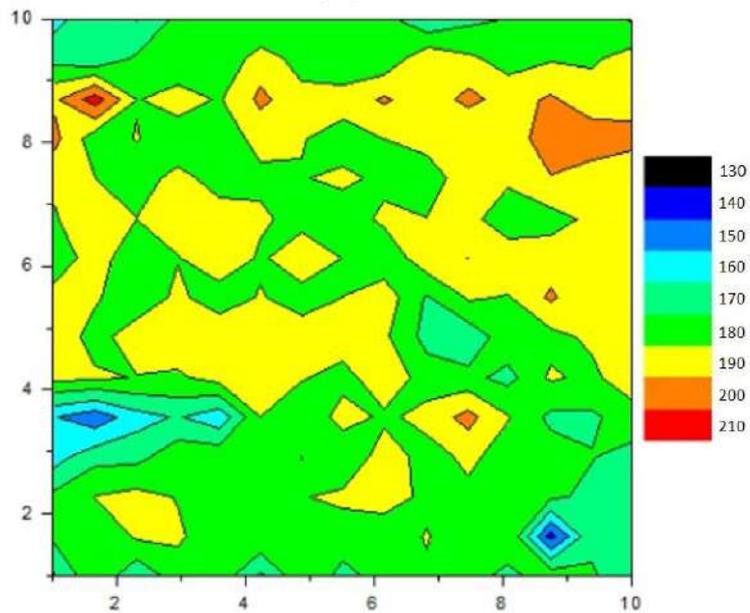
O mapa de qualidade da Figura 30 apresenta uma distribuição de contrastes que destacam os contornos de grão, note que alguns contornos se apresentam mais escurecidos (setas), o que indica um acúmulo de discordâncias num volume próximo a estes contornos de grão. Uma elevada densidade de discordâncias também pôde ser notada em algumas regiões é observada a existência de grãos refinados como indicado pelo círculo. A Figura 30c mostra a distribuição da fração de contornos de grão nesta região. Note que na região em que os grãos se encontram na direção (111) há uma maior concentração de contornos de baixo ângulo bem como maior concentração de deformações. Mostrando que com o início das rotações e alongamento dos grãos iniciam-se também as subdivisões dos grãos.

Foi observada também uma leve queda na fração de contornos de baixo ângulo passando para 69%. A grande quantidade de contornos de baixo ângulo remete ao processo de refinamento microestrutural devido as elevadas tensões impostas no processo. Depois de dois passes de deformação para a rota  $B_A$  foi observado que o refinamento de subgrãos ocorreu, bem como o aumento da fração de contornos de alto ângulo. As áreas alongadas começaram a ser subdivididas pelo HAGBs, enquanto, uma rede de LAGBs ainda estava presente dentro da maioria dos grãos. Porém, a distribuição de LAGBs se mostrava heterogênea, enquanto, alguns poucos grãos maiores apresentavam alta densidade LAGBs outros grãos relativamente menores quase não continham LAGBs.



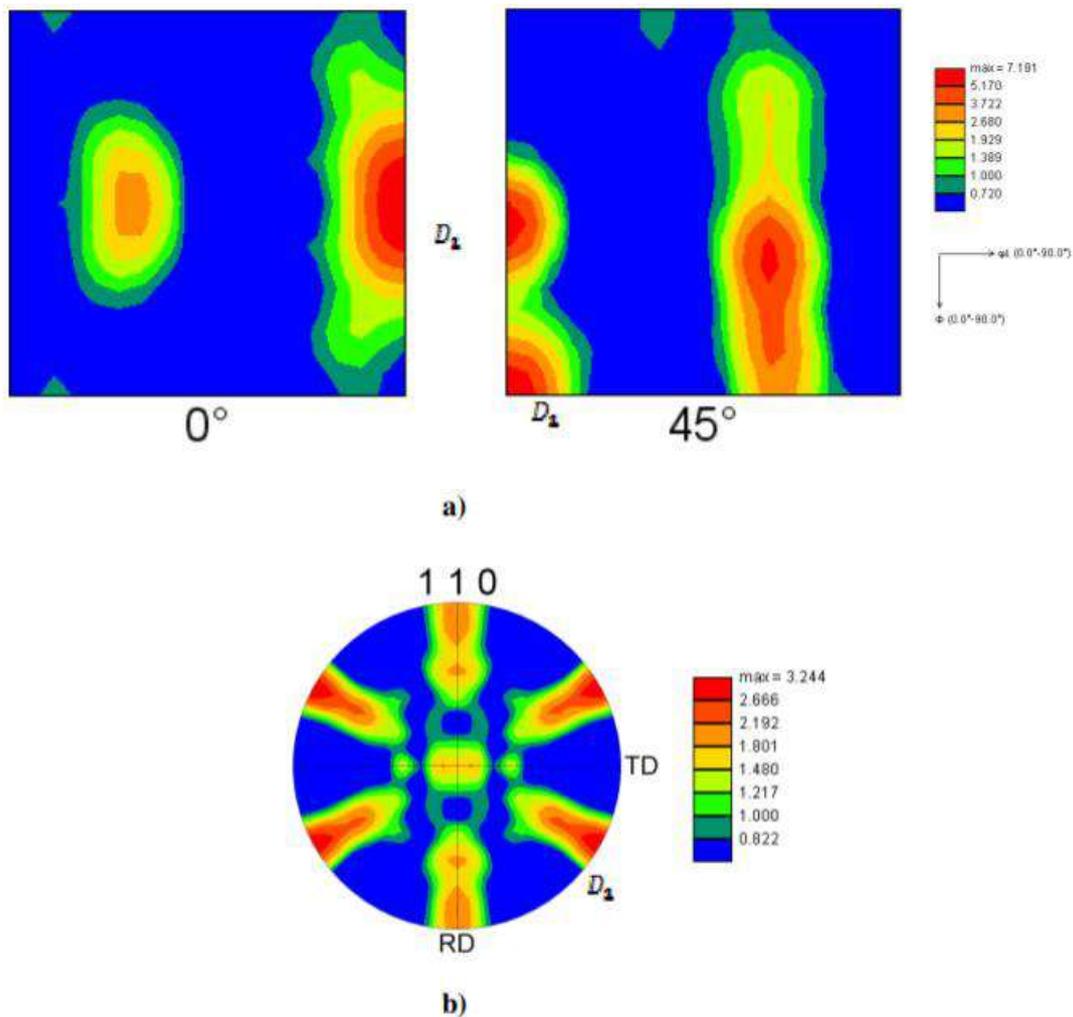
**Figura 30:** Mapa de orientação da secção transversal após o 2º passe de deformação. (a) Mapa de orientação com contornos de grão de alto ângulo; (b) Mapa de orientação com contornos de grão de baixo ângulo; (c) Mapa de qualidade com contornos de grão de baixo e alto ângulo. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.

Estudos referentes à evolução da homogeneidade do alumínio processado via ECAP feitos por Zhu e Langdon [18] utilizando mapas de dureza Vickers observaram que após primeiro passe os mapas de dureza se apresentaram forma heterogênea e se tornaram mais homogênea no decorrer dos passes de processamento. Os mapas de dureza do segundo passe, apresentados na Figura 31, mostram uma distribuição mais homogênea, estando em conformidade com as afirmações de Langdon [74]. A dureza do material após o segundo passe de processamento teve um pequeno aumento passando de  $179 \pm 16$  Vickers (primeiro passe) para  $194 \pm 7$  Vickers, o que se correlaciona com a taxa de encruamento encontrada.



**Figura 31:** Mapa de dureza do material após o segundo passe do processo ECAP rota  $B_A$  da Secção transversal (plano DT-DN).

A Figura 32a apresenta a função de distribuição de orientação ( $\varphi_2 = 0^\circ$  e  $\varphi_2 = 45^\circ$ ) da secção transversal do material posterior a aplicação do segundo passe de deformação. Foi observado uma nova orientação cristalográfica mais intensa ao longo de  $(\bar{1}\bar{1}2)[111]$  e ao longo da fibra  $\{111\}_\theta$  conhecidas pela literatura referente a textura em ECAP com  $D_1$ . A orientação  $F_\theta$  ao longo da fibra  $\{110\}_\theta$  também se encontra presente porem em uma intensidade um pouco menor. A Figura 32b mostra a localização desta orientação na figura de pólo. O surgimento desta orientação foi encontrado por Humphreys et al [32] para um tarugo cilíndrico de aço IF submetido ao processo ECAP nas rotas  $B_A$  e  $B_C$  após o segundo passe. Vale ressaltar que mesmo após dois passes de deformação o aço IF utilizado no presente estudo apresentou uma textura de baixa intensidade considerando a severidade do processo ECAP. O que caracteriza este material como de difícil desenvolvimento de textura.



**Figura 32:** (a) Função de distribuição de orientação ( $\varphi_2 = 0^\circ$  e  $\varphi_2 = 45^\circ$ ) da secção longitudinal após o segundo passe de deformação. (b) Figura de pólo do material.

#### 4.2.4 Caracterização do terceiro passe de deformação ECAP

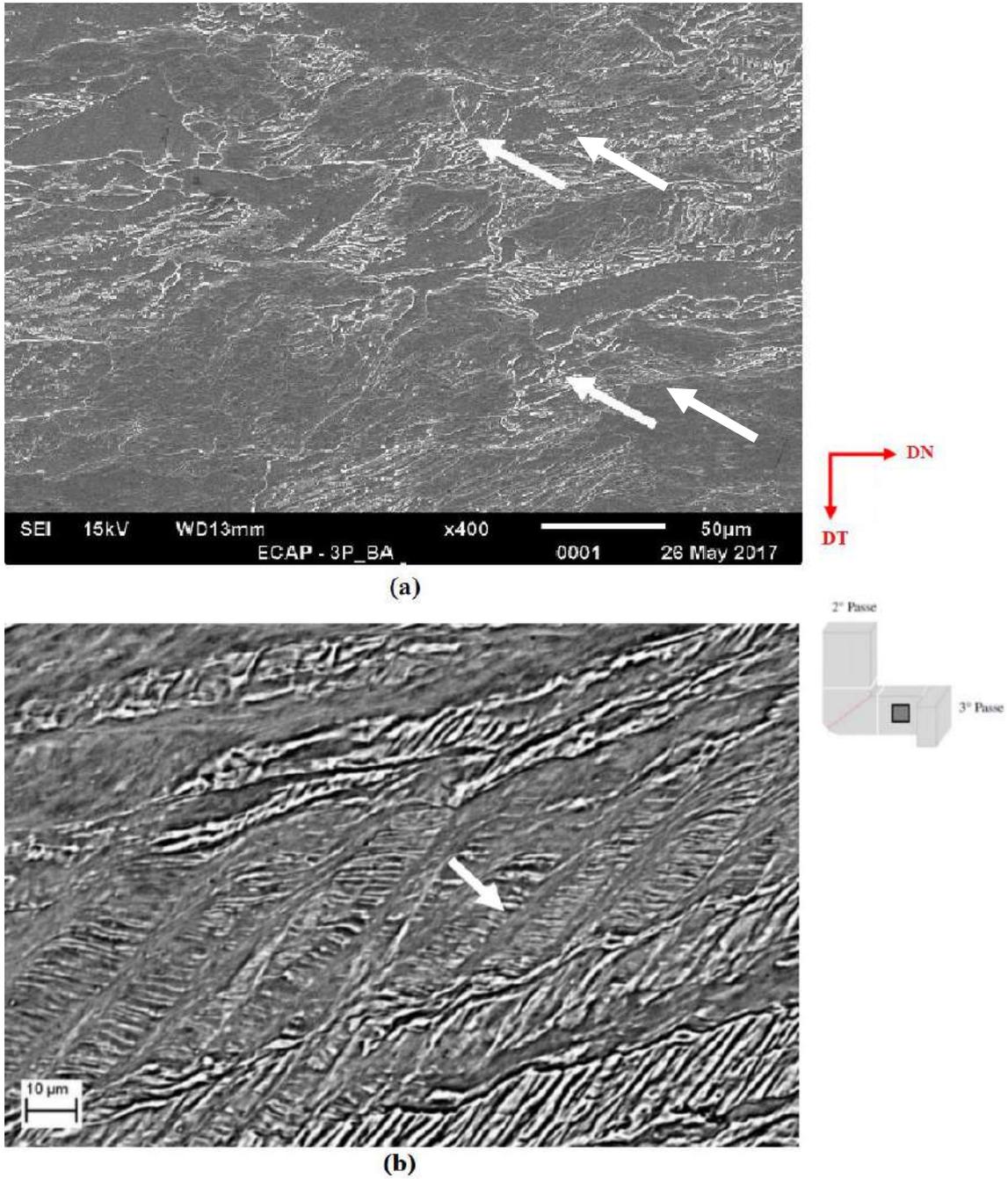
A microestrutura do material após o terceiro passe na rota  $B_A$  apresentou uma microestrutura alongada com uma inclinação em torno de  $20^\circ$  em relação à direção de prensagem valor menor que os  $25^\circ$  encontrados após o segundo passe. Isto confirma que as distorções macroscópicas apresentadas (Figura 33) se desenvolvem a cada passe de deformação uma microestrutura cada vez mais alongada na direção de prensagem. Outro detalhe observado é que a rota  $B_A$  não exhibe características restaurativas para a microestrutura. Isto significa

que para a rota BA a deformação causada por um passe não se cancela em passes subseqüentes, pois os planos de cisalhamento característicos desta rota não se coincidem em sentidos contrários. Por fim, percebemos que a microestrutura não apresentaram grandes diferenças de refinamento em diferentes regiões, onde em todas elas foram encontradas bandas de transição no interior das lamelas formadas (Figura 34).

Apesar de Li et al [64] ter apontado a rota B<sub>A</sub> como a mais eficiente em termos de refinamento microestrutural após o quarto passe de deformação, podemos observar no presente estudo que já no primeiro passe de deformação a rota B<sub>A</sub> se tem um bom de refinamento microestrutural se estabilizando a partir do segundo passe. A microestrutura se apresentou distribuída de forma mais homogênea após o terceiro passe, estando em conformidade com estudos referentes à evolução da homogeneidade em materiais processados via ECAP feitos por Langdon [74].



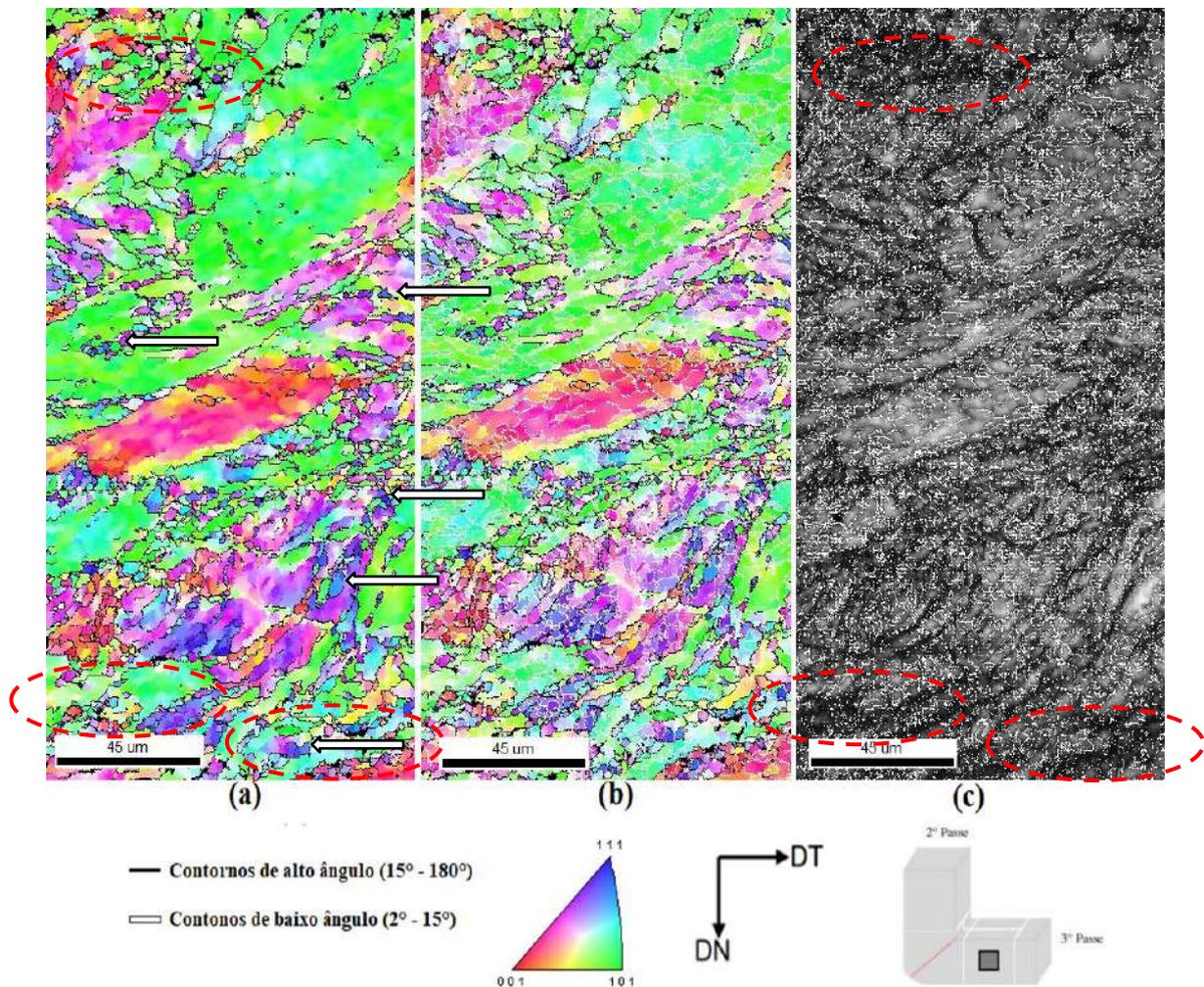
**Figura 33:** *Micrografia após o terceiro passe da rota B<sub>A</sub> da secção transversal (plano TD-ND). Microscópio Óptico com ampliação de 200X.*



**Figura 34:** (a) e (b) Micrografia após o terceiro passe da rota  $B_A$  da secção transversal (plano DT-DP). MEV – imagem no modo elétrons retroespalhados, 15 kV.

Os mapas de orientação da Figura 35a apresentam uma microestrutura de grãos com forte tendência a orientação próximas a (110). Essa orientação é observada com maior frequência e com maiores intensidades no decorrer dos passes, uma forte evidência de que a rota  $B_A$  possui influência direta na textura e tende a orientar seus grãos na direção de (110).

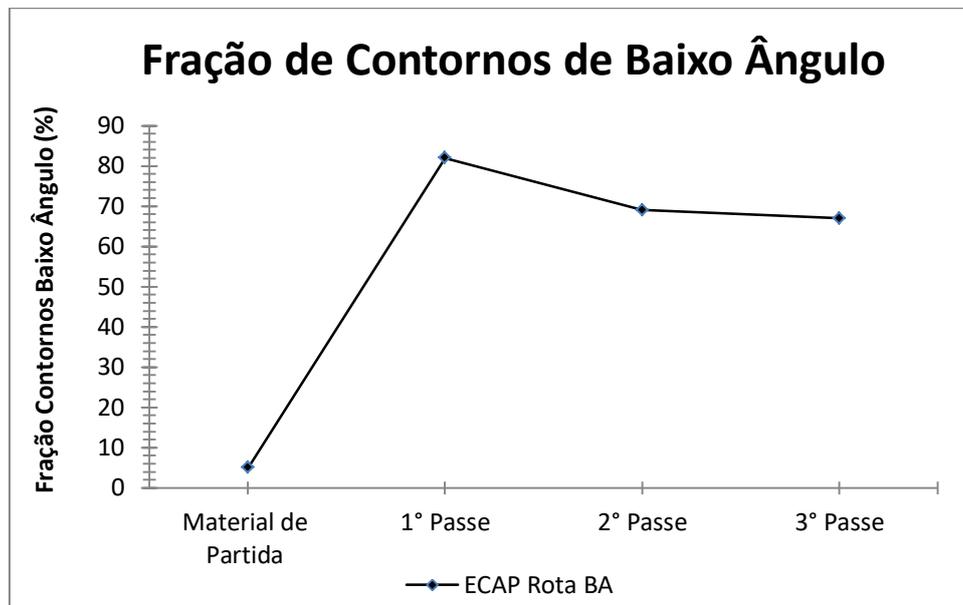
Nas Figura 35b e 35c nota-se que a microestrutura apresenta morfologia com grãos alongados pode-se verificar também a formação de subestruturas no interior dos grãos, microestrutura bem similar a do segundo passe. Essas ocorrências também foram observadas por Aves [56] e Silva [56] que concluiriam em seu estudo que a evolução microestrutural decorrente do processo ECAP se dá devido ao processo de alongamento, subdivisão e rotação dos grãos que ocorre durante o cisalhamento, passagem do material pela intersecção dos canais. A Figura 36 apresenta o gráfico de evolução da fração de contornos de baixo ângulo no decorrer dos três passes, não foi observado uma alteração significativa da fração de contornos de baixo ângulo quando comparado com o segundo passe, resultado que corrobora com a tese de que o processo ECAP se estagna após o segundo passe, tornando este o passe efetivo. A fração de grãos de baixo ângulo ( $2$  à  $15^\circ$ ) observada foi se 67%, apenas 2% abaixo a encontrada após o segundo passe. Tal observação se encontra coerente com os estudos de Gazer [70], que conclui em seu trabalho que após suscetíveis passes de deformação a quantidade de contornos de alto ângulo tende a aumentar, conforme abordado pelo tópico 2.2.3 da revisão da literatura do presente estudo.



**Figura 35:** Mapa de orientação da secção transversal após o 3º passe de deformação. (a) Mapa de orientação com contornos de grão de alto ângulo; (b) Mapa de orientação com contornos de grão de baixo ângulo; (c) Mapa de qualidade com contornos de grão de baixo e alto ângulo. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.

É observado (setas brancas) também o surgimento de pequenas estruturas com alto grau de deformação e um alto grau de diferença de orientação, estando em grande parte orientados em (111). Este fato pode estar ligado a absorção das discordâncias pelo subgrão durante a migração dos subcontornos. Desta maneira, a diferença de orientação aumenta transformando-o em um contorno de alto ângulo. De acordo com Padilha [37],

estes grãos configuram os principais mecanismos de nucleação de recristalização durante o recozimento. Materiais deformados e estruturas com a orientação (111) tendem a favorecer crescimento de grão durante a recristalização [37].

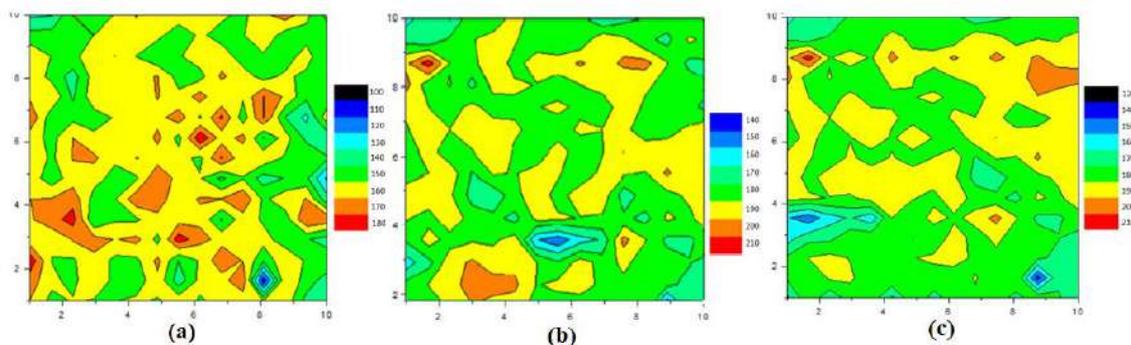


**Figura 36:** Gráfico de evolução da fração de contornos de baixo ângulo no decorrer dos 3 passes da rota B<sub>A</sub>.

As diferenças mais pronunciadas observadas durante a análise microestrutural entre o segundo e terceiro passe foram a tendência a homogeneização do material em relação a textura dos grãos, que tende a ficar mais voltadas para (110) e a alteração na inclinação dos grãos em relação a direção de prensagem. Estes resultados são esperados uma vez que a rota B<sub>A</sub> tende a ativar sempre o mesmo plano de cisalhamento fazendo com que os grãos se tornem mais alongados e tendam a possuir a mesma orientação, podemos observar as Características do cisalhamento associadas às quatro rotas de processamento ECAP na Tabela 1 na revisão da literatura.

A Figura 37 apresenta uma comparação entre os mapas de dureza do material de partida e após os passes de deformação, onde é possível verificar que após o terceiro passe temos uma maior homogeneidade na distribuição dos valores de dureza. A dureza encontrada no material após o terceiro passe

foi de  $200 \pm 4$  HV, estando na mesma faixa de dureza encontrada após o segundo passe de deformação. A evolução da dureza durante os passes de deformação é representada pelo diagrama da Figura 38, em termos absolutos os valores de dureza do terceiro passe não apresentam mudanças significativas a partir do segundo passe. Porém observamos uma queda gradativa do desvio padrão dos valores de dureza desde o primeiro passe de deformação, este fato corrobora também com a idéia de que no decorrer dos passes de deformação ECAP ocorre a tendência a homogeneização do material. Estudos recentes [56,67,76,77] apresentam que o processo ECAP após certa etapa do processo não proporciona evolução na resistência mecânica e nem mesmo refino microestrutural, sofrendo uma estabilização no processo. Por meio de todas as observações referentes a evolução microestrutural (Figura 39) e dos valores absolutos de dureza, pode-se sugerir que o terceiro passe é o passe efetivo para o aço IF estabilizado ao titânio para a rota B<sub>A</sub> do processo ECAP.



**Figura 37:** Mapa de dureza da Secção transversal do aço IF após processamento ECAP pela rota B<sub>A</sub>. (a) Primeiro Passe; (b) Segundo Passe; (c) Terceiro Passe. (plano DT-DN).

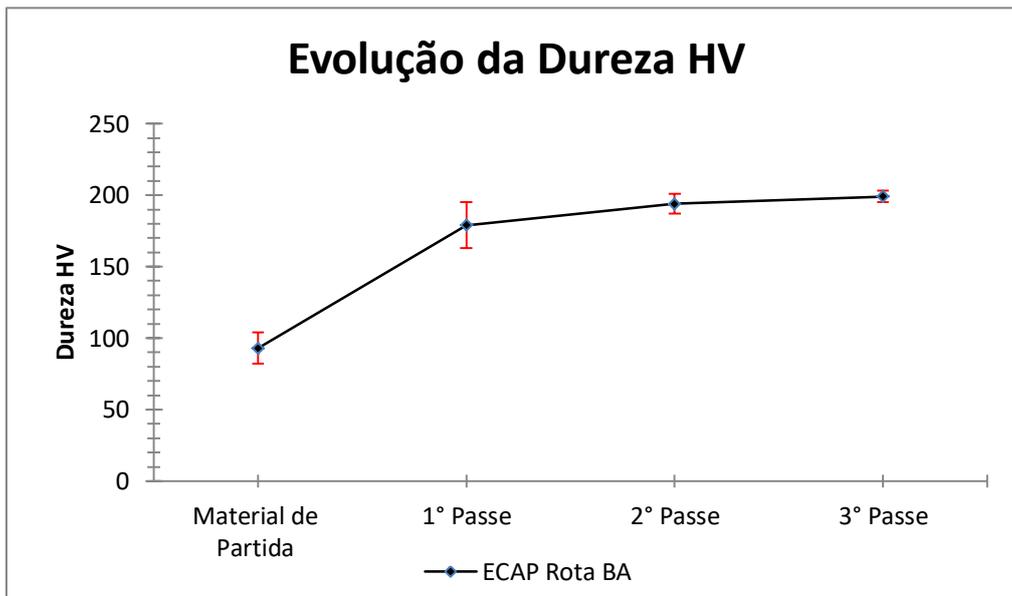
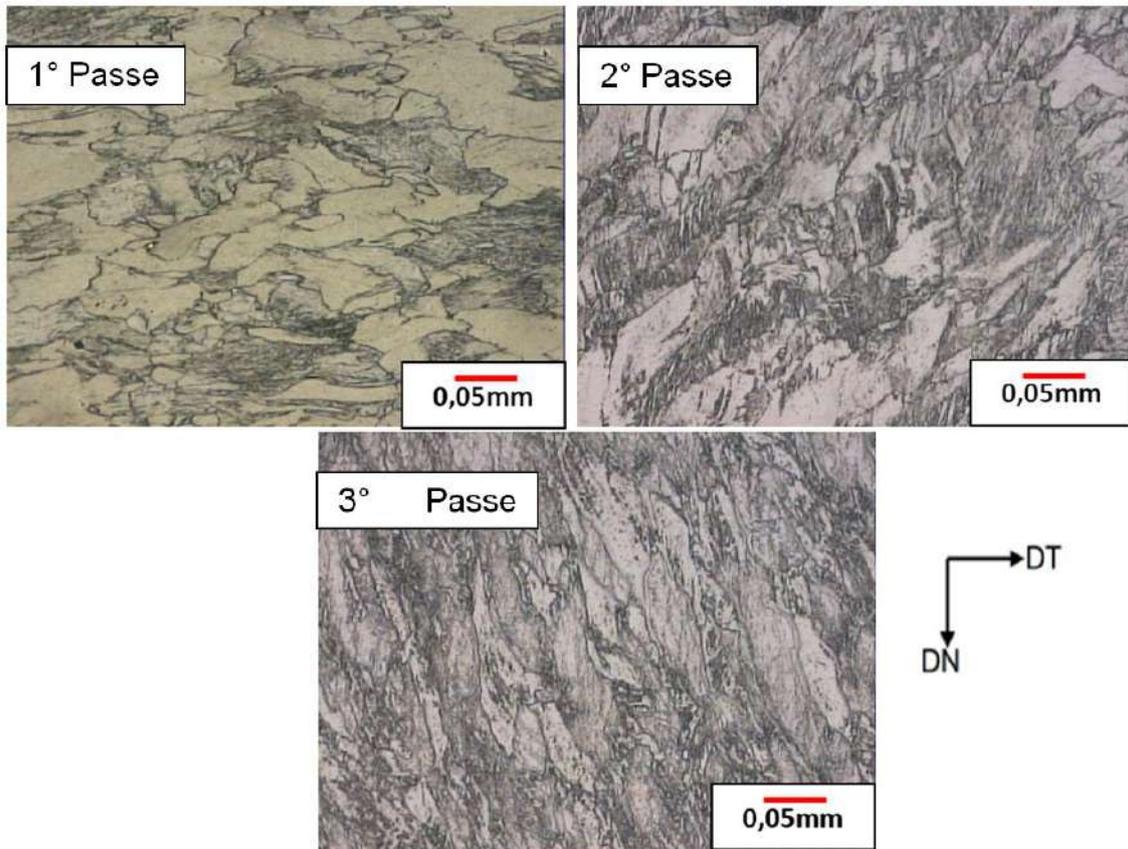


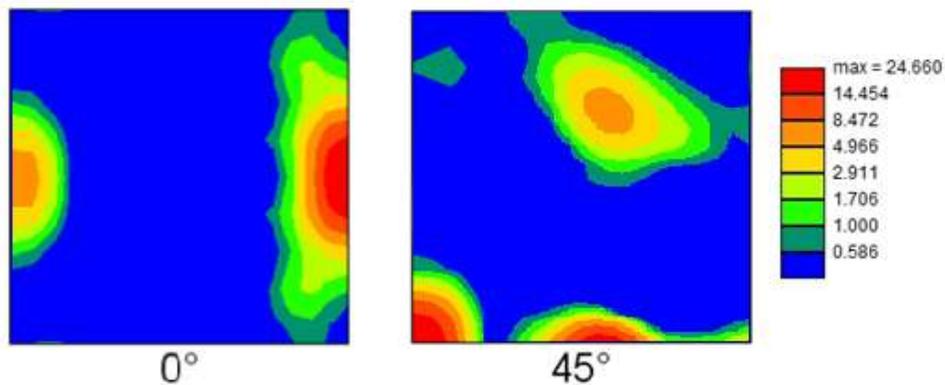
Figura 38: Gráfico de evolução da dureza no decorrer dos 3 passes da rota B<sub>A</sub>.

É observado uma queda gradativa do desvio padrão dos valores de dureza desde o primeiro passe de deformação, este fato corrobora também com a idéia de que no decorrer dos passes de deformação ECAP ocorre a tendência a homogeneização do material. Estudos recentes [56,67,76,77] apresentam que o processo ECAP após certa etapa do processo não proporciona evolução na resistência mecânica e nem mesmo refino microestrutural, sofrendo uma estabilização do processo. Por meio de todas as observações referentes a evolução microestrutural (Figura 39) e dos valores absolutos de dureza, pode-se sugerir que o terceiro passe é o passe efetivo para o aço IF estabilizado ao titânio para a rota B<sub>A</sub> do processo ECAP. Esta tendência a estabilização após o segundo passe de deformação foi observada nos estudos de Mendes e Castro [76, 77] que analisou a influencia do processo ECAP em uma liga de alumínio puro AA1070 submetido à 5 passes de deformação pelas roas A e C, tendo observando também a estabilização do refino microestrutural e da dureza do material entre o segundo e terceiro passe, concluindo que o processo sofre estabilização devido a competição entre a recristalização e recuperação dinâmica. Tais conclusões estão em concordância com os estudos de Haugen [78] que realizou o mesmo estudo porem pelas rotas B<sub>A</sub> e B<sub>C</sub>.



**Figura 39:** Comparação entre as microestruturas da seção transversal (Plano DT-DN) após os três passes da rota  $B_A$  (Microscopia Óptica com ampliação de 100X).

A Figura 40 apresenta a função de distribuição da secção transversal do material posterior a aplicação do terceiro passe. Foi observado que a intensidade das textura se elevou consideravelmente passando de 7,2 para 24,7. Foram observadas as orientação cristalográfica ao longo de  $(\bar{1}\bar{1}2)[111]$  ao longo da fibra  $\{111\}_\theta$  bem como um aumento na intensidade em  $F_\theta$  ao longo da fibra  $\{110\}_\theta$  do que o observado anteriormente no 2° passe. A textura da rota  $B_A$  se caracteriza pela maior intensidade da textura em  $(110)[\bar{1}\bar{1}2]$  não observada nos passes anteriores, conhecida pela literatura referente a textura em ECAP com  $J_\theta$ . A Tabela 6 apresenta um resumo das texturas observadas no decorrer do processo de deformação ECAP pela rota  $B_A$ , para fins de comparação.



**Figura 40:** Função de distribuição de orientação - ODF ( $\varphi_2 = 0^\circ$  e  $\varphi_2=45^\circ$ ) da secção transversal após o terceiro passe de deformação.

**Tabela 6:** *Evolução da macrotextura do material deformado via ECAP.*

|          | Orientações  |
|----------|--|
| MP       | {001}<100> Cubo Girado<br>(774){110}<br>(220){583}                       |
| 1° Passe | {110} <001> F $\theta$<br>(112)[111] D $\theta$                          |
| 2° Passe | {110} <001> F $\theta$<br>(112)[111] D $\theta$                          |
| 3° Passe | {110} <001> F $\theta$<br>(112)[111] D $\theta$<br>(110)[112] J $\theta$ |

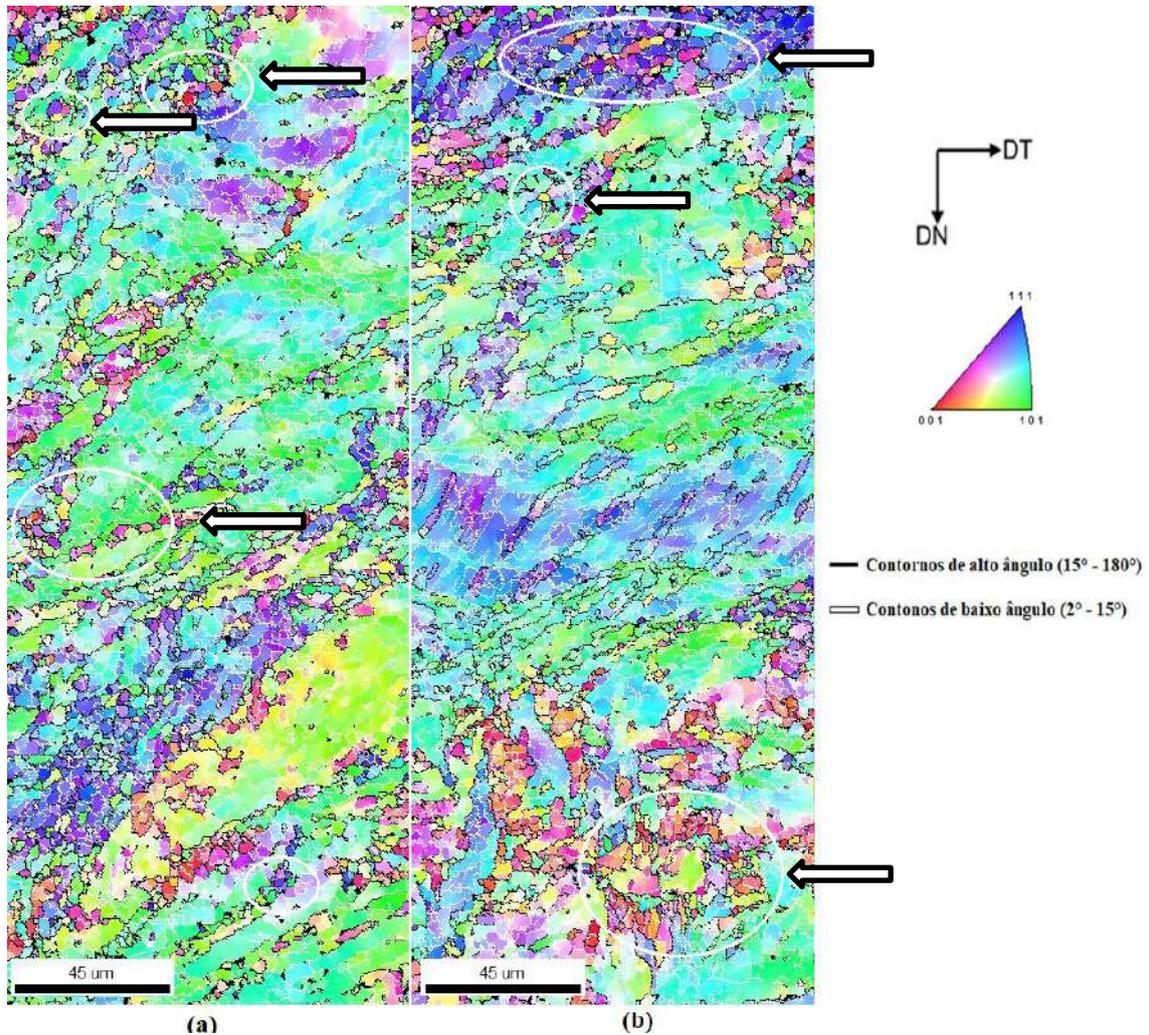
### 4.3 CARACTERIZAÇÃO APÓS O RECOZIMENTO ISOTÉRMICO

O processo de recristalização se dá por meio da formação de uma região livre de defeitos circundada por um contorno de alto ângulo. Conforme o processo de recristalização prossegue, esse núcleo cresce sobre a matriz deformada. O crescimento é marcado, em condições de temperatura

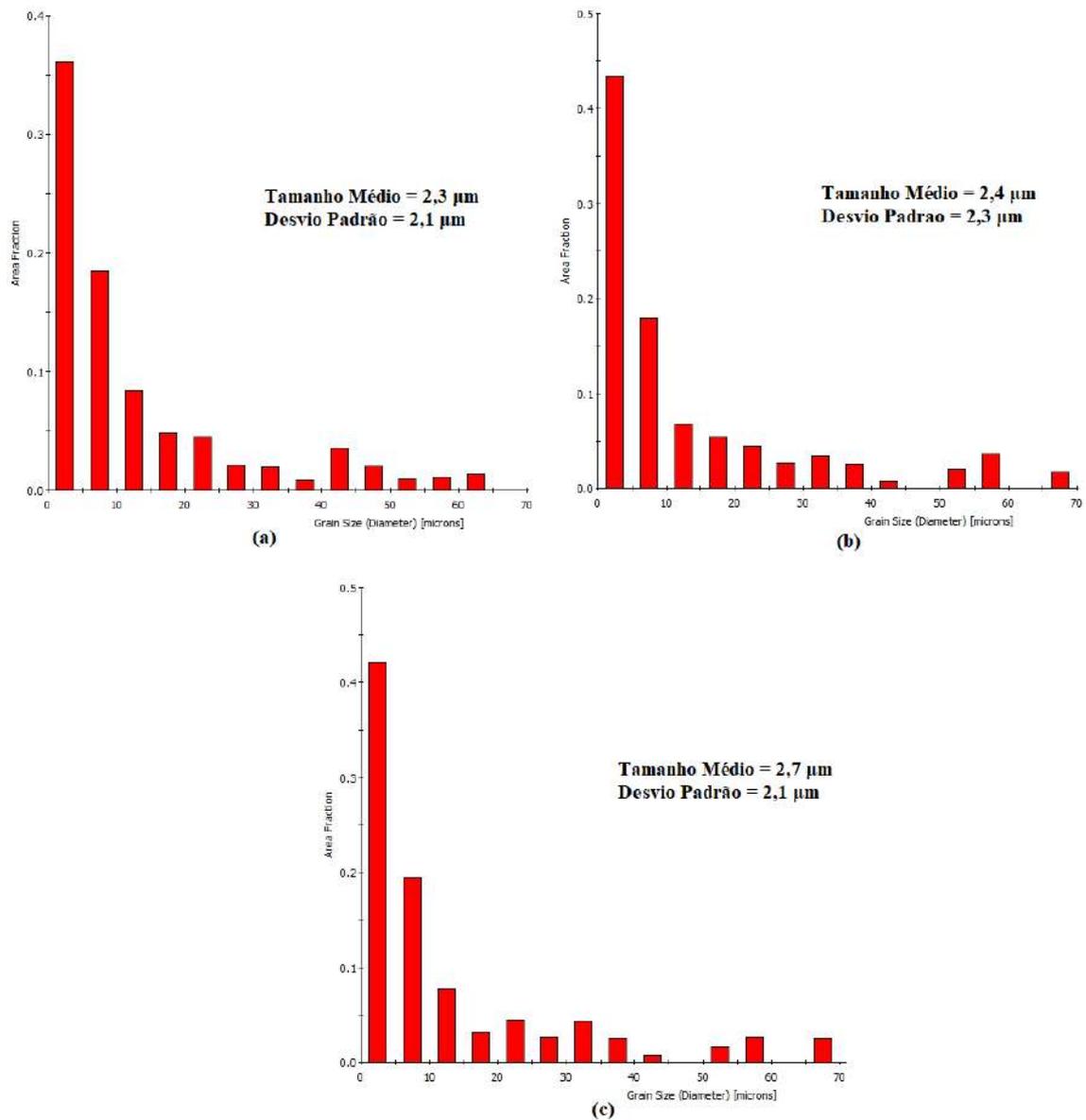
constante, por uma etapa anterior de incubação de novos núcleos, caracterizando esta fase como “recristalização primária” [32]. Com o objetivo de analisar a evolução microestrutural, a cinética de recristalização e as mudanças nos parâmetros associados, as amostras deformadas em três passes empregando a rotas  $B_A$  foram recozidas a 600 °C, correspondente aproximadamente a 40% da temperatura de fusão ( $T_F$ ) do aço IF, nos respectivos tempos de tratamento: 15, 30, 60, 120, 180, 240, 360 min.

Nos tempos iniciais de 15 a 30 minutos a microestrutura do material deformado não sofreu alterações significativas, os grãos ainda apresentavam uma característica alongada com subestruturas finamente subdivididas localizadas em seu interior. A fração de contornos de baixo ângulo se manteve praticamente estável, passando de 67 para 61% nos primeiros 15 minutos e posteriormente para 65% em 30 minutos de recozimento. Porém foram encontrados em algumas regiões a incubação de pequenos núcleos (Figura 41a e 41c, setas brancas), estes núcleos são caracterizados por orientações bem distintas dos grãos vizinhos bem como pela ausência de discordâncias e contornos de alto ângulo. Esta evidência sugere o início de um processo de recristalização primária. Não foram evidenciadas mudanças referentes ao tamanho de grãos (Figura 42) ou orientações preferenciais. Nestes tempos de recozimento o material passa por um processo de recuperação, este fenômeno foi observado analisando o mapa de Kernel (Figura 43) que apresenta o surgimento de regiões com menor diferença de orientação, confirmado pela redução da média de diferença de orientação, passando de 0,79 para 0,73 com 15 minutos e para 0,70 em 30 minutos de recozimento. A recuperação é explicada como uma série de eventos que causam mudanças na microestrutura do material deformado plasticamente, que ocorre antes da recristalização, a fim de diminuir a energia armazenada na deformação, fato este que pode ser evidenciado pela redução da orientação de Kernel. A queda no valor médio da diferença de orientação Kernel reflete o processo de recuperação, provocando a aniquilação de discordâncias no interior das células almejando alcançarem uma configuração de menor energia, acarretando o aparecimento de novos subcontornos de grão [56]. Como resultado desse rearranjo da microestrutura, observa-se uma tendência dos grãos e subgrãos

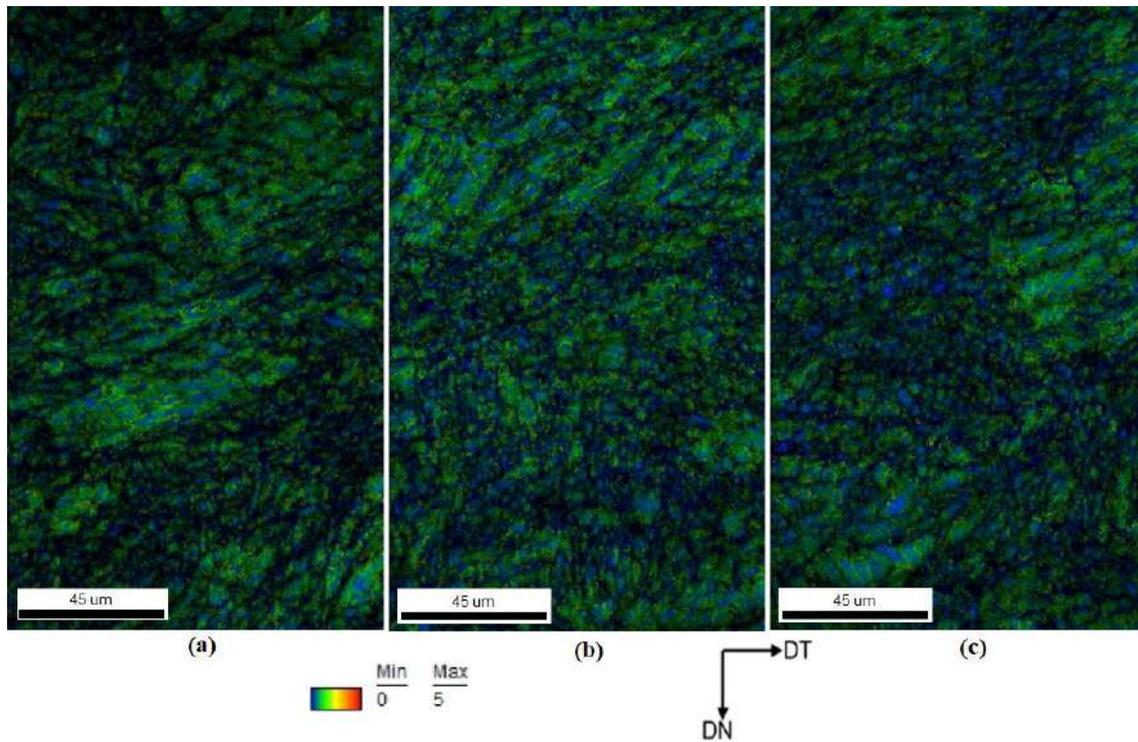
se alinharem ao redor de um intervalo que compreende as orientações  $\{001\}$  e  $\{101\}$ , que corresponde à direção preferencial de deformação para materiais cúbicos de corpo centrado (CCC).



**Figura 41:** Mapa de orientação do material deformado por ECAP rota  $B_A$  até o terceiro passe e recozido a  $600^\circ\text{C}$  durante (a) 15 minutos e (b) 30 minutos. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.

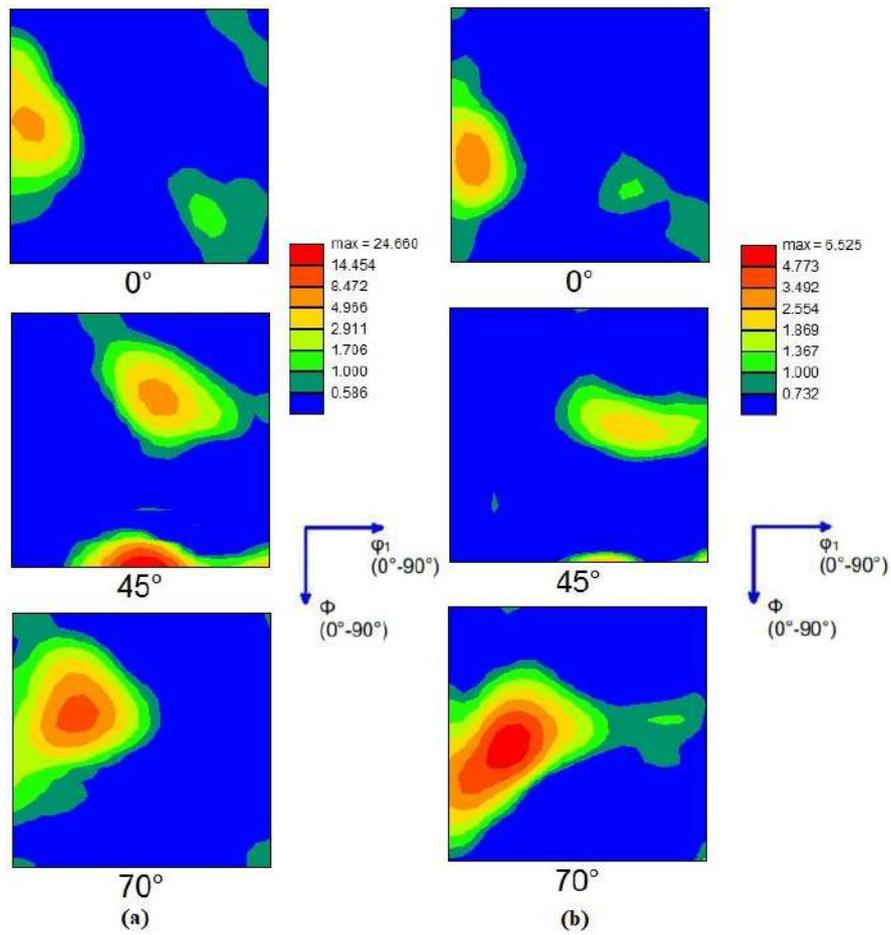


**Figura 42:** Gráfico de distribuição: Tamanho de grão X Fração de área. (a) Material deformado por ECAP rota  $B_A$  até o terceiro passe; (b) Material deformado por ECAP rota  $B_A$  até o terceiro passe e recozido a  $600^\circ\text{C}$  durante 15 minutos; (c) Material deformado por ECAP rota  $B_A$  até o terceiro passe e recozido a  $600^\circ\text{C}$  durante 30 minutos.



**Figura 43:** Mapa Kernel da diferença média de orientação. (a) Material deformado por ECAP rota  $B_A$  até o terceiro passe; (b) Material deformado por ECAP rota  $B_A$  até o terceiro passe e recozido a  $600^\circ\text{C}$  durante 15 minutos; (c) Material deformado por ECAP rota  $B_A$  até o terceiro passe e recozido a  $600^\circ\text{C}$  durante 30 minutos. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.

As FDOs (Figura 44) indicam a presença das componentes  $F_\theta$  e  $D_1$  de forma mais intensa do que após a deformação, mostrando que as fibras parciais  $\{110\}_\theta$  e  $\langle 111 \rangle_\theta$  ainda eram visíveis após a recuperação.



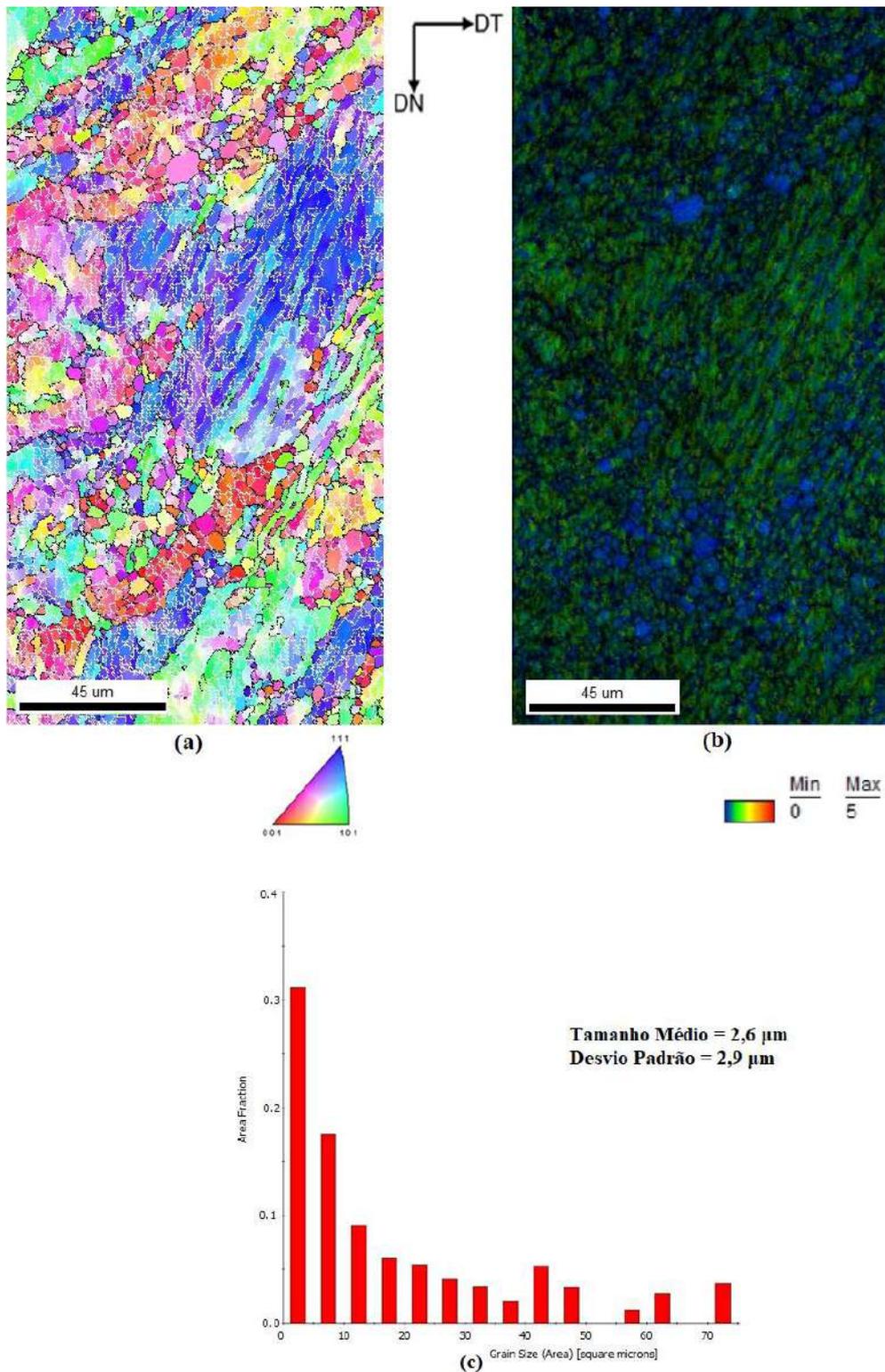
**Figura 44:** Função de distribuição de orientação - ODF ( $\varphi_2 = 0^\circ$ ,  $\varphi_2=45^\circ$  e  $\varphi_2=70^\circ$ ) da secção transversal. (a) Material deformado por ECAP rota B<sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 15 minutos; (b) Material deformado por ECAP rota B<sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 30 minutos. MEV-EBSD, 20 kV.

A partir de 60 minutos de recozimento é evidenciado a recristalização e o crescimento de grãos. Nota-se que a recristalização ocorre preferencialmente a partir dos pequenos núcleos (embriões) com orientações {001} e {101}. Esta ocorrência é coerente já que nos aços IF estabilizados ao titânio, estudos reportam que o processo de nucleação começa preferencialmente nos grãos com estas orientações [43]. Para os tempos de 60, 120, 180, 240 e 360 foram alcançados respectivamente uma fração volumétrica recristalizada (Vv) de 21%, 32%, 48%, 57% e 95%. As Figuras 45, 46, 47, 48 e 49 apresentam os mapas de orientação e mapas de orientação de Kernel das amostras recozidas

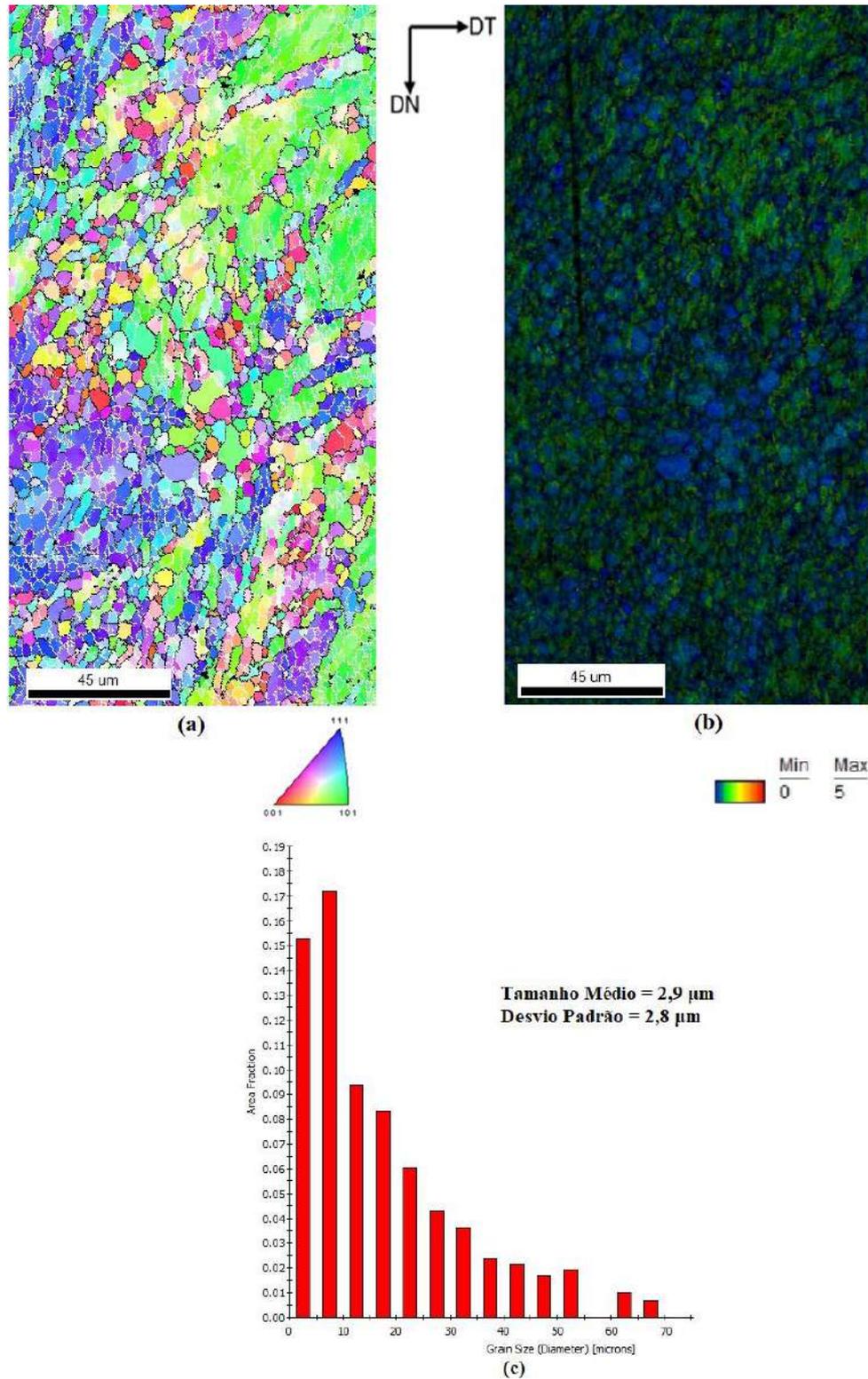
nos tempos superiores há 60 minutos, onde podemos observar a evolução da microestrutura decorrente do processo de recristalização. Nos mapas de orientação, observa-se a presença de alguns grãos localizados no interior de regiões recuperadas e verifica-se que a orientação destes grãos é semelhante à orientação da região recuperada na qual estão localizados. Pode-se dizer que este resultado está de acordo com os estudos de Silva [56], de que alguns grãos crescem a partir de regiões recuperadas e possuem orientações semelhantes à da matriz deformada. O processo de recristalização promoveu um aumento do tamanho de grão chegando a uma média global de  $8,2 \pm 10,3$   $\mu\text{m}$  em 360 minutos de recozimento, crescimento de aproximadamente 350% em relação ao material deformado pelo terceiro passe ECAP rota B<sub>A</sub>.

O crescimento dos grãos ocorreu de forma heterogênea, essa afirmação pode ser confirmada observando os gráfico tamanho de grão X fração de área das Figuras 45c, 46c, 47c, 48c e 49c, onde é possível verificar uma distribuição relativa aos tamanhos de grão por fração de área bem heterogênea, devido ao um crescimento anormal de alguns grãos. Grãos grandes são com frequência associados com uma razão de crescimento mais rápida que grãos menores.

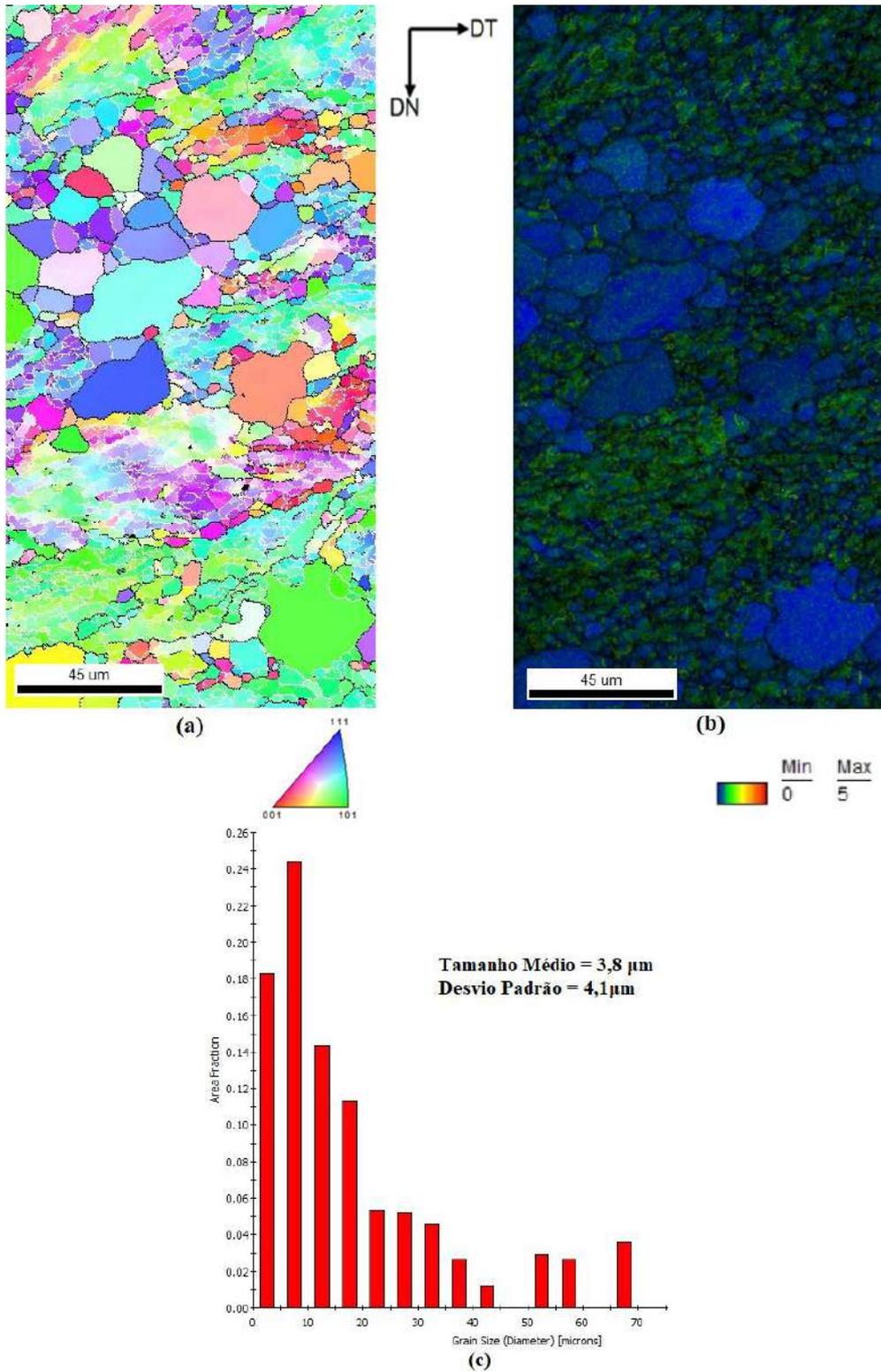
Hazra e colaboradores [81] estudando a cinética de recristalização em aços com estrutura CCC observaram após 5 h de recozimento a uma temperatura de 525 °C um crescimento uniforme dos grãos, porém a microestrutura ainda apresentava características de deformação porém após 72 h constataram a ocorrência de crescimento anormal de grãos. Já a uma temperatura de 710°C foi relatado o crescimento anormal após 300 s e até 1 h de recozimento. De forma similar Park e Shin [80] após recozimento à 540 °C obtiveram uma microestrutura composta por grãos recristalizados e não recristalizados e subseqüente crescimento anormal.



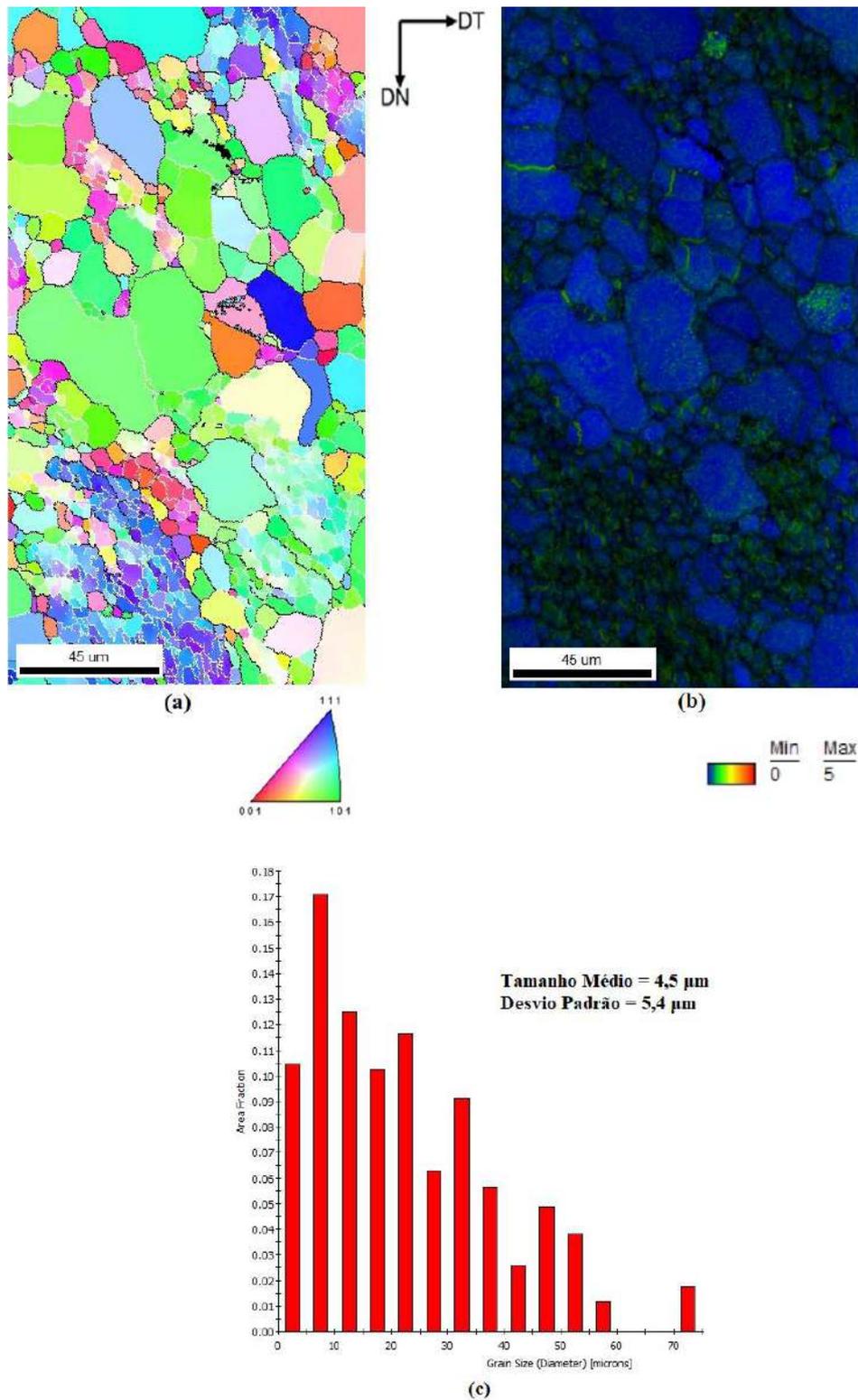
**Figura 45:** Material deformado por ECAP rota B<sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 60 minutos. (a) Mapa de Orientação; (b) Mapa Kernel da diferença média de orientação; (c) Gráfico de distribuição: Tamanho de grão X Fração de área. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.



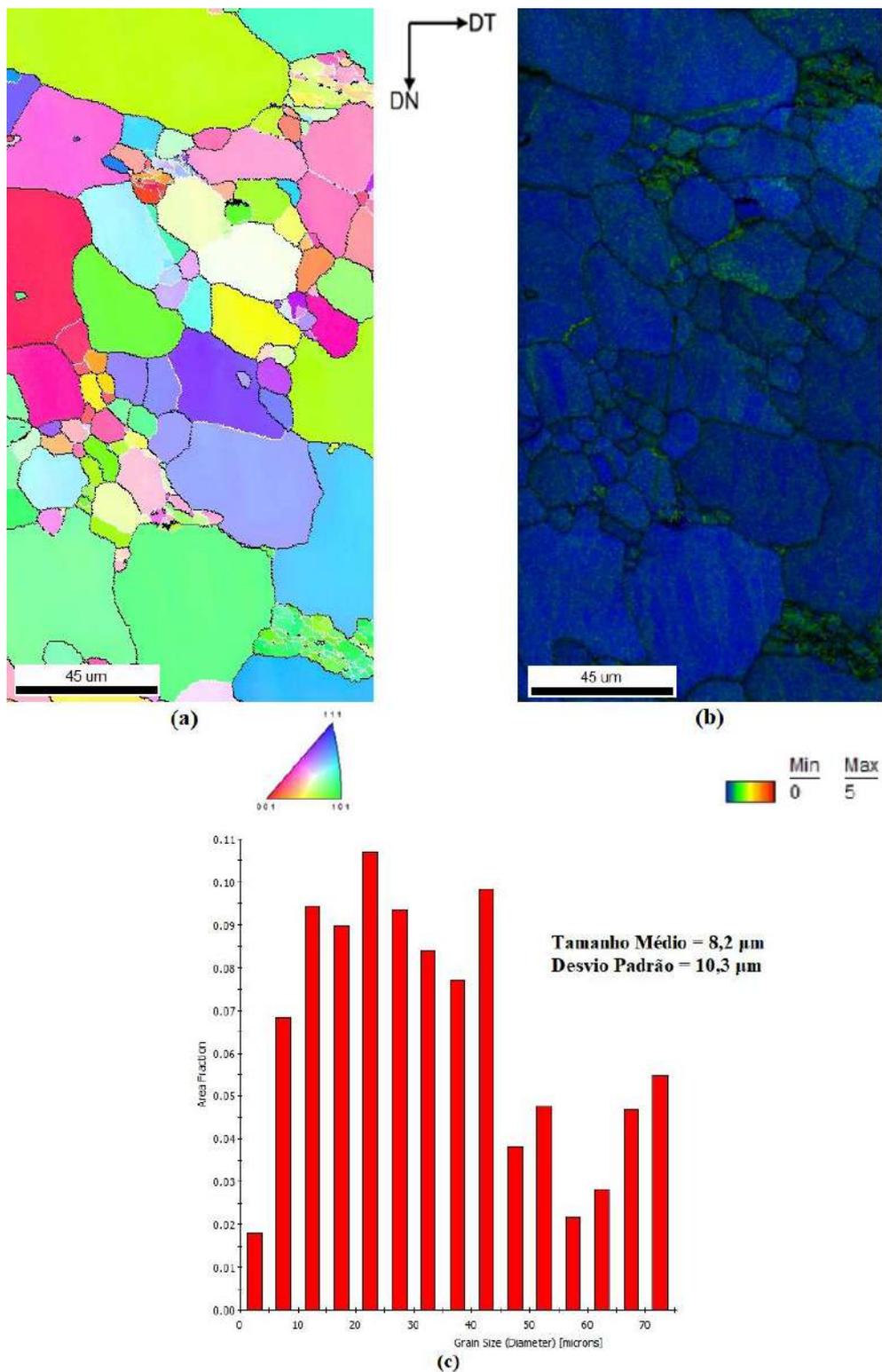
**Figura 46:** Material deformado por ECAP rota B<sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 120 minutos. (a) Mapa de Orientação; (b) Mapa Kernel da diferença média de orientação; (c) Gráfico de distribuição: Tamanho de grão X Fração de área. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.



**Figura 47:** Material deformado por ECAP rota B<sub>A</sub> até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 180 minutos. (a) Mapa de Orientação; (b) Mapa Kernel da diferença média de orientação; (c) Gráfico de distribuição: Tamanho de grão X Fração de área. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.



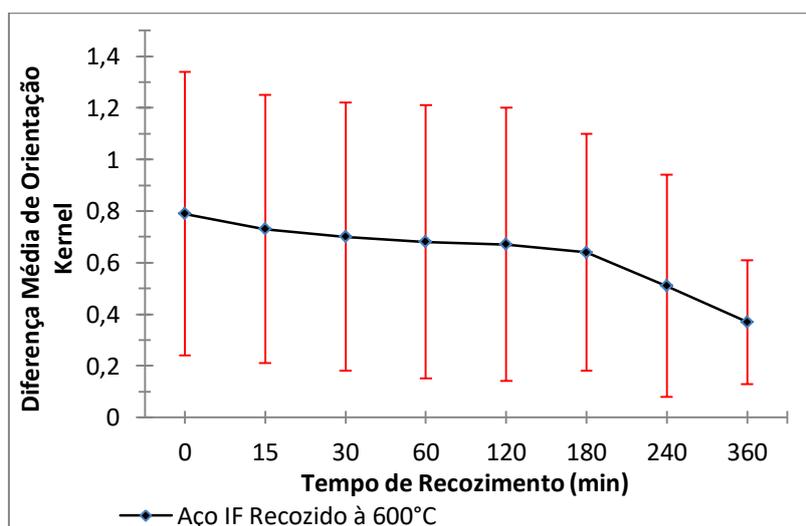
**Figura 48:** Material deformado por ECAP rota  $B_A$  até o terceiro passe e recozido a  $600^\circ\text{C}$  durante 240 minutos. (a) Mapa de Orientação; (b) Mapa Kernel da diferença média de orientação; (c) Gráfico de distribuição: Tamanho de grão X Fração de área. MEV-EBSD, 20 kV. DT e DN referem-se às direções transversal e normal, respectivamente.



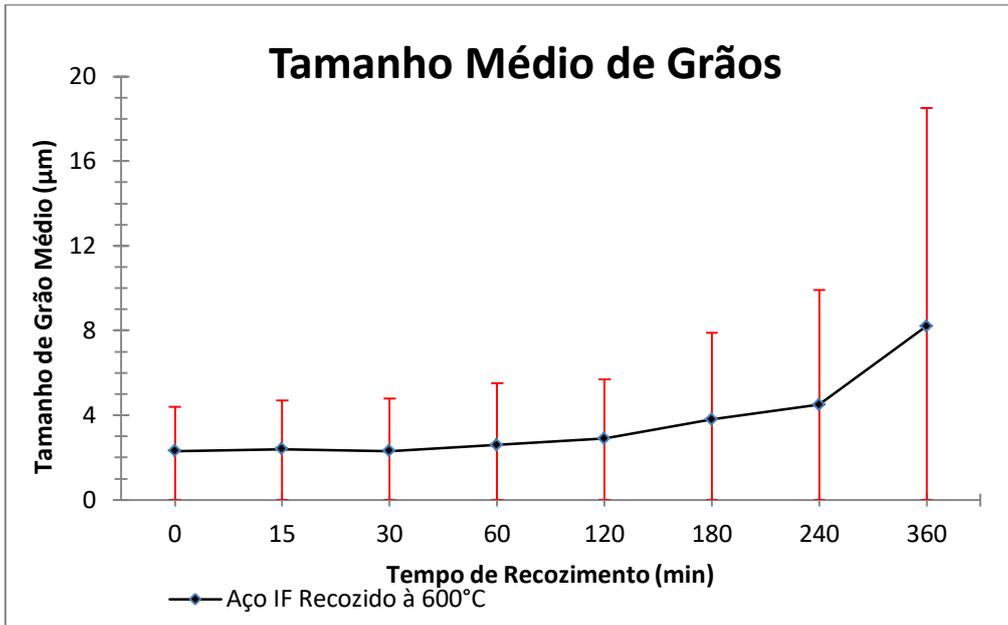
**Figura 49:** Material deformado por ECAP rota BA até o terceiro passe e recozido a 600°C durante 360 minutos. (a) Mapa de Orientação; (b) Mapa Kernel da diferença média de orientação; (c) Gráfico de distribuição: Tamanho de grão X Fração de área. MEV-EBSD, 20 kV. DT

Grãos com orientações diferentes têm fatores de Taylor diferentes, portanto suas deformações resultam em energias armazenadas diferentes. O material deformado após o terceiro passe ECAP rota B<sub>A</sub>, apresenta como texturas principais as fibras <100>//DL e <111>//DN, de acordo com Rios e Villa [82] grãos deformados com direção {111}, geraram grãos recristalizados com orientação Goss (110)[001]. É observado ainda nos estudos de Rios [82] que em aços severamente deformados, contornos de grão originam núcleos com orientação {111}, enquanto as bandas de transição dão origem a núcleos (110)[001] ou {100}<011>.

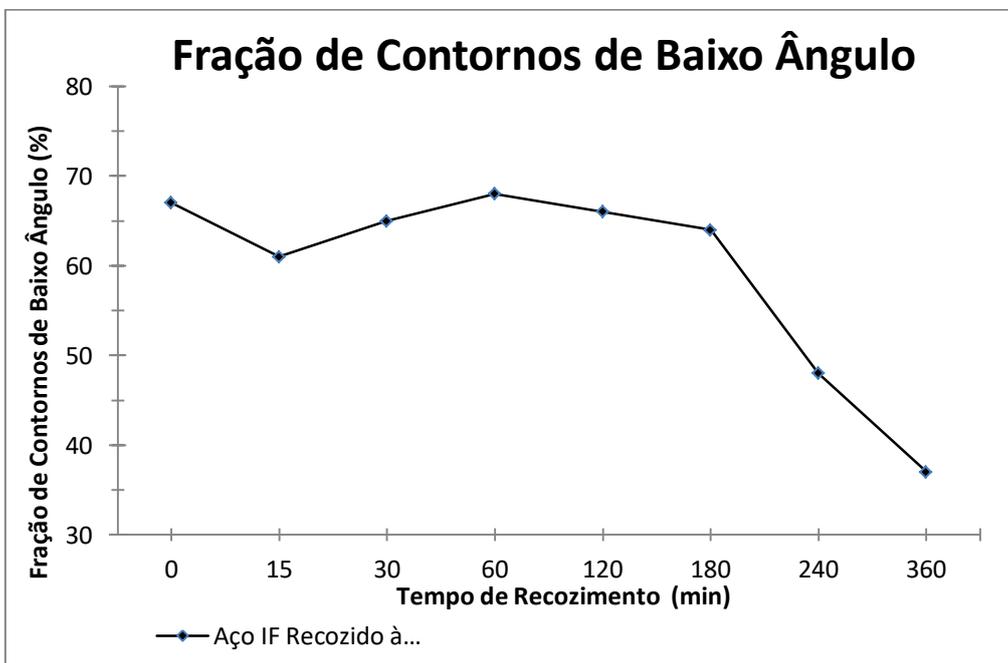
Todas as observações qualitativas da evolução microestrutural realizadas nas micrografias aço IF recozido no presente estudo, se encontram coerentes com os dados quantitativos levantados. Podemos verificar que com o aumento do volume recristalizado no decorrer dos tempos de recozimento, é observado uma redução da diferença média de orientação Kernel (Figura 50) decorrente da aniquilação de discordâncias no interior das células, um aumento do tamanho de grãos (Figura 51) resultado da redução da energia de superfície associada aos contornos de grão, redução da fração de contornos de baixo ângulo (Figura 52) e um amolecimento severo do material (Figura 53).



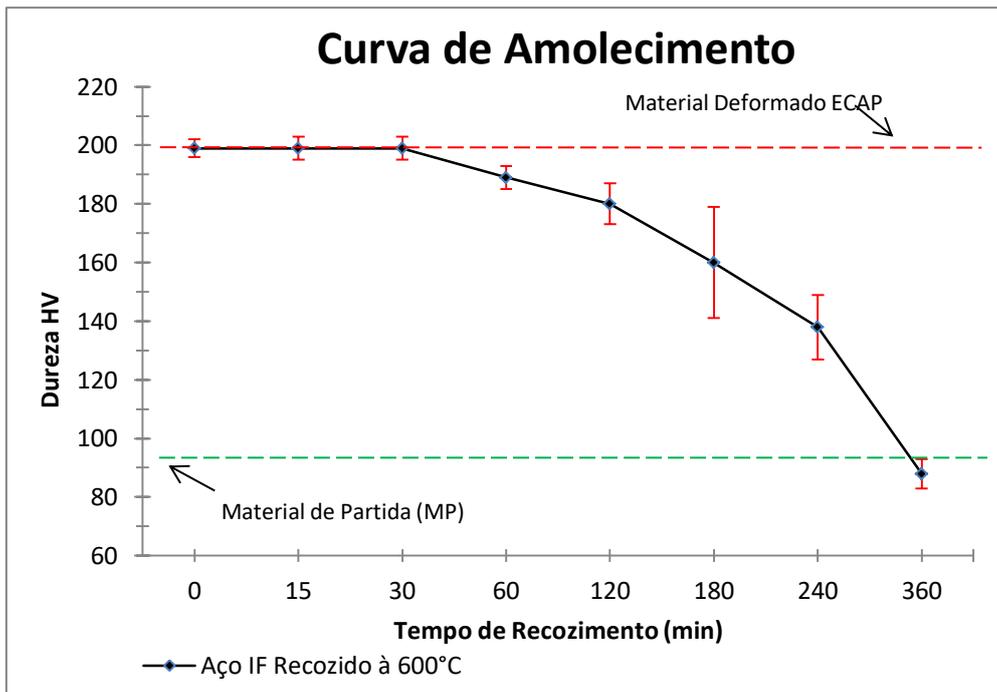
**Figura 50:** Evolução da diferença média de orientação de Kernel para as amostras recozidas a 600 °C após deformação via ECAP rota B<sub>A</sub> em três passes.



**Figura 51:** Evolução do tamanho médio de grãos para as amostras recozidas a 600 °C após deformação via ECAP rota B<sub>A</sub> em três passes.



**Figura 52:** Evolução da fração de contornos de baixo ângulo para as amostras recozidas a 600 °C após deformação via ECAP rota B<sub>A</sub> em três passes.

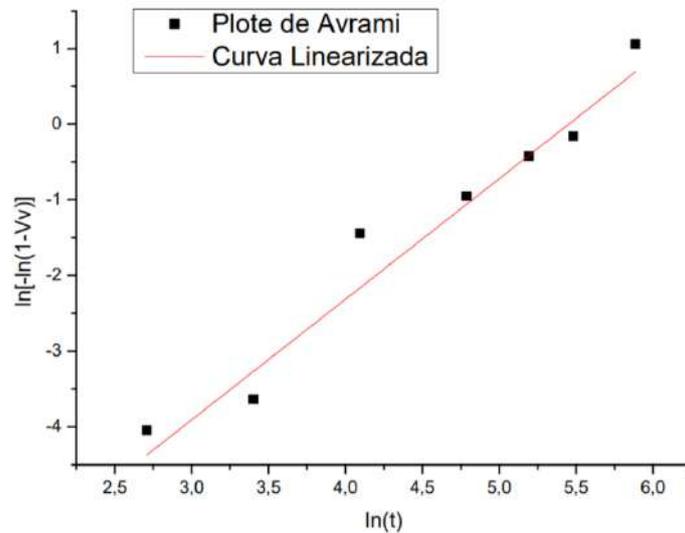


**Figura 53:** Perfil de amolecimento medido para as amostras recozidas a 600 °C após deformação via ECAP rota B<sub>A</sub> em três passes.

#### 4.4 CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO

##### 4.4.1 Modelo JMAK

A partir dos resultados encontrados nas medições, foi aplicado o modelo JMAK, que foi descrito na seção 2.5.1 do item Revisão da Literatura, para a construção das curvas referentes à cinética de recristalização do aço IF após recozimento. A Figura 54 apresenta o plote de Avrami obtido pela linearização da Equação 3 utilizando os resultados experimentais da fração volumétrica recristalizada ( $V_v$ ) e a Tabela 8 mostra os parâmetros definidos por esse ajuste. Nota-se que o valor da constante “n” está bem próximo ao valor predito por Avrami, que seria próximo a 2 para nucleação por saturação de sítios. São sítios de nucleação: contornos de grão, bandas de deformação e partículas de segunda fase.



**Figura 54:** Curva de Avrami com os dados experimentais ajustados por linearização para o aço IF recozido a 600°C.

**Tabela 7:** Parâmetros ajustados do aço IF. “K” e “n” são constantes da equação do modelo JMAK e R<sup>2</sup> é o coeficiente de correlação da linearização.

| Temperatura de Recozimento | Parâmetros            |                          |      |      |                |
|----------------------------|-----------------------|--------------------------|------|------|----------------|
|                            | K (10 <sup>-4</sup> ) | Erro (10 <sup>-4</sup> ) | n    | Erro | R <sup>2</sup> |
| 600°C                      | 1,70                  | 1,14                     | 1,59 | 0,11 | 0,97           |

O valor do coeficiente de correlação (R<sup>2</sup>) após o ajuste da Equação 3 linearizada aos pontos experimentais foi aceitável estando bem próximo do limite máximo 1, proporcionando assim um bom ajuste.

A aplicação do modelo JMAK para o estudo da cinética de recristalização em metais com estrutura CCC, severamente deformados ou não, vem sendo realizado na última década e os resultados são bem discrepantes entre si, em

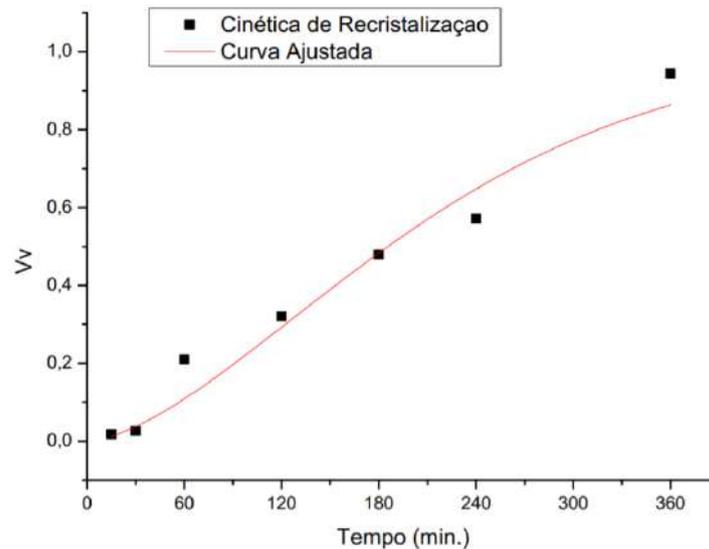
relação valor do coeficiente de correlação ( $R^2$ ), que em alguns casos não apresentava um valor de ajuste aceitável, bem como um valor de “n” muito pequeno, não conseguindo identificar por meio do modelo o tipo de nucleação [67, 91]. No trabalho de Silva [67] é possível identificar uma faixa de temperatura de recozimento muito alta, onde a recristalização total ocorreu nos primeiros 5 minutos não sendo possível identificar o início do processo de recristalização e nem aquisição de dados quantitativos suficientes para a aplicação do modelo JMAK. Já no trabalho de Hashimoto [91] os tempos de recozimento foram relativamente baixos devido ao uso de uma temperatura menor, chegando apenas a cerca de 65% de recristalização. Estes fatos podem estar ligados aos valores não aceitáveis de “ $R^2$ ” e “n” encontrados nestes estudos.

Rios [79] em seu estudo sobre a cinética de recristalização de grãos anormais utilizando o modelo JMAK conclui que para “n” entre 1 e 2 o início do crescimento anormal de grão ocorre na interface entre os grãos anormais e os grãos menores da matriz, restando assim nos tempos finais de tratamento, grãos médios e grãos anormais na matriz.

Com as variáveis calculadas a partir do plote de Avrami, a equação de cinética de recristalização do modelo JMAK para o aço IF recozido a 600°C, podem ser expressas respectivamente por:

$$V_v = 1 - \exp(-1,70 \times 10^{-4} t^{1,59}) \quad (11)$$

A Figura 55 apresenta a curva da Equação 4 com a fração volumétrica recristalizada ( $V_v$ ) calculada a partir das constantes “k” e “n” definidas pelo plote de Avrami e os pontos são os resultados experimentais de  $V_v$ .



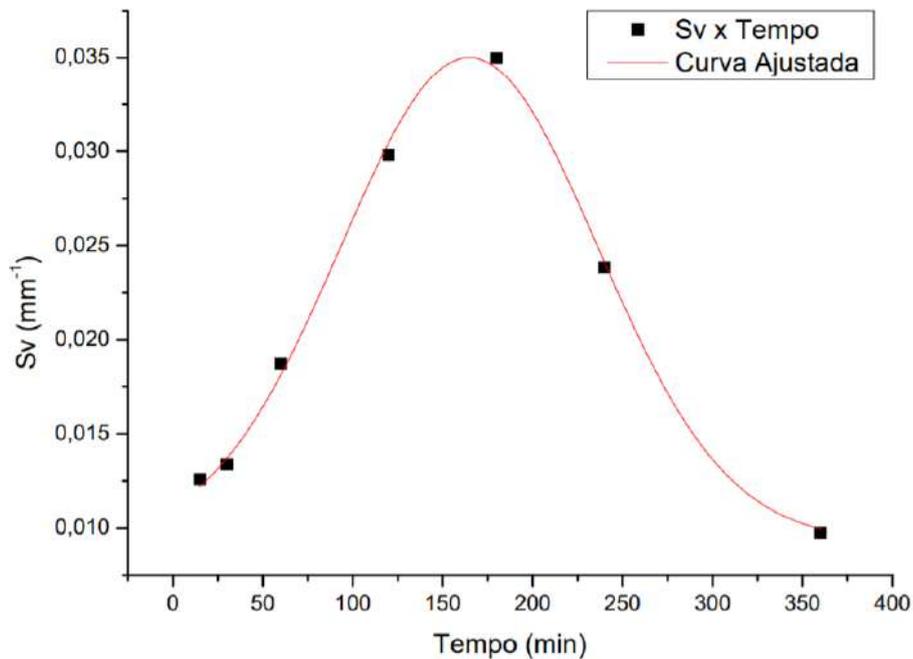
**Figura 55:** Cinética de recristalização do aço IF recozido a 600°C, construída com a equação de JMAK e os dados experimentais da fração volumétrica recristalizada – Vv.

É possível observar que, considerando os erros contidos nas medições experimentais, os pontos estão próximos à curva do modelo. Desta forma, é possível afirmar que a fração volumétrica recristalizada calculada é similar aos resultados encontrados experimentalmente. A tendência, tanto da curva quanto dos pontos, indica um aumento gradativo de Vv em função do tempo de recozimento. Conforme a teoria sugere, a curva que descreve a cinética de recristalização da fração recristalizada em função do tempo apresenta o formato sigmoideal [32]. Formato este relativo à um período inicial de incubação até o aparecimento dos primeiros grãos recristalizados, com um posterior aumento da taxa de recristalização próximo a 1 e por fim a redução da força motriz para a recristalização estabilizando o processo [90].

Os dados mostram que há uma regularidade da fração volumétrica recristalizada com relação ao tempo de recozimento. Tal regularidade é comprovada pelo alto valor do coeficiente de correlação ( $R^2$ ) apresentado na Tabela 8.

#### 4.4.1 Caminho Microestrutural

Utilizando os dados das constantes obtidas pelo plote de Avrami ajustou-se a curva de áreas superficiais por unidade de volume em função do tempo de recozimento aos pontos experimentais, conforme a Equação 6. A curva ajustada e os pontos experimentais estão representados na Figura 54.



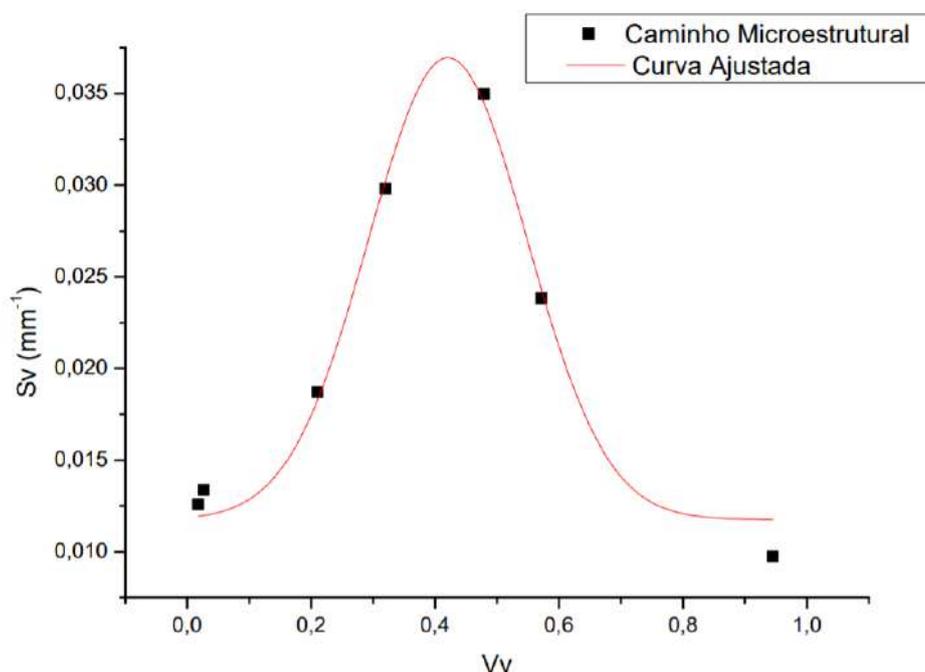
**Figura 56:** Área superficial por unidade de volume versus tempo de recozimento e curva ajustada com a curva ajustada a Equação 6 para o aço IF recozido a 600°C.

A área interfacial por unidade de volume cresce até a ocorrência do impingement, após o impingement, com a suspeita de surgimento de novos núcleos durante o recozimento. Supõe-se que a queda da área superficial recristalizada por unidade de volume se atrasou por causa da nucleação por saturação de sítios. A Equação 6 obteve um razoável ajuste, mesmo tendo sido calculada por meio de parâmetro provenientes de um ajuste não aceitável. Os valores dos parâmetros ajustados para evolução de áreas interfaciais por unidade de volume em função do tempo de recozimento estão discriminados na Tabela 9.

**Tabela 8:** Parâmetros ajustados na Figura 54 para descrever evolução de superfícies por unidade de volume, B e m são constantes da Equação 6, R<sup>2</sup> coeficiente de correlação.

| Temperatura de Recozimento | Parâmetros |      |      |      |                |
|----------------------------|------------|------|------|------|----------------|
|                            | B          | Erro | m    | Erro | R <sup>2</sup> |
| 600°C                      | 0,21       | 0,12 | 1,89 | 0,21 | 0,95           |

A partir da Equação 6, correlacionamos a fração volumétrica real com a fração de superfícies por unidade de volume (Figura 55), conhecido como modelo do caminho microestrutural representado pela Equação 7. O caminho microestrutural é a grandeza que fornece informações mais seguras em relação ao tipo de nucleação ocorrida durante o recozimento [86-88].



**Figura 57:** Caminho microestrutural. Área superficial por unidade de volume (Sv) em função da fração volumétrica recristalizada (Vv) com a curva ajustada a Equação 7 para o aço IF recozido a 600°C.

Sabendo-se que “q” pode indicar o tipo de nucleação e “C” é um fator geométrico, o valor destas constantes do caminho microestrutural do aço IF recozido a 600°C são apresentados na Tabela 10. Para este ajuste foi obtido um valor aceitável para o coeficiente de correlação, R<sup>2</sup> igual a 0,94.

**Tabela 9:** Parâmetros ajustados para descrever evolução de superfícies por unidade de volume em função da fração recristalizada a 600°C, q e C são constantes da equação de caminho microestrutural, e R<sup>2</sup> o coeficiente de correlação de ajuste.

| Temperatura de Recozimento | Parâmetros |      |       |      |                |
|----------------------------|------------|------|-------|------|----------------|
|                            | q          | Erro | C     | Erro | R <sup>2</sup> |
| 600°C                      | 0,73       | 0,06 | 16,87 | 1,21 | 0,94           |

O parâmetro q encontrado indica que a nucleação pode ter ocorrido por saturação de sítios, pois o valor da constante esta bem próxima de 2/3. Resultado coerente ao encontrado no modelo JMAK e das observações decorrentes das análises microestruturais. Como já falado são sítios de nucleação: contornos de grão, bandas de transição, bandas de cisalhamento e partículas de segunda fase. Para grandes deformações, contornos de grão continuam a ser local de nucleação, mas têm concorrência com regiões do interior dos grãos. A presença de contornos pode acelerar processos de crescimento e rotação de subgrãos, por serem fontes e sumidouros de lacunas e de discordâncias [89].

De acordo com Falleiros [84] bandas de transição foram os locais de nucleação preferencial de recristalização identificados em monocristais (Hu, 1963; Walter e Koch, 1963). Foram as primeiras divisões dos cristais caracterizadas por uma diferença de orientação de grande ângulo cobrindo umas poucas células da estrutura encruada. A extensão da idéia para explicar nucleação no interior de policristais é comum e não representa novidade. Já bandas de deformação são menos conhecidas, na escala de subgrão, que as

bandas de transição, A razão para nucleação preferencial em bandas de cisalhamento ainda é assunto aberto à investigação.

## 5. CONCLUSÃO

Um aço IF estabilizado ao titânio foi deformado via prensagem em canais equiangulares a temperatura ambiente em um total de três passes pela roa B<sub>A</sub>. Logo após a deformação, o material foi recozido a 600 °C numa faixa de tempos que variou de 15 a 360 min. A caracterização microestrutural e da textura cristalográfica foi realizada com o intuito de avaliar o comportamento deste material em relação à deformação e ao tratamento térmico. A partir dos resultados obtidos foi possível chegar às seguintes conclusões:

- O refinamento microestrutural após o processamento via ECAP foi realizado eficientemente, partindo de uma estrutura com tamanho de grão  $58 \pm 15 \mu\text{m}$  e alcançando uma microestrutura refinada com tamanho de grão de  $2,3 \pm 2,1 \mu\text{m}$ . A partir dos resultados obtidos nas análises pode-se concluir que os mecanismos responsáveis pelo refino microestrutural foram os processos de subdivisão por meio da deformação de cisalhamento, fragmentação e rotação de grãos. Observa-se também que o processo de evolução microestrutural se estabilizou após o segundo passe. A rota BA manteve após o terceiro passe uma microestrutura com morfologia lamelar, além disto, após o terceiro passe foi observado uma distribuição de deformação e refinamento mais homogênea que nos passes anteriores. Através das técnicas empregadas para a observação da microestrutura, não foi detectada a presença de grãos nanocristalinos na estrutura deformada;
- O comportamento mecânico foi avaliado por meio de medidas de dureza Vickers. Pode-se concluir que o processo ECAP foi muito eficaz para elevar a dureza do material, chegando a alcançar no fim do processo um aumento de 112% em sua dureza. Observou-se que o aumento mais elevado se deu logo após o 1º passe, alcançando um aumento de 100%, aproximadamente, em relação ao material de partida e nos passes seguintes observou um pequeno aumento de cerca de 12%. Além disto, foi possível observar que a distribuição de valores de dureza é mais homogênea no decorrer dos passes, mostrando que após sucessivos passes a microestrutura tende a se homogeneizar.

- Nos tempos de 15 e 30 min de recozimento, o material passa pelo processo de recuperação, observado pela queda do valor médio da diferença de orientação de kernel e o aumento do índice de qualidade. É também observado neste intervalo de tempo o processo de recristalização primária, evidenciado pela ocorrência da incubação de pequenos núcleos, caracterizados por orientações bem distintas dos grãos vizinhos bem como pela ausência de discordâncias e contornos de alto ângulo;
- A recristalização se iniciou de modo efetivo após 60 min, chegando a 95% de recristalização apenas em 360 min. A microestrutura recristalizada se encontrava heterogênea, com uma distribuição bastante irregular do tamanho de grão. Por meio do estudo das curvas de amolecimento e da cinética de recristalização, bem como dos mapas de orientação obtidos pela técnica EBSD podemos concluir que a nucleação ocorreu por saturações de sítios, nos contornos de grãos e nas bandas de deformação. O crescimento dos grãos se deu a partir do crescimento dos núcleos presentes nos contornos de forma preferencial em núcleos com orientações  $\{111\}$ .
- A textura do material que após a deformação apresentava componentes de orientação cristalográfica localizadas nas proximidades das fibras  $\{111\}_\theta$  e  $\{110\}_\theta$ , ainda mostrava a presença destas componentes após o recozimento, porém com intensidades atribuídas a componentes secundárias;
- Os modelos de cinética de recristalização, JMAK e caminho microestrutural, obtiveram bons ajustes em relação aos dados quantitativos levantados nas análises e se mostraram bem coerentes entre si. Ambos sugerem que processo de recristalização ocorre saturação de sítios, resultado este coerente com o observado na caracterização microestrutural.

Como conclusão geral do presente estudo, pode-se afirmar que o aço IF estabilizado ao titânio deformado via ECAP e posteriormente recozido sofreu um processo de recristalização por saturação de sítios, alcançando 95% de recristalização em 360 min a uma temperatura de 600°C. Os resultados apresentados no presente estudo se mostraram inéditos para um aço IF que sofreu apenas três passes de deformação e foi submetido a baixas temperaturas de recozimento. Tais resultados também mostram a viabilidade da aplicação de poucos passes de deformação aliada ao recozimento para a

obtenção de uma microestrutura estável mesmo após longo tempo de exposição ao tratamento.

## 6. REFERÊNCIA BIBLIOGRAFICA

[1] AZUSHIMA, A., KOOP, R., KORHONEN, A. et al. Severe plastic deformations (SPD) processes for metals. *CIRP Annals – Manufacturing Technology*, v. 57, p. 716-735, 2008.

[2] SILVA, F. R. F. S. Evolução microestrutural de um aço livre de intersticiais estabilizado ao titânio deformado a frio via prensagem em canais equiangulares e posteriormente recozido. Tese de Doutorado, PPGEM – UFF, 2013.

[3] SANUSI, K. O.; MAKINDE, O. D.; OLIVER, G. J. Equal channel angular pressing technique for the formation of ultra-fine grained structures. *South African Journal of Science*, v. 108, 2012.

[4] 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.

[5] VALIEV, R.Z., ISLAMGALIEV, R.K. and ALEXANDROV, I.V., Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, v.45, p.103-189, 2000.

[6] BEYERLEIN, I. J., TÓTH, L. S. Texture evolution in equal-channel angular extrusion. *Progress in Materials Science*, v. 54, p. 427-510, 2009.

[7] LI, S., GAZDER, A. A., BEYERLEIN, I. J., PERELOMA, E. V., DAVIES, C. H. J. Effect of processing route on microstructure and texture development in

equal channel angular extrusion of interstitial-free steel. *Acta Materialia*, v. 54, p. 1087-1100, 2006.

[8] EDDAHBIA, M., RAUCH, E. F. Texture and microstructure of ultra low carbon steel processed by equal channel angular extrusion. *Materials Science and Engineering A*, v. 502, p. 13–24, 2009.

[9] ELIAS, J.A., HOOK, R.E. Vacuum-degassed low carbon steel and its production method. U.S. Patent nº 3, 765, 874, patenteada pela Armco Steel Corporation, 1973.

[10] FUKUDA, N., SHIMIZU, M. Effect of titanium addition on the improvement of rvalue in cold-rolled sheet steels. *Journal of Japan Society for Tecnology of Plasticity*, v. 142, p. 841-850, 1972.

[11] THITHER, G., GARCIA, C.I., HUA, M., De ARNO, A.J. Precipitation behavior and solute effects in interstitial- free steels. In: *International forum for physical metallurgy of IF steels*, p. 293-322, 1994.

[12] RABELO, G. B. C. Avaliação comparativa de aços livres de intersticiais (IF) e aços endurecíveis por envelhecimento na cura da pintura (BH) da classe de 220 MPa no limite de escoamento. 1999, 123f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica) - Escola de Engenharia Metalúrgica e Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 1999.

[13] CURADO, L. S.; YNOUE, M.; DOI, S. N. Desenvolvimento de aço IF na Cosipa. In: *Seminário de Laminação da ABM*, 34, 1997, Belo Horizonte, MG. *Anais...* Belo Horizonte, MG: ABM, 1997.

[14] TSE, Y. Y.; DUGGAN, B. J. Orientation Imaging microscopy studies of recrystallization in interstitial-free steel. *Metallurgical and Materials Transactions: A*, v. 37A, p. 1055-1064, 2006.

[15] JONAS, J. J. Effects of shear band formation on texture development in warm-rolled IF steels. *Journal of Materials Processing Technology*, v.117, p. 293299, 2001.

- [16] BARNETT, M.R., Role of in-grain shear bands in nucleation of //ND recrystallization textures in warm rolled steel. *ISIJ International*, v.38, n.1, pp.78-85, 1988.
- [17] SAMJDAR, I., VERLINDEN, B., KESTENS, L. and VAN HOUTTE, P., Physical parameters related to the developments of recrystallization textures in an ultra low carbon steel. *Acta Materialia*, v.47, pp.55-65, 1999.
- [18] R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, *JOM* 58 (4) (2006) 33–39.
- [19] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Prog. Mater. Sci.* 45 (2000) 103–189.
- [20] R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement, *Prog. Mater. Sci.* 51 (2006) 881–981.
- [21] A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon, Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications, *Prog. Mater. Sci.* 53 (2008) 893–979.
- [21] Y. Estrin, Ultrafine grained Al alloys by severe plastic deformation: processes and properties, in: J. Hirsch, B. Skrotzki, G. Gottstein (Eds.), *Aluminium Alloys*, Vol. 1, Wiley-VCH, Weinheim, 2008, pp. 71–82.
- [23] SEGAL, V. M. Materials processing by simple shear. *Materials Science and Engineering: A*, v. 197, n. 2, p. 157-164, 1995.
- [24] NAGASEKHAR, A. V.; CHAKKINGAL, U.; VENUGOPAL, P. Equal Channel Angular Extrusion of Tubular Aluminum Alloy Specimens—Analysis of Extrusion Pressures and Mechanical Properties. *Journal of manufacturing processes*, v. 8, n. 2, p. 112-120, 2006.
- [25] R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, v. 51, p. 881–981, 2006.

- [26] KOCH, C. C. Optimization of strength and ductility in nanocrystalline and ultrafine grained metals. *Scripta Materialia*, v. 49, p. 657-662, 2003.
- [27] WANG, Y.; CHEN, M.; ZHOU, F.; MA, E. High tensile ductility in a nanostructured metal. *Nature*, v. 419, p. 912-914, 2002.
- [28] McQUEEN, H.J., BLUM, W., Dynamic recovery: sufficient mechanism in the hot Deformation of Al (B99.99). *Material Science and Engineering A*, v. 290 p. 95-107, 2000.
- [29] SILVA, F. R. F., Caracterização microestrutural e verificação experimental da simulação computacional das rotas A e C do processo ECAP para o aço IF. *Dissertação de Mestrado, PPGEM-UFF*, 2008.
- [30] GAZDER, A. A., CAO, W., DAVIES, C. H. J., PERELOMA, E. V. An EBSD Investigation of Interstitial-Free Steel Subjected to Equal Channel Angular Extrusion. *Materials Science and Engineering A*, v. 497, p. 341–352, 2008.
- [31] PETRYKA, H., STUPKIEWICZA, S., KUZIĄK, R. Grain refinement and strain hardening in IF steel during multi-axis compression: experiment and modeling. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 204, p. 255–263, 2008.
- [32] HUMPHREYS, F.J. and HATHERLY, M. *Recrystallization and related annealing phenomena*. Pergamon, 1995.
- [33] HAESSNER, F. (Ed.). *Recrystallization of metallic materials*. Dr. Riederer Verlag GmbH, Stuttgart, 1978.
- [53] DOHERTY, R.D., HUGHES, D.A., HUMPHREYS, F.J., JONAS, J.J., JUUL JENSEN, D., KASSNER, M.E., KING, W.E., MCNELLEY, T.R., McQUEEN, H.J. and ROLLETT, A.D., Current issues in recrystallization: A review. *Materials Science and Engineering A*, v.238, n.7, pp.219-274, 1997.
- [35] KUMAR, K.S., VAN SWYGENHOVEN, H. and SURESH, S., Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys. *Acta Materialia*, v.51, pp.5743-

5774, 2003. [58] VALIEV, R.Z., Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. *Nature Materials*, v.3, pp.511-516, 2004.

[36] KIM, H. S.; RYU, W. S.; JANACEK, M.; BAIK, S. C.; ESTRIN, Y. Effect of equal channel angular pressing on microstructure and mechanical properties of IF steel. *Advanced Engineering Materials*, v. 7, p. 43–46, 2005.

[37] PADILHA, A. F.; JUNIOR, F. S. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. *ABM*, 2005.

[38] 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.

[39] BLICHARSKI, M., DYMEK, S., WROBEL, M. Inhomogeneities of microstructure evolved in metals under plastic deformation. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 53, p. 75-84, 1995.

[40] KUHLMANN-WILSDORF, D., OVERVIEW No. 131“Regular” deformation bands (DBs) and the LEDS hypothesis. *Acta Materialia*, v. 47, p. 1697-1712, 1999.

[41] ARMSTRONG, R.W. and ZERILLI, F.J., Dislocation mechanics aspects of plastic instability and shear banding. *Mechanics of Materials*, v.17, pp.319-327, 1994.

[42] MOHAMED, G. AND BACROIX, B. Role of Stored Energy in Static Recrystallization of Cold Rolled Copper Single And Multicrystals, vol 48, 2000, 3295-3302 p 15.

[43] DILIGENT, S., GAUTIER, E., LEMOINE, X. and BERVEILLER, M., Lattice orientation dependence of the stored energy during cold-rolling of polycrystalline steels. *Acta Materialia*, v.49, pp.4079-4088, 2001.

- [44] SILVA, I. B.; BATALHA, G. F., *Conformação plástica dos metais / coord. rev. E. Bresciani Filho. ed. dig. S.T. Button, São Paulo: EPUSP, 2011.*
- [45] Jazaeri H., Humphreys, F.J., *The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminum alloys I - the deformed state. Acta Materialia, v. 52, p. 3239-3250, 2004.*
- [46] HANSEN, N., Medalist, R.F.M.A., *New Discoveries in Deformed Metals. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 32, p. 2917-2935, 2001.*
- [47] DOHERTY, R.D., *Recrystallization and Texture, Progress in Material Science, v. 42, p. 39-58, 1997.*
- [48] BAY, B., HANSEN, N., *Initial Stages of Recrystallization in Aluminum of Commercial Purity, Metallurgical Transactions A, v. 10, p. 279-288, 1979.*
- [49] GODIKSEN, R. *Simulations of Recrystallization in Metals. 2007. Tese de Doutorado. Risø National Laboratory, Technical University of Denmark.*
- [50] HUMPHREYS, F.J., *Review: Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction. Journal of Materials Science, v.36, pp.3833-3854, 2001.*
- [51] CAUL, M. and RANDLE, V., *Microtexture analysis of Interstitial-Free Steel. Materials Characterization, v.38, pp.155-163, 1997.*
- [52] ASSIS, W.L.S., *Evolução Microestrutural do Ferro puro Laminado a Frio e Posteriormente Recozido, Qualificação de Doutorado, PPGEM-UFF, 2007.*
- [53] VANDERMEER, R. *Microstructural descriptors and the effects of nuclei clustering on recrystallization path kinetics. Acta Materialia, v.53, p. 1449 – 1457, 2005.*
- [54] GOKHALE, M.; DEHOFF, 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.*

[55] RANDLE,V.; ENGLER,O. Introduction to Texture Analysis : Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping. CRC Press, 2009.

[56] ALVES, P.H. 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. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós Graduação em Engenharia Metalúrgica, UFF.

[57] GODEC, N.; JENKO, M. Presentation methods of textures measurements. *Materiali in Tehnologije*, v. 36, p. 359-364, 2000.

[58] HUGHES, D. A., HANSEN, N. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. *Acta Materialia*, v. 45, p. 3871-3886, 1997.

[59] CHEN, J. et al. Texture evolution and its simulation of cold drawing copper wires produced by continuous casting. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v.21, p.152-158, 2011.

[60] HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. Elsevier, 1995.

[61] LEE, M.; WANG,J.; ANDERSON,P. Texture evolution maps for upset deformation of body-centered cubic metals. *Materials Science and Engineering A*, v.463, p.263 - 270, 2007.

[62] RAABE, D.; BARLAT,F.; CHEN, L.; Continuum Scale Simulation of Engineering Materials, Wiley – VCH, Weinheim, 2004.

[63] 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, p. 66-77, 2005.

[64] LI, S.; GAZDER, A. A.; BEYERLEIN, I. J.; PERELOMA, E. V.; DAVIES, C. H. J. Effect of processing route on microstructure and texture development in equal channel angular extrusion of interstitial-free steel. *Acta Materialia*, v. 54, p. 1087- 1100, 2006.

- [65] EMREN, F.; VON SCHLIPPENBACH, U.; LÜCKE, K. Investigation of the development of the recrystallization textures in deep drawing steels by ODF analysis. *Acta Metallurgica*, v. 34, n. 11, p. 2105-2117, 1986.
- [66] MEDEIROS, N., LINS, J. F. C., MOREIRA, L. P., GOUVÊA, J. P. The role of the friction during the equal channel angular pressing of an IF-steel billet. *Materials Science and Engineering A*, v. 489, p. 363-372, 2008.
- [67] SILVA, F. R. F., "Evolução Microestrutural De Um Aço Livre De Intersticiais Estabilizado Ao Titânio Deformado A Frio Via Prensagem Em Canais Equiangulares E Posteriormente Recozido, Tese de Doutorado. PPGEM-UFF, 2008.
- [68] LINS, J. F. C.; SANDIM, H. R. Z.; KESTENBACH, H. J. Microstructural and textural characterization of a hot-rolled IF steel. *Journal of Materials Science*, v. 42, p. 6572-6577, 2007.
- [69] KUHLMANN-WILSDORF, D., HANSEN, N. Geometrically necessary, incidental and subgrains boundaries. *Scripta Metallurgica et Materialia*, v. 25, p. 1557-1562, 1991.
- [70] GAZDER, A. A., CAO, W., DAVIES, C. H. J., PERELOMA, E. V. An EBSD Investigation of Interstitial-Free Steel Subjected to Equal Channel Angular Extrusion. *Materials Science and Engineering A*, v. 497, p. 341–352, 2008.
- [71] SHIN, D. H.; KIM, I.; KIM, J.; PARK, K-T. Grain refinement mechanism during equal-channel angular pressing of a low-carbon steel. *Acta Materialia*; v. 49, p. 1285-1292, 2001.
- [72] FUKUDA, Y.; OH-ISHI, K.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Processing of a low-carbon steel by equal-channel angular pressing. *Acta Materialia*, v. 50, p. 1359-1368, 2002.
- [73] ZHU, Y. T., LOWE, T. C. Observations and issues on mechanisms of grain refinement during ECAP process. *Material Science and Engineering A*. v.291, p. 46-53, 2000.

- [74] 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.
- [75] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Prog. Mater. Sci.* 45 (2000) 103–189.
- [76] CASTRO G.G.P., Caraterização Microestrutural E Da Textura Cristalográfica Da Liga Al Aa1070 Deformado A Frio Via Ecap A Partir Da Rota C. Dissertação De Mestrado, PPGEM-UFF, 2014.
- [77] MENDES R.S., Caraterização Microestrutural E Da Textura Cristalográfica Da Liga Al Aa1070 Deformado A Frio Via Ecap Partir Da Rota A. Dissertação de Mestrado, PPGEM-UFF, 2014.
- [78] HAUGEN, C.G., Caracterização Microestrutural da Liga Al AA1070 Defromada via Prensagem em Canais Equiangulares a Frio Atravéz das Rotas B<sub>A</sub> e B<sub>C</sub>. Dissertação de Mestrado, UFF, 2014.
- [79] Fonseca, G.S.F., Rios P.R., Modelagem Cinética Do Crescimento Anormal De Grão, *Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração*. V.7, n.1-2, jul-dez. 2010.
- [80] PARK, K. T.; SHIN, D. H. Annealing behavior of submicrometer grained ferrite in low carbon steel fabricated by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*, v. 334, p. 79-86, 2002.
- [81] HAZRA, S. S.; PERELOMA, E. V.; GAZDER, A. A. Microstructure and mechanical properties after annealing of equal-channel angular pressed interstitial-free steel. *Acta Materialia*, v. 59, p. 4015-4029, 2011.
- [82] RIOS, P.R. e VILLA, E. On the generalisation of JMAK's theory. *Materials Science Forum*, vol. 753, 2013, p. 137-142.
- [83] RAY, R. K.; JONAS, J. J.; HOOK, R. E. *Int. Mat. Rev.*, v. 39, n. 4, p. 129, 1994.

- [84] FALLEIROS, I.G.S. Campos, M.F., Nucleação da recristalização. *Int. Mat. Rev.*, v. 39, n. 4, p. 129, 2011.
- [85] HILLERT, M. On the theory of normal and abnormal grain growth. *Acta Metallurgica*, v. 13, n. 3, p. 227-38, mar. 1965.
- [86] RIOS, P. R.; GLICKSMAN, M. E. Topological theory of abnormal grain growth. *Acta Materialia*, v. 54, n. 19, p. 5313-21, nov. 2006.
- [87] JOHNSON, W. A.; MEHL, R. F. Reaction kinetics in processes of nucleation and growth. *Transactions of the Metallurgical Society of American Institute of Mining and Engineers*, v. 135, p. 416-41, Feb. 1939.
- [88] AVRAMI, M. Kinetics of phase change. I General theory. *Journal of Chemical Physics*, v. 7, n.1 2, p. 1103-12, Dec. 1939
- [89] AVRAMI, M. Kinetics of phase change. II Transformation-time relations for random distribution of nuclei. *Journal of Chemical Physics*, v. 8, n. 2, p. 212-24, Feb. 1940.
- [90] AVRAMI, M. Kinetics of phase change. III Granulation, phase change, and microstructure. *Journal of Chemical Physics*, v. 9, n. 2, p. 177-84, Feb. 1941.
- [91] HASHIMOTO, A. C. R. D. Cinética de Recristalização de um Aço Perlítico SAE 1070 Trefilado. Tese de Doutorado, PPGEM-UFF, 2019.

