

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
ESCOLA POLITÉCNICA

MARCELLI SUSAKI DIAS

**Estudo Comparativo de Textura Cristalográfica de Tubos de Cobre  
Sem Costura Obtidos por Laminação Planetária**

São Paulo  
2020

MARCELLI SUSAKI DIAS

**Estudo Comparativo de Textura Cristalográfica de Tubos de Cobre  
Sem Costura Obtidos por Laminação Planetária**

São Paulo

2020

MARCELLI SUSAKI DIAS

**Versão Corrigida**

**Estudo Comparativo de Textura Cristalográfica de Tubos de Cobre  
Sem Costura Obtidos por Laminação Planetária**

Dissertação apresentada à Escola  
Politécnica da Universidade de São Paulo  
para obtenção do título de Mestre em  
Ciências.

Área de concentração: Engenharia  
Metalúrgica e de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Eduardo Franco de  
Monlevade

São Paulo  
2020

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_

Assinatura do autor: \_\_\_\_\_

Assinatura do orientador: \_\_\_\_\_

#### Catálogo-na-publicação

Dias, Marcelli Susaki

Estudo Comparativo de Textura Cristalográfica de Tubos de Cobre Sem Costura Obtidos por Laminação Planetária / M. S. Dias -- versão corr. -- São Paulo, 2020.

99 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Laminação Planetária 2.Tubos Sem Costura 3.Ligas de Cobre  
4.Recristalização 5.Textura I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

Catálogo na publicação  
Serviço de Biblioteca e Documentação  
Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

**DIAS, M. S. Estudo Comparativo de Textura Cristalográfica de Tubos de Cobre Sem Costura Obtidos por Laminação Planetária.** 2020. 99 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica) – Versão Corrigida – Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2020.

Dissertação apresentada ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Aprovada em: 03/12/2019

Banca Examinadora

Prof. Dr. Eduardo Franco de Monlevade

Instituição: Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

Profa. Dra. Érika Fernanda Prados

Instituição: Universidade Federal do ABC

Prof. Dr. Nelson Batista de Lima

Instituição: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

## Dedicatória

A todas as pessoas responsáveis por me tornar quem sou hoje.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deusa, a minha família e ao Ted. Agradeço ao meu orientador (Prof. Dr. Eduardo Franco de Monlevade) pela paciência e dedicação.

Agradeço aos membros da banca examinadora por participarem deste momento.

Agradeço aos professores que auxiliaram no desenvolvimento deste texto, seja com discussões ou ajuda experimental, Prof. Dr. Angelo Fernando Padilha, Prof. Dr. Hélio Goldenstein, Prof. Dr. Sérgio Duarte Brandi e Prof. Dr. Cláudio Schön.

Agradeço aos técnicos de laboratório que auxiliaram em todos os preparos, José Rubens Beserra de Carvalho, Antônio Lívio da Silva Nunes. Agradeço à equipe de Pesquisa de Soldagem por todo o apoio oferecido, ao Projeto Petrobras Número 0050.0086316.13.9, e principalmente pela ajuda do Jeferson José de Carvalho e do Antônio do Nascimento Silva Alves.

Agradeço ao Laboratório de Difração de Raios-X do CCTM- Ipen, principalmente ao Dr. Nelson Batista de Lima e ao técnico Renê Olivier. Também agradeço a ajuda na revisão de análises no MTEX a Ângelo Zimmermann.

Agradeço aos meus amigos, que durante todo esse tempo me deram força para concluir essa etapa. Talvez não consiga citar todos os nomes dos envolvidos, mas eu sei o papel que cada um cumpriu. Obrigada, Thiago Pires Nagasima, Natalia Piedemonte Antoniassi, Gustavo Suto, Viviam Marques, Beatriz Ramos, Marcos Uchiyama.

“Tudo o que temos de decidir é o que fazer com o tempo que nos é dado”.

(J. R. R. Tolkien, 2001, p. 53)

## Resumo

No presente trabalho, analisa-se a textura cristalográfica de tubos de cobre da liga 12200 obtidos via laminação planetária. Dois materiais de partida diferentes foram utilizados para laminação, sendo: tubo fundido continuamente e tubo extrudado. Além de catalogar as texturas obtidas pelo processo, avalia-se a possibilidade de que diferentes materiais de partida possam gerar diferentes padrões de textura. Neste caso, a textura serviria como critério comparativo que pode ser relacionado posteriormente com a homogeneidade das propriedades relacionadas a ela, como o Módulo de Young. Foram realizadas análises de microtextura (EBSD) e macrotextura (difração de raios-x com goniômetro de textura) em amostras devidamente preparadas das superfícies externa, de meia espessura e interna. Diferenças entre as texturas obtidas por cada técnica de análise foram observadas. Também foi observada a variação da textura ao longo da espessura, sugerindo que devido à geometria do processo de laminação as camadas sofreram recristalização dinâmica em momentos e circunstâncias diferentes. Verificou-se a necessidade de analisar os dados obtidos por um software que não force simetria. Foi encontrada a textura clássica do tipo cubo em todas as amostras analisadas, caracterizando a textura de recristalização. Concluiu-se que a textura de recristalização nesse processo é independente do material de partida.

**Palavras-chave:** Laminação planetária. Tubos sem costura. Ligas de cobre. Recristalização. Textura.

## Abstract

In the present work, the crystallographic texture of 12200 copper alloy tubes obtained by planetary rolling was analyzed. Two different starting materials were used for rolling: continuously cast tube and extruded tube. In addition to cataloging the textures obtained by the process, the possibility that different starting materials may generate different texture patterns was evaluated. In this case, the texture would serve as a comparative standard that may be further related to the homogeneity of properties related to it, such as Young Modulus. Microtexture (EBSD) and macrotexture (x-ray diffraction with texture goniometer) analyzes were performed on properly prepared samples of the external surfaces, the half-thickness surface of the tube and the internal surface. Differences between the textures obtained by each analysis technique were observed. Texture variation along the thickness of the tube was also observed, suggesting that due to the geometry of the rolling process the layers underwent dynamic recrystallization at different times and circumstances. It was necessary to analyze the data by a different software that does not force symmetry. The classic cube-like texture was found in all samples analyzed, featuring the recrystallization texture. It is concluded that the recrystallization texture in this process is independent of the starting material.

**Keywords:** Planetary rolling. Seamless tubes. Copper alloys. Recrystallization. Texture.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1:Gráfico do Anuário Mineral de 2017 referente à Participação das Principais Substâncias Metálicas no Valor da Produção Mineral Comercializada de 2016 [1] .....	20
Figura 2: Esquema comparativo simplificado dos processos de produção de tubos sem costura realizados pela empresa Paranapanema S.A. ....	22
Figura 3: Macrografia dos tarugos extrudados (esq.) e fundidos (dir.) após ataque com Ácido Nítrico 31,25% [4] .....	24
Figura 4: Micrografia realizada por Li et al [5] do tubo laminado apresentando grãos axiais e algumas maclas de recozimento .....	24
Figura 5: Microscopias ópticas realizadas por Komorita no tubo laminado após preparo metalográfico e ataque com ácido nítrico 31,25%: a) tubo laminado após fundição com aumento de 200x e b) tubo laminado após extrusão com aumento de 200x [4] .....	25
Figura 6: Figura esquemática (lado esquerdo) e prática (lado direito) do Processo Mannesmann [10,11].....	28
Figura 7: Figura esquemática do laminador Pilger .....	28
Figura 8: Ilustração de laminação por Processo Mannesmann Livre de Torção Superficial em Patente registrada por Okamoto et al [13] .....	29
Figura 9: Representação Esquemática de um exemplo de planta com um laminador planetário PSW do Grupo SMS, onde: 3-laminador planetário onde é possível identificar os cilindros de trabalho em branco e os cabeçotes em azul e o anel em cinza e, 4- unidade de têmpera, 6- unidade de corte e 7-unidade de enrolamento .....	30
Figura 10: Zonas de deformação do tubo durante o processo de laminação. 1- Tubo, 2- Laminador, 3- Mandril e 4- Tubo de Cobre .....	31
Figura 11: Estudo de um ponto superficial escolhido e o seu caminho percorrido durante a deformação aplicada durante o processo [6] .....	33
Figura 12: Exemplo de malha utilizada na simulação do processo de laminação planetária (por Shih <i>et al</i> em 2002 JMPT) [7].....	34
Figura 13: Esquema de ajuste e controle de ângulos relativos do processo utilizado em estudo de Hwang et al [17].....	35

Figura 14: Esquema comparativo de trefilação de tubos utilizando um mandril fixo (à esquerda) e um mandril flutuante ou plugue (à direita) .....	36
Figura 15: Ilustração esquemática das alterações sofridas durante a recristalização e ao mudar os parâmetros de conformação (temperatura e taxa de deformação e tamanho inicial de grão $D_0$ ): a) e b) a resposta de tensão-deformação mostrando a transição do regime de um pico e do regime de múltiplos picos; c) a estrutura <i>necklace</i> durante recristalização dinâmica descontínua; d) o efeito das condições de deformação e do tamanho inicial de grão na cinética de recristalização; e) evolução do tamanho médio de grão recristalizado dependendo do tamanho inicial de grão; f) evolução do tamanho médio de grão recristalizado dependendo das condições de deformação. Repare que um tamanho de grão para o estado estacionário é alcançado em e) e em f) [22].....	41
Figura 16: Orientação do plano basal (0001) em um cristal hexagonal. A posição do polo na esfera unitária em relação a um referencial é descrita por dois ângulos $\alpha$ e $\beta$ . No entanto, o polo para (1010) necessitaria de mais informações para não obter uma definição equívoca. [23] .....	44
Figura 17: Representação dos polos da família {100} de um cristal cúbico em projeção estereográfica. (a) O cristal na esfera unitária; (b) projeção dos polos de {100} no plano equatorial; (c) figura de polo de {100} e definição dos ângulos $\alpha$ e $\beta$ da figura de polo [23].....	44
Figura 18: Diagrama esquemático da rotação do sistema na ordem 1, 2 e 3 para o novo sistema de coordenadas [23].....	45
Figura 19: Exemplo do espaço de Euler [23] .....	46
Figura 20: Formação das linhas de Kikuchi para análise EBSD (a) e (b) linhas de Kikuchi do padrão do Cobre [23] .....	48
Figura 21: Representação esquemática (fora de escala) que mostra o detalhe do corte do tubo para obtenção das amostras. O número 1 indica a superfície externa do tubo, o número 2 a superfície da meia espessura em relação à superfície externa e o número 3 indica a superfície interna do tubo.....	52
Figura 22: Amostra do tubo fundido como recebido sem preparo metalográfico, a escala na figura é em centímetros .....	55
Figura 23: Tubo fundido e tubo laminado para evidenciar a redução de espessura, a escala na figura está em centímetros .....	56

Figura 24: Tubo extrudado com preparo metalográfico para evidenciar a microestrutura refinada, corte da estrutura e amostra embutida para possível verificação de textura da superfície externa. A escala é em centímetros.....	57
Figura 25: Macrografia do tubo extrudado da superfície transversal com ataque de ácido nítrico 31,25 %, escala na figura e 1x de aumento .....	58
Figura 26: Macrografia da amostra extrudada, com algumas marcas da serra, observam-se grãos refinados equiaxiais. Aumento 0,65 e escala na figura.....	58
Figura 27: Tubo laminado evidenciado as marcas helicoidais que indicam a direção de deformação conforme a seta indica, escala em centímetros .....	59
Figura 28: Amostras do tubo extrudado e laminado da superfície externa e da utilizada para macrotextura. Escala em centímetros .....	60
Figura 29: Amostras do tubo fundido e laminado com corte na direção da marca helicoidal, escala em centímetros .....	61
Figura 30: Macrografia do tubo fundido com um aumento de 0,65x .....	61
Figura 31: Macrografia do tubo fundido com aumento de 1,25x.....	62
Figura 32: Figura de Polo da superfície externa da amostra fundida e laminada (FE) analisada para a família de planos {111}.....	63
Figura 33: Figura de Polo da superfície externa da amostra fundida e laminada (FE) analisada para a família de planos {200}.....	63
Figura 34: Figura de Polo da superfície externa da amostra fundida e laminada (FE) analisada para a família de planos {220}.....	64
Figura 35 FDO obtida superfície externa das amostras FE das famílias de planos {200}, {111} e {220}.....	64
Figura 36: Ábaco para leitura da FDO [23] .....	65
Figura 37: Esquema simplificado de incidência de texturas clássicas para materiais CFC .....	66
Figura 38: Figuras de polo da amostra laminada após fundição de superfície da meia espessura (amostra FM) realizada por análise DRX com goniômetro de textura nas famílias de planos {200}, {111} e {220}. A intensidade é definida pela escala de cores. ....	67
Figura 39: FDO da superfície de meia espessura da amostra FM das famílias de planos {200}, {111} e {220}.....	68

Figura 40: Figuras de polo da amostra laminada após fundição de superfície da interna (amostra FI) realizada por análise DRX com goniômetro de textura nas famílias de planos {200}, {111} e {220}. A intensidade é definida pela escala de cores.....	69
Figura 41: FDO da superfície interna da amostra FI das famílias de planos {200}, {111} e {220} .....	70
Figura 42: Figura de Polo da superfície externa da amostra extrudada e laminada (EE) analisada na família de plano {111}.....	71
Figura 43: Figura de Polo da superfície externa da amostra extrudada e laminada (EE) analisada na família de planos {200} .....	71
Figura 44: Figura de Polo da superfície externa da amostra extrudada e laminada (EE) analisada na família de planos {220} .....	72
Figura 45: FDO da superfície externa da amostra EE das famílias de planos {200}, {111} e {220} .....	72
Figura 46: Figuras de polo da amostra laminada após extrusão de superfície da meia espessura (amostra EM) realizada por análise DRX com goniômetro de textura nas famílias de planos {200}, {111} e {220}. A intensidade é definida pela escala de cores .....	73
Figura 47: FDO da meia espessura da amostra EM das famílias de planos {200}, {111} e {220} .....	74
Figura 48 Figuras de polo da amostra laminada após extrusão de superfície da interna (amostra EI) realizada por análise DRX com goniômetro de textura nas famílias de planos {200}, {111} e {220}. A intensidade é definida pela escala de cores.....	75
Figura 49: FDO da superfície interna da amostra EI das famílias de planos {200}, {111} e {220} .....	76
Figura 50: Figuras de polo obtidas pela leitura do software MTEX® da amostra FE (superfície externa da fundida e laminada) nas famílias de planos {200}, {220} e {111}.....	77
Figura 51 FDO da amostra FE sem realizar rotação das figuras de polo ou qualquer outra modificação .....	77
Figura 52: FDO da amostra FE após rotação das figuras de polo para alinhar os picos da textura cubo .....	78
Figura 53 Ângulos principais analisados do espaço de Euler para $\phi_2$ (0°, 45° e 60°) da amostra FE após rotação das figuras de polo .....	78

Figura 54: Ângulos principais analisados do espaço de Euler para $\phi_2$ (0°, 45° e 60°) da amostra FM após rotação das figuras de polo .....	78
Figura 55: Ângulos principais analisados do espaço de Euler para $\phi_2$ (0°, 45° e 60°) da amostra FE após rotação das figuras de polo .....	79
Figura 56: FDO da amostra EE em todo o espaço de Euler .....	79
Figura 57 Ângulos principais analisados do espaço de Euler para $\phi_2$ (0°, 45° e 60°) da amostra EE após rotação das figuras de polo .....	80
Figura 58: Ângulos principais analisados do espaço de Euler para $\phi_2$ (0°, 45° e 60°) da amostra EM após rotação das figuras de polo .....	80
Figura 59: Ângulos principais analisados do espaço de Euler para $\phi_2$ (0°, 45° e 60°) da amostra EI após rotação das figuras de polo .....	80
Figura 60: Mapa de orientação de grãos sem a limpeza das amostras EE com aumento 200x .....	82
Figura 61: Mapa de orientação de grãos com limpeza para pontos de $Cl > 0,1$ , sem a substituição da amostra EE com aumento 200x .....	83
Figura 62: Figuras de polo da amostra EE com legenda .....	84
Figura 63: FDO da amostra EE com legenda .....	85
Figura 64: Esquema comparativo das texturas clássicas com a FDO resultante da análise EBSD para a superfície externa da amostra extrudada (EE) .....	86
Figura 65: Mapa de orientação de grãos sem limpeza da amostra FE com aumento 200x .....	87
Figura 66: Mapa de orientação de grãos com limpeza para pontos $Cl > 0,1$ sem a substituição, da amostra FE com aumento de 200x .....	88
Figura 67: FDO da amostra FE com ângulos notáveis do espaço de Euler ...	89
Figura 68: FDO da amostra FE com legenda .....	90
Figura 69: Esquema comparativo das texturas clássicas com a FDO resultante da análise EBSD para a superfície externa da amostra fundida (FE) .....	91
Figura 70: Gradiente de taxa de deformação efetiva após 12 incrementações [14] .....	92
Figura 71: Mapa de orientação de grãos com limpeza para pontos $Cl > 0,1$ sem a substituição, da superfície da transversal da amostra fundida e laminada com aumento de 200x .....	93

Figura 72: Comparativo figuras de polo com cada corte segundo família de planos {100} .....	94
Figura 73 Comparativo figuras de polo com cada corte segundo família de planos {111} .....	95
Figura 74 Comparativo de figuras de polos com cada corte segundo a família de planos {220} .....	96

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Média das microdurezas obtidas em HV, com desvio padrão e variância [4].....	23
Tabela 2: Médias dos tamanhos de grão obtidos via Método do Intercepto em Círculos para os tubos laminados pós fundição e laminados pós extrusão .....	23
Tabela 3: Tamanho dos espaços de Euler para evitar representações equívocas dos sistemas [23].....	46
Tabela 4: Tubo de orientações CFC - [26].....	50
Tabela 5: Composição da liga 12200, segundo a norma ASTM B-280 [29] ...	51
Tabela 6: Nomenclatura utilizada para identificar as amostras laminadas e suas respectivas superfícies analisadas.....	52

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

EDE	Energia de Defeito de Empilhamento
DRX	Difração de Raios - X
EBSD	<i>Electron Backscattered Diffraction</i>
IPEN	Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
CCTM	Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais
FDO	Função Distribuição de Orientação

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\alpha$	Ângulo de contato [16]
$\beta$	Ângulo de contato [16]
$\alpha$	Azimute do polo [22]
$\beta$	Rotação do polo [22]
R	Constante universal dos gases
T	Temperatura
T <sub>f</sub>	Temperatura de fusão
$\dot{\epsilon}$	Taxa de deformação
Q	Energia de ativação
Z	Fator de Zener - Hollomon
(hkl)	Índices de Miller para plano
<uvw>	Índices de Miller para família de direções
2 $\theta$	Ângulo difratado
$\Phi$	Ângulo de Euler para RD'
$\varphi_1$	Ângulo de Euler para ND
$\varphi_2$	Ângulo de Euler para ND''
$\lambda$	Comprimento de onda
ND	Normal Direction
TD	Transversal Direction
RD	Rolling Direction

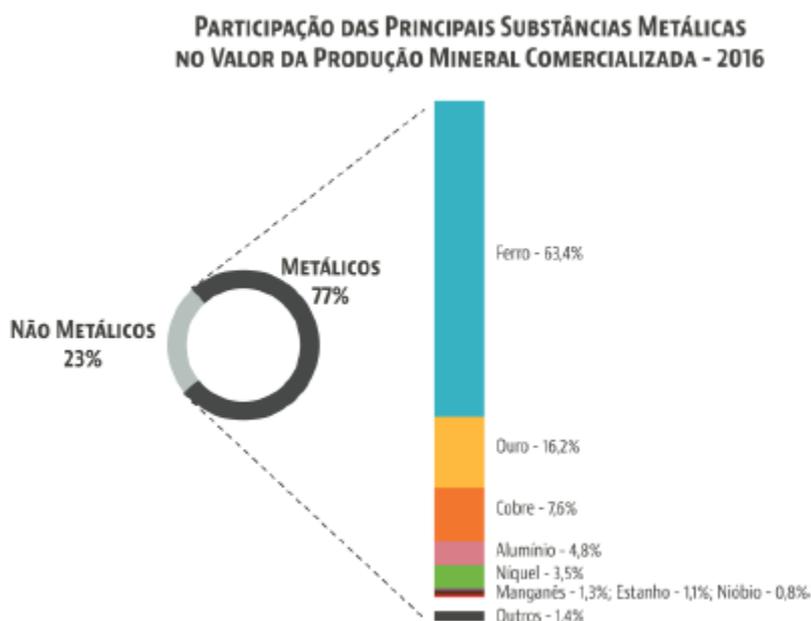
## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	20
2. OBJETIVOS .....	26
3. Revisão Bibliográfica.....	27
3.1. Processo de Laminação .....	27
3.1.1 Laminação Planetária .....	29
3.2. Processo de Trefilação .....	35
3.3. Recristalização.....	36
3.3.1 Recristalização Dinâmica.....	38
3.4. Textura Cristalográfica .....	43
3.4.1 Ângulos e Espaço de Euler .....	44
3.4.2 Linhas de Kikuchi .....	47
3.4.3 Textura de Deformação e de Recristalização .....	49
3.4.4 Análises de Textura Aplicada a Processos de Conformação .....	50
4. MATERIAIS E MÉTODOS .....	51
4.1. Materiais utilizados .....	51
4.2. Métodos para preparo das amostras.....	51
4.2.1 Preparação Metalográfica.....	52
4.2.2 Preparação para Análise EBSD e Análise EBSD.....	53
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	55
5.1 Caracterização do Material como Recebido .....	55
5.2 Análise de Textura Cristalográfica via Difração de Raios-X.....	62
5.2 Análise EBSD.....	81
5.3 Análises comparativas.....	94
6. CONCLUSÕES .....	97
7. REFERÊNCIAS.....	98

## 1. INTRODUÇÃO

O cobre é um importante material metálico para a economia brasileira e mundial. Em 2016, de acordo com o anuário Mineral Brasileiro [1], o cobre representou 7,6% dos 77% de produtos metálicos (na participação das principais substâncias metálicas no valor da produção mineral) comercializada conforme a Figura 1 ilustra. Essa porcentagem de materiais metálicos está relacionada a 71,9 bilhões de reais referentes à produção mineral, com participação massiva dos estados de Minas Gerais e Pará.

Figura 1: Gráfico do Anuário Mineral de 2017 referente à Participação das Principais Substâncias Metálicas no Valor da Produção Mineral Comercializada de 2016 [1]



Fonte: Anuário Mineral Brasileiro, 2016.

O cobre pode ser fundido, laminado, trefilado, forjado e extrudado. O processo de conformação escolhido deve corresponder às propriedades e aplicações da liga desejada, assim como a sua composição. Suas propriedades mecânicas, como a ductilidade, permitem que seus processos sejam realizados a frio ou em temperaturas homólogas relativamente baixas. [2,3]

A liga estudada nesta pesquisa é C12200 (desoxidado, alto teor de fósforo - DHP) cujos tubos sem costura eram produzidos na indústria Paranapanema S. A. para servirem como tubos de refrigeração de ar condicionado e tubos de gás. O processo era realizado via:

1. Fundição do tarugo maciço
2. Aquecimento do tarugo a 800~900 °C
3. Inserção do tarugo da prensa de extrusão
4. Perfuração do tarugo com o mandril (com eliminação de cilindro de refugo)
5. Extrusão do tarugo com furo no centro
6. Laminação do tubo (Laminação Pilger)
7. Trefilação do tubo

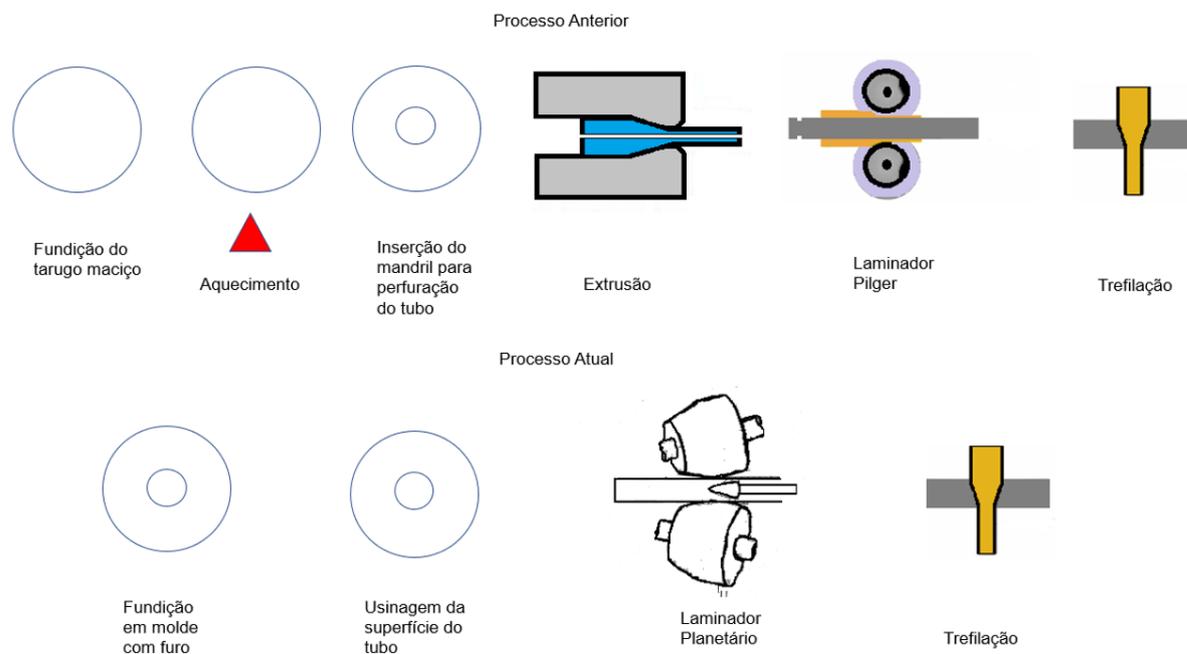
Atualmente o processo realizado é:

1. Fundição Contínua de tarugo maciço com furo no centro do molde
2. Usinagem superficial do tarugo fundido
3. Laminação do tubo (Laminador Planetário)
4. Trefilação do tubo

A mudança eliminou uma etapa importante e de elevado custo, pois requeria o reaquecimento do tarugo antes da perfuração e da extrusão, como visto no esquema comparativo da Figura 2. Também possibilitou a alimentação de tubos maiores (antes de 6 m e agora de 23 m) na laminação. Além disso, introduziu um processo de conformação em que, logo na segunda etapa, pode dar origem a um tubo semiacabado com mais de 200 m de comprimento. Em contrapartida, o laminador Pilger não permitia tubos semiacabados com essas dimensões, além de ser um

processo mais lento. O cilindro de refugo gerado chega a 15 % do peso do tarugo maciço e retorna para a fundição.

Figura 2: Esquema comparativo simplificado dos processos de produção de tubos sem costura realizados pela empresa Paranapanema S.A.



Fonte: Arquivo pessoal.

Em determinada ocasião, o laminador planetário passou a ser temporariamente alimentado por tarugos extrudados ao invés de tarugos fundidos. Para avaliar se existiam diferenças entre os produtos da laminação conforme o material de partida, foram realizados estudos sobre a sua microestrutura e tamanhos de grão em 2017, por Komorita [4]. Em seu estudo, a Tabela 1 indica os resultados obtidos para as microdurezas médias dos tubos laminados via EMCO-TEST DuraScan a 0,2 HV por 10 s a uma distância mínima de endentações de 175  $\mu\text{m}$ . É possível constatar que os

tubos laminados a partir de tarugos extrudados possuem maior dureza, mas o valor não ultrapassa uma ordem de grandeza.

Tabela 1: Média das microdurezas obtidas em HV, com desvio padrão e variância [4]

	<b>Fundido e Laminado</b>	<b>Extrudado e Laminado</b>
<b>Média (HV)</b>	62,2	88,3
<b>Desvio padrão</b>	2,06	2,07
<b>Variância</b>	4,22	4,28

Fonte: Komorita, 2017 [4] – adaptado.

Komorita também concluiu que não havia diferença em ordem de grandeza nos tamanhos médios de grãos, como pode ser visto na Tabela 2, cujos dados foram calculados pelo método do intercepto em círculos. É possível relacionar que a maior microdureza do tubo extrudado se dá pelo tamanho de grão médio ligeiramente menor, ou supor que talvez exista outro mecanismo atuante porque a diferença não chega a uma ordem de grandeza.

Tabela 2: Médias dos tamanhos de grão obtidos via Método do Intercepto em Círculos para os tubos laminados pós fundição e laminados pós extrusão

	<b>Fundido e Laminado</b>	<b>Extrudado e Laminado</b>
<b>Média (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	19,5	17,5

Fonte: Komorita, 2017 [4] – adaptado.

A microestrutura encontrada é composta de uma única fase de cobre. Para o material fundido, os grãos são colunares e para o material extrudado os grãos são equiaxiais como pode ser visto na Figura 3 do estudo de Komorita [4]. Para o material laminado, independente do processo anterior, os grãos se mostraram equiaxiais, como pode ser ilustrado pelas Figura 4 e 5 que correspondem a microestrutura encontrada por Li et al [5]. Visto que a microestrutura não muda e que o tamanho de grão é ligeiramente diferente, ainda não é possível afirmar que não existe nenhuma alteração que possa alterar as propriedades finais do produto.

Figura 3: Macrografia dos tarugos extrudados (esq.) e fundidos (dir.) após ataque com Ácido Nítrico 31,25% [4]

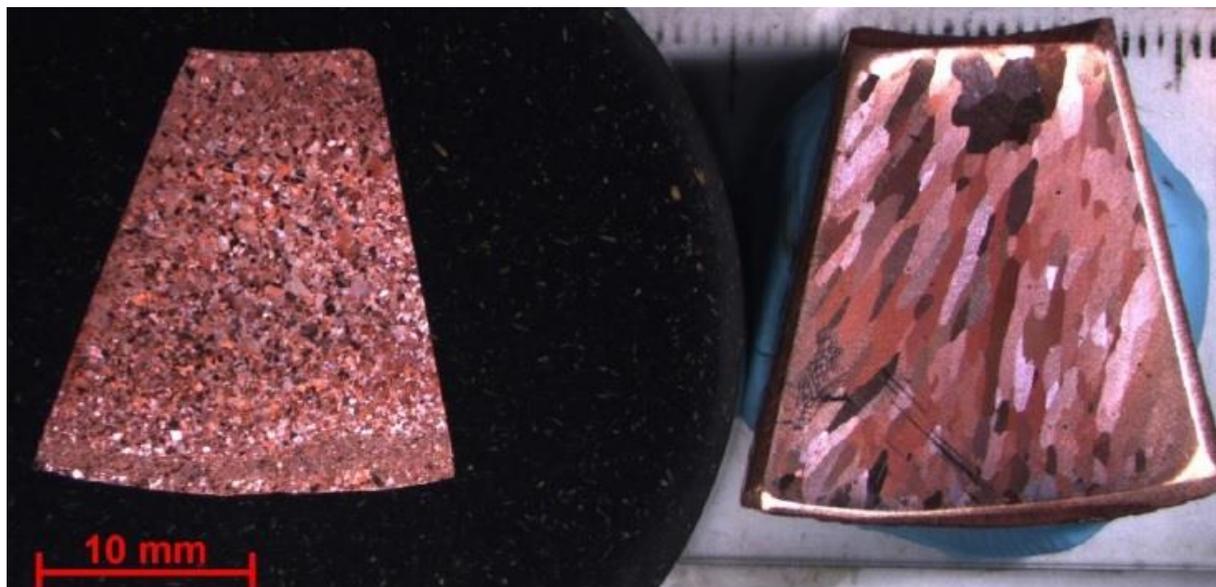
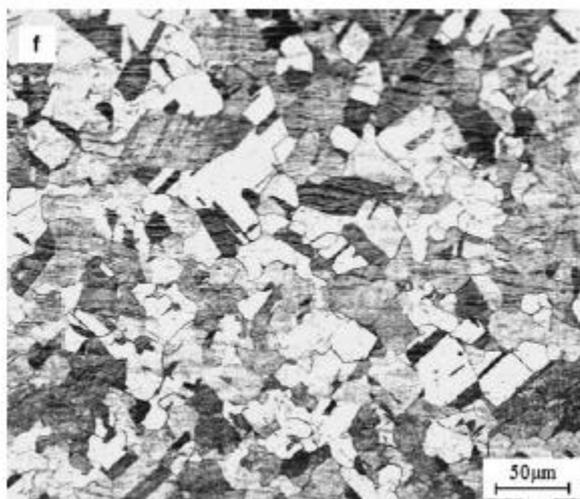
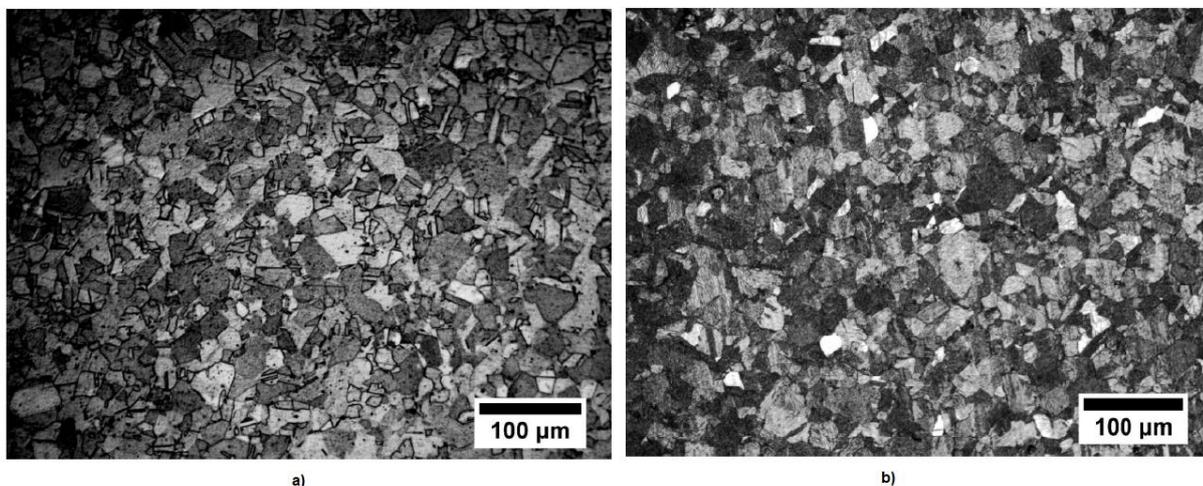


Figura 4: Micrografia realizada por Li et al [5] do tubo laminado apresentando grãos axiais e algumas maclas de recozimento



Fonte: Li et al, Journal of Material Engineering and Performance, 2008 [5]

Figura 5: Microscopias ópticas realizadas por Komorita no tubo laminado após preparo metalográfico e ataque com ácido nítrico 31,25%: a) tubo laminado após fundição com aumento de 200x e b) tubo laminado após extrusão com aumento de 200x [4]



Fonte: Komorita, 2017 [4]

Entre 2000 e 2003, Shih et al publicaram uma série de artigos sobre o relativamente novo processo de laminação planetária, partindo da análise de elementos finitos, com algumas considerações, analisando o processo posteriormente considerando mais fatores na análise de elementos finitos (inclusive a predição de gradientes de temperatura e deformação) e passando finalmente a realizar análises experimentais com Hung, utilizando um polímero para a simulação. Apesar de existir essa série de estudos sobre o processo, não existe nenhum que explore a textura obtida após essa laminação. [6-8]

Esse trabalho é justificado pela importância econômica do cobre e sua ampla utilização nas aplicações de construção civil (na forma de tubos para água, gás e refrigeração). A textura cristalográfica resultante deste processo ainda não foi descrita na literatura, e o conhecimento deste aspecto do processo de conformação pode ser importante para o entendimento da sua influência nas etapas seguintes da fabricação de tubos, também como pode servir de variável de controle sobre as propriedades do material que estejam relacionadas com a textura.

## 2. OBJETIVOS

Catalogar as texturas cristalográficas obtidas após a laminação planetária em tubos sem costura da liga de cobre 12200, comparando os resultados com outros processos de laminação e com as texturas clássicas encontradas no cobre. Pretende-se também definir se o processo que produz o material de partida pode influenciar a textura final encontrada.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. Processo de Laminação

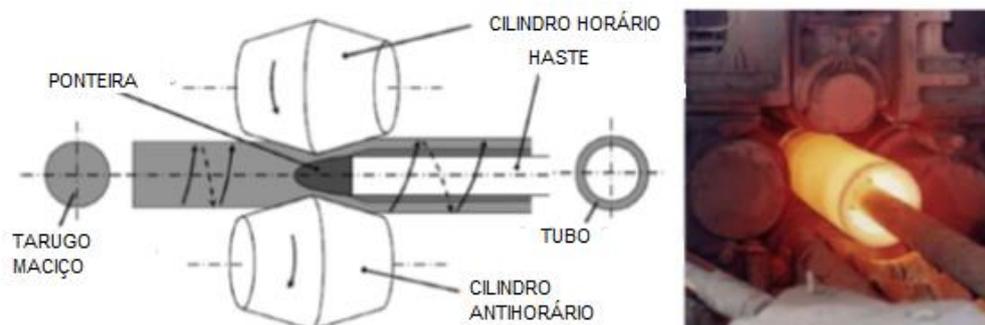
Entende-se por laminação a conformação de metais com grandes reduções de espessura, em um ou mais passes entre cilindros rotativos. Existem diversos processos diferentes de laminação, cada um com suas peculiaridades relacionadas às especificações do produto conformado.

O processo de laminação de metais tem como objetivo conformar produtos finais ou semiacabados. A classificação pode ser realizada, segundo Altan *et al* [2], em quatro categorias:

1. Redução uniforme na espessura sem mudanças de largura, para tiras e chapas finas;
2. Redução uniforme na espessura com aumento de largura, para tarugos e chapas grossas;
3. Redução moderadamente não uniforme na seção transversal,
4. Redução altamente não uniforme na seção transversal

Inicialmente a produção de tubos era realizada com a laminação de chapas, calandragem e então a soldagem para transformar em tubos. Com o avanço da tecnologia, o Processo Mannesman (ou *Skew-Roll Piercing* ou *Piercing Rolling*) foi desenvolvido como o primeiro processo para conformação de tubos sem costura e está ilustrado na Figura 6. O Processo Diesher também foi desenvolvido, mas utiliza guias circulares ao invés de lineares, segundo o artigo de revisão realizado em 2014 por Li et al [9].

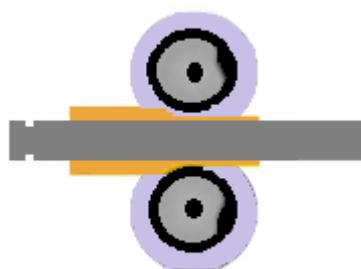
Figura 6: Figura esquemática (lado esquerdo) e prática (lado direito) do Processo Mannesmann [10,11]



Fonte: [10] e Pater et al [11] – adaptado.

O processo Mannesmann pode ser dividido em laminadores de 2 ou de 4 cilindros de trabalho, sendo o de dois cilindros o mais usado para produzir tubos sem costura de parede espessa e altas temperaturas. O tubo é então conformado para diminuir a espessura em diversas configurações de plantas e utilizando laminadores como o Pilger ilustrado na Figura 7, por exemplo. O laminador Pilger alterna seqüências de avanço e retorno, dessa maneira, alterando o sentido de laminação e sentido de rotação. Como o produto é semiacabado, esta etapa é crucial para determinar a qualidade e as características do tubo sem costura finalizado. [9]

Figura 7: Figura esquemática do laminador Pilger



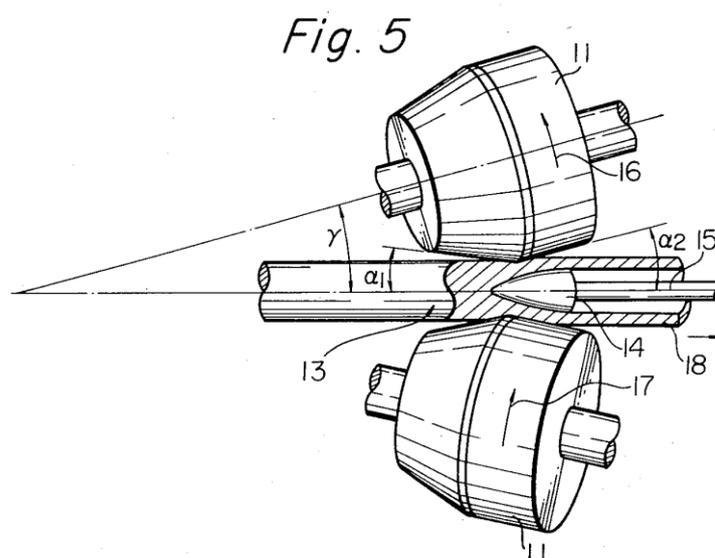
Fonte: Arquivo pessoal.

Em uma configuração básica de planta utilizando processos similares ao Processo Mannesmann, o metal é continuamente fundido e forjado em barras cilíndricas denominadas tarugos. Esses tarugos passam por dois cilindros de trabalho, que podem também ser cônicos, que comprimem, empurram e rotacionam o tarugo em temperaturas entre 800 °C - 900 °C para conformação a quente ou em temperaturas próximas da temperatura ambiente em conformação a frio devido a

instabilidade das propriedades do cobre na faixa de 200 - 500 °C. O laminador Mannesmann também possui um mandril que perfura a peça para formar o furo com o diâmetro interno desejado. Por ser um processo com alta deformação, podem ocorrer trincas e o acompanhamento do tarugo é necessário para garantir a qualidade. [9,12]

A Figura 8 ilustra uma patente norte americana de um processo similar livre de torção superficial registrada por Okamoto et al [13] onde é possível visualizar as direções das rotações e os ângulos considerados no processo. Através dessa figura pode-se entender que ângulos de contato e superfície de contato são parâmetros de processo cruciais para garantir a homogeneidade do tubo.

Figura 8: Ilustração de laminação por Processo Mannesmann Livre de Torção Superficial em Patente registrada por Okamoto et al [13]



Fonte: Okamoto et al [13].

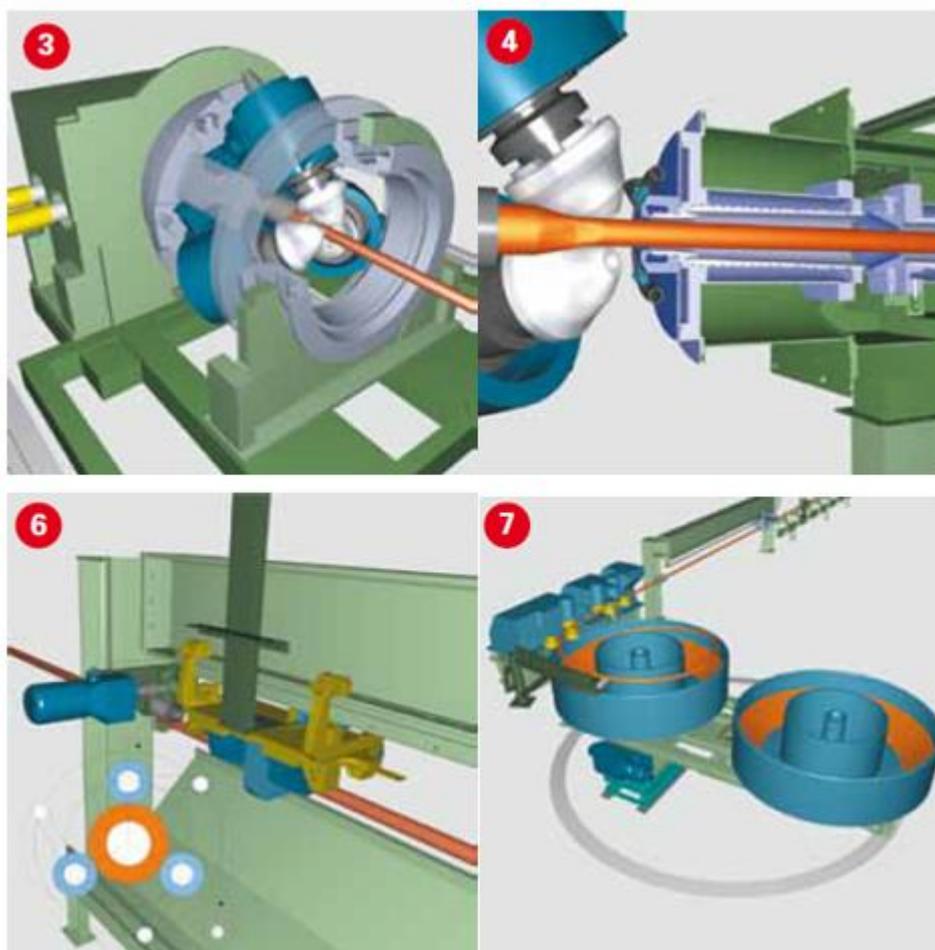
### 3.1.1 Laminação Planetária

Segundo o resumo de Matveev [114], o primeiro laminador planetário do tipo PSW (*Planet Schräge Walzwerk*) composto de cilindros cônicos (normalmente 3 ou 4) foi utilizado na Alemanha, em 1975, para uma linha de produção de aço. O uso desse tipo de laminador eliminava passes e a necessidade de aquecer os materiais.

Somente em 1987 que esse tipo de laminador começou a ser utilizado para produzir tubos de cobre.

O laminador planetário estudado consiste em três cilindros cônicos de trabalho que recebem um tubo fundido de forma contínua e horizontal, um mandril que pode ser fixo ou não, unidades de resfriamento e corte e enrolamento subsequentes. A Figura 9 ilustra o laminador PSM do Grupo SMS [15], onde o número 3 corresponde ao laminador planetário, o número 4 à unidade de têmpera, o número 6 a unidade de corte e o número 7 a unidade de enrolamento.

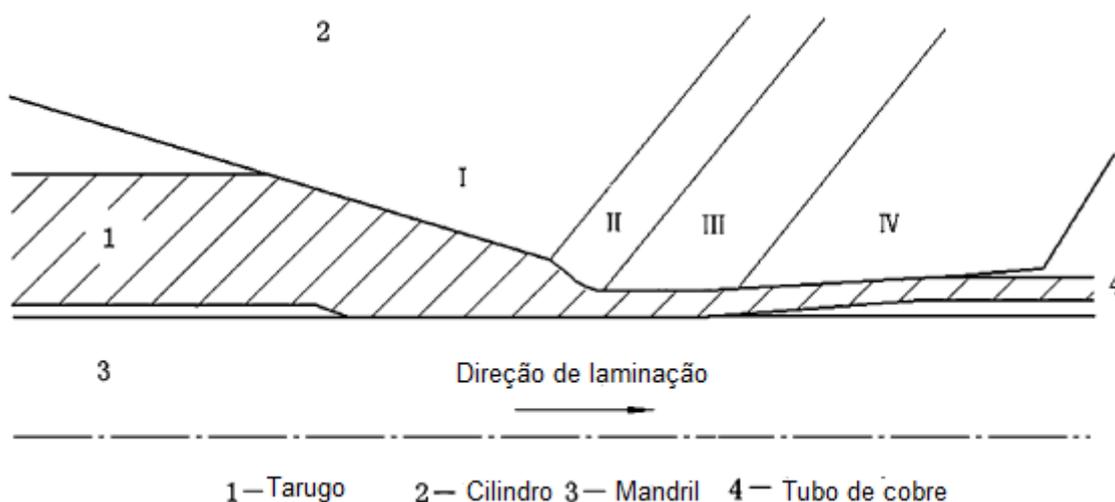
Figura 9: Representação Esquemática de um exemplo de planta com um laminador planetário PSW do Grupo SMS, onde: 3-laminador planetário onde é possível identificar os cilindros de trabalho em branco e os cabeçotes em azul e o anel em cinza e, 4- unidade de têmpera, 6- unidade de corte e 7-unidade de enrolamento



Fonte: Catálogo SMS Group para plantas de *Planetary Rolling Mill* [15].

Em 2008, Li *et al* [5] desenvolveram um estudo sobre a microestrutura e propriedades do tubo de cobre durante a laminação planetária. Os autores determinaram a presença de 4 zonas de deformação do tubo, ilustradas na Figura 10, quando compararam as peças obtidas em experimentos com zonas deformadas e não deformadas para avaliar a microestrutura. A zona I é a zona de redução, a zona II a zona de deformação concentrada, zona III a zona lisa e zona IV de calibração. Constataram que quando o tubo de cobre passa pela fundição contínua horizontal, forma grãos colunares e grãos equiaxiais desenvolvidos pelas características do processo. Após o processo de laminação planetário, os grãos colunares sofrem uma deflexão angular até se transformarem em grãos equiaxiais, o que pode indicar que passaram por um processo de recristalização. Concluíram também que o tamanho de grão pode ser controlado pela taxa de resfriamento após o tubo sair da zona de deformação concentrada. [5]

Figura 10: Zonas de deformação do tubo durante o processo de laminação. 1- Tubo, 2- Laminador, 3- Mandril e 4- Tubo de Cobre



Fonte: Li et al [5] – adaptado.

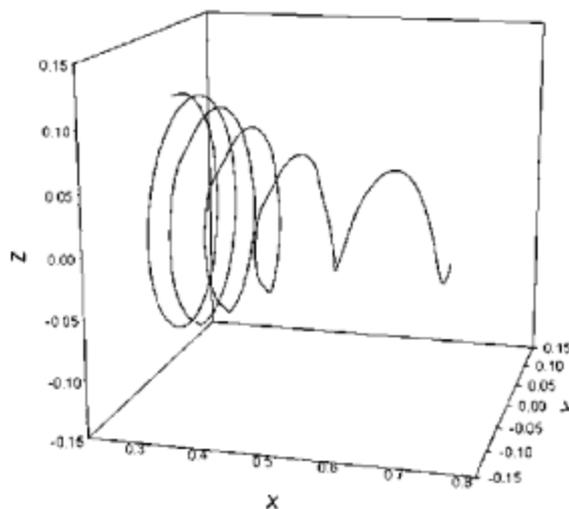
Em 1998, Montecinos e Arauco [16] estudaram o processo de laminação planetária com tubos de cobre (*Piercing Rolling*). Durante a revisão, verificaram que no processo de fundição contínua horizontal os tubos de parede espessa possuem uma microestrutura grosseira, o que reitera a necessidade de laminação a quente para causar recristalização e então refino. Realizaram também uma análise por método de elementos finitos utilizando um regime rígido-viscoplástico de deformação não

homogênea e confirmaram que a zona II possui o maior escoamento, sendo a zona onde acontece maior deformação e onde provavelmente se inicia a recristalização. Também comprovaram as diferentes taxas de deformação ao longo da espessura, na zona II, sendo maior na superfície de contato e no sentido da maior para menor espessura.

Em 2001, Shih et al [6] estudaram a laminação planetária segundo a análise de elementos finitos e constataram que inicialmente o processo inclui a revolução dos cilindros cônicos de trabalho, a rotação deles e a rotação do anel externo (cabeçote). Para compreender melhor a dinâmica do processo, cabeçote onde os cilindros de trabalho estão gira no sentido contrário ao tubo (que gira em torno de seu eixo longitudinal) para melhor controle e garantir que este não seja distorcido, além de eliminar a rotação do tubo induzida pelo processo, permitindo assim seu enrolamento ao sair do laminador. Também controla o avanço longitudinal (direção do passe), e o mandril tende a ir em sentido longitudinal oposto. Os ângulos dos cilindros estão dispostos de forma que a peça se mova para frente conforme é laminada, conforme o anel externo gira no sentido oposto aos cilindros. Para um modelo complexo seria necessário analisar o esforço e as forças de contato entre cada componente. Para simplificar o estudo, eles analisaram como se o anel não existisse (ao imaginar os cilindros fixos e ignorar a sua revolução). Assim o estudo levou em conta somente o contato entre a peça e os cilindros de trabalho utilizando o movimento relativo como planetário.

Após realizar algumas tentativas, descobriram que o contato inicial entre a peça e o cilindro de trabalho é crucial para a deformação. Foi utilizada uma matriz de transformação para tornar as coordenadas de modo adequado ao arranjo de ângulos existente. A superfície é deformada inicialmente ao rotacionar ao redor do eixo  $X_0$  de forma que o vetor normal de qualquer ponto passe pela origem. A Figura 11 obtida pelo estudo de um ponto deformado e acompanhado ao longo da laminação pode concluir que a deformação segue uma direção helicoidal. Foi admitido contato perfeito entre a peça e os cilindros de trabalho para utilizar a Equação de Malha. [6]

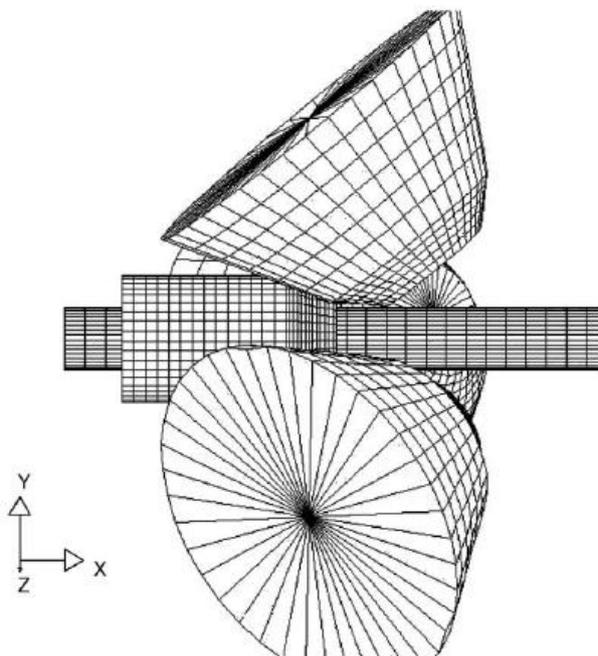
Figura 11: Estudo de um ponto superficial escolhido e o seu caminho percorrido durante a deformação aplicada durante o processo [6]



Fonte: Shih et al, 2001 [6].

Em 2003 Shih e Hung [8] já haviam realizado análise numéricas e experimentais admitindo contatos com atrito, ao invés de ideais como no anterior, mas de forma simplificada. O novo modelo de simulação também utilizou um polímero ao invés de aço inoxidável 304L. Ao admitir o atrito como variável, a equação de energia dissipada tornou o modelo simplificado mais próximo do real e pôde constatar quais variáveis influenciam na velocidade de saída do tubo, como o ângulo de entrada. O modelo ainda precisa de ajustes porque apresenta discrepâncias na magnitude, mas pode ser modificado conforme o processo no intuito de simular a laminação com fatores mais tangíveis ao processo aplicado. Na Figura 12 está ilustrado um exemplo de malha utilizado no estudo de Shih *et al* de 2002 [7] sobre o laminador planetário e serve para melhor visualizar os contatos entre peça e cilindro durante o processo.

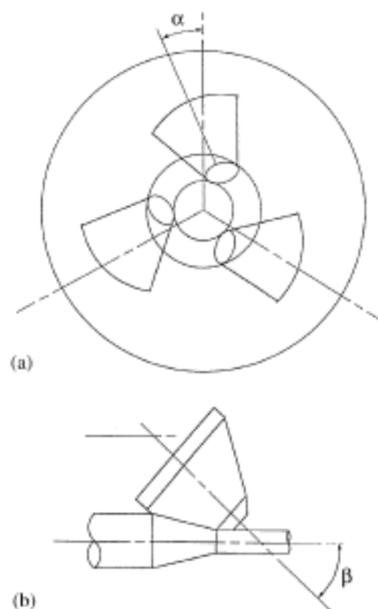
Figura 12: Exemplo de malha utilizada na simulação do processo de laminação planetária (por Shih *et al* em 2002 JMPT) [7]



Fonte: Shih *et al* , 2002 [7].

Em 2006, Hwang *et al* [17] estudaram sobre as marcas helicoidais deixadas na superfície do tubo durante o processo. Analisaram também a variação da força de laminação, configurações de malha antes, durante e depois da laminação conforme variavam as geometrias dos cilindros de trabalho e os ângulos de contato ( $\alpha$  e  $\beta$ ) como definidos na Figura 13. Concluíram que marcas de laminação mais proeminentes são obtidas em laminadores cônicos de dois estágios ou quando as configurações dos ângulos envolvidos no contato e na redução estiverem erradas. Também concluíram que superfícies mais lisas são obtidas em configurações mais convexas de cilindros.

Figura 13: Esquema de ajuste e controle de ângulos relativos do processo utilizado em estudo de Hwang et al [17]



Fonte: Hwang et al, 2006 [17].

### 3.2. Processo de Trefilação

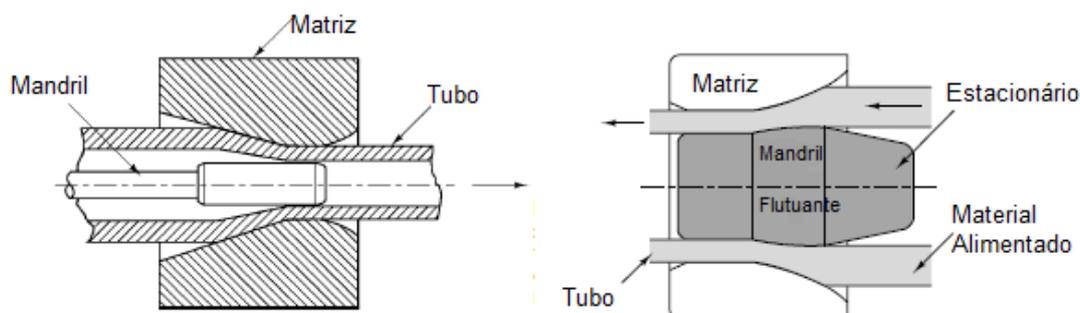
A trefilação é o processo subsequente a laminação planetária, no caso da produção de tubos de cobre sem costura. Consiste em passar o tubo através de uma matriz (fieira) de modo a reduzir a sua seção transversal. É um processo que utiliza da tração para forçar a passagem do material, o que o diferencia da extrusão que utiliza a compressão. [18]

Os tubos trefilados aumentam de comprimento e sofrem deformação (encruamento a frio). Cada passe pode reduzir de 20-50%, o que implica na utilização de maior número de passes para reduções maiores de seção, também implicando em tratamentos térmicos (recozimento) após a redução ou entre passes para facilitar o processo.[18]

Para a trefilação de tubos é necessário a utilização de mandril interno para controlar o diâmetro interno desejado do tubo. Esses mandris costumam ser fixos, para tubos também pode ser utilizado um mandril flutuante que deve ser bem projetado para garantir as especificações, caso contrário poderá vibrar e causar deformações indesejadas e irregularidade no interior do tubo, chegando até a fraturar o tubo. A Figura 14 representa os dois modos de utilização dos mandris. [18] Uma vez

que o tubo laminado pode ter comprimento de até 200 metros, o mandril fixo é inviável, e a trefilação desses tubos utiliza sempre o mandril flutuante.

Figura 14: Esquema comparativo de trefilação de tubos utilizando um mandril fixo (à esquerda) e um mandril flutuante ou plugue (à direita)



Fonte: DeGarmo's materials and processes in manufacturing, 2008 [18] – adaptado.

### 3.3. Recristalização

A partir do estado deformado o material pode sofrer transformações microestruturais como a recuperação e a recristalização. A recuperação está associada à restauração parcial das propriedades antes da deformação (embora não esteja associada somente com o processo de deformação), sendo relacionada com as discordâncias presentes no material (densidade de discordâncias e as interações entre si) e enquanto a recristalização está ligada com a formação de novos grãos. [19]

Segundo Humphreys e Hatherly [19], os novos grãos formados são livres de deformação com crescimento subsequente, de forma a consumir a microestrutura deformada ou recuperada. É uma transformação que pode ser dividida em dois estágios: nucleação e crescimento.

A nucleação que acontece durante a recristalização não segue a teoria clássica da nucleação, tanto por ter um potencial termodinâmico relativamente baixo (da ordem de grandeza de difusão entre contornos de grão), mas também por ter uma energia de superfície entre as regiões recristalizada e não recristalizada muito alta que gera núcleos muito grandes que não podem ser entendidos como resultados de flutuações [20]. O processo pode ser entendido como um cristal que se forma em uma

microestrutura por ter menor energia, e então cresce até que tenha diferenças de graus que o classifique como contorno de alto ângulo. [19]

Existem diversos modelos estudados e propostos para explicar a nucleação, alguns foram reunidos por Padilha e Siciliano [20] e podem ser citados: migração de contornos de grão induzida por deformação; nucleação por migração de contornos de baixo ângulo (sub-contornos); nucleação por coalescimento de subgrãos; o papel das heterogeneidades de deformação na nucleação. Tendo em vista esses modelos citados, existe a premissa (também ressaltada pelos autores) de que diferentes mecanismos e locais de nucleação ocorrem simultaneamente no material.

O início da recristalização pode concorrer com a nucleação, alguns fatores que podem influenciar são a energia de defeito de empilhamento, o grau de deformação, a temperatura de recozimento, a velocidade de aquecimento, a temperatura de deformação e a tensão aplicada. [20]

O crescimento da zona recristalizada pode ocorrer de duas formas: i) contínua, com o crescimento contínuo do tamanho médio de grão; e ii) descontínua, com o crescimento acentuado de apenas alguns grãos, o que é denominado recristalização secundária. A recristalização secundária acontece com a cinética sigmoideal de JMAK (Johnson, Mehl, Avrami e Kolmogorov) diferente do crescimento normal do contorno de grão, e de modo diferente também. [20]

Para simplificar e resumir, as leis da recristalização foram assim definidas (adaptado por [20,21]):

- I. Existe uma deformação mínima necessária para o início da recristalização
- II. A temperatura na qual ocorre o início da recristalização é maior quanto menor o grau de deformação
- III. A temperatura na qual a recristalização acontece diminui enquanto o tempo para recozimento aumenta
- IV. O tamanho final de grão depende da temperatura de recozimento e do grau de deformação. Quanto maior o grau de deformação e/ou menor a temperatura de recozimento, menor será o tamanho de grão final

- V. Quanto menor o tamanho de grão original, menor é o grau de deformação necessário para que a recristalização se complete no mesmo tempo e temperatura de recozimento
- VI. Para se obter um mesmo encruamento, o grau de redução que é necessário aumenta com o aumento da temperatura de deformação. Parada um dado grau de redução, quanto maior a temperatura de deformação, maior é a temperatura de recristalização e maior é o tamanho de grão final
- VII. O aquecimento continuado após o término da recristalização causa crescimento de grão

Em resumo, os fatores que influenciam na taxa de recristalização são: a quantidade de deformação (também como o tipo de deformação, em menor escala), o modo de deformação, tamanho inicial de grão, presença de solutos e soluções sólidas, temperatura de deformação e taxa de deformação e as condições do recozimento. [19]

### 3.3.1 Recristalização Dinâmica

Durante a conformação de metais, a recuperação e a recristalização podem ocorrer simultaneamente com a deformação. A recuperação que ocorre simultaneamente com a deformação é denominada recuperação dinâmica e está envolvida com a recuperação parcial ou total da microestrutura por aniquilação e rearranjo de discordâncias. Da mesma forma, a recristalização dinâmica ocorre durante a deformação, podendo ser contínua ou descontínua. [20]

Segundo o artigo de revisão de Huang e Logé [22] realizado em 2016, a recuperação da microestrutura do material de elevada EDE acontece de forma efetiva, ou seja, as discordâncias se agrupam formando células de discordâncias, que podem evoluir para contornos de grão de baixo ângulo e progressivamente se tornar contornos de grãos de alto ângulo. Esse último é denominado como recristalização dinâmica contínua. A recristalização descontínua acontece com nucleação nos contornos de grão existentes e formando novos grãos livres de deformação.

Ao considerar que o processo de conformação também pode ser a quente, a elevação da temperatura contribui fortemente para os processos termicamente ativados. A recuperação pode ocorrer a partir de  $0,2 T_f$  (onde  $T_f$  é a temperatura de fusão do metal, no caso do Cobre,  $T_f = 1358\text{K}$ ) e a recristalização entre  $0,3-0,6 T_f$ . A taxa de aquecimento também é um fator relevante porque determina quanto tempo o material ficará em cada faixa e qual processo isso beneficiará. Por exemplo, para elevadas taxas de aquecimento o material ficará pouco tempo em menores temperaturas e então pouco tempo na faixa de recuperação, o que pode contribuir para que o material recristalize. [20]

No caso da deformação a quente, a recuperação dinâmica está relacionada com a formação e eliminação de defeitos a ponto de estabilizar a tensão e formar um platô estacionário. No caso de materiais com elevadas taxas de deformação ou baixa Energia de Defeito de Empilhamento (EDE) o potencial para recristalização dinâmica se torna muito maior. Como o cobre é um material de média EDE ( $\sim 70 \text{ mJ/m}^2$ ), possui a tendência a sofrer a recristalização dinâmica descontínua, ou seja, a nucleação acontecerá nos contornos de grão e esses grãos crescerão formando colares sucessivos (“*necklacing*”), sendo que o tamanho de grão inicial é um fator decisivo para acontecer a recristalização dinâmica. [19,20]

Durante a recristalização dinâmica, a energia para a nucleação de novos grãos é compensada pela eliminação de defeitos, sendo que os grãos são nucleados e crescem enquanto consomem a matriz deformada e cheia de discordâncias, sendo esse o principal potencial termodinâmico. Os materiais de elevada EDE, como o alumínio, tendem a se recuperar efetivamente antes de recristalizar porque possuem uma cinética de recristalização mais rápida. [19,22]

Os fatores que mais influenciam a recristalização dinâmica são as condições termomecânicas aplicadas pelo processo de deformação e a presença de partículas de segunda fase. Nos processos é comum manter a temperatura e a taxa de deformação em valores constantes. Para avaliar esses dois parâmetros de forma mais eficiente foi desenvolvido um fator denominado Zener- Hollomon segundo a Equação 1:

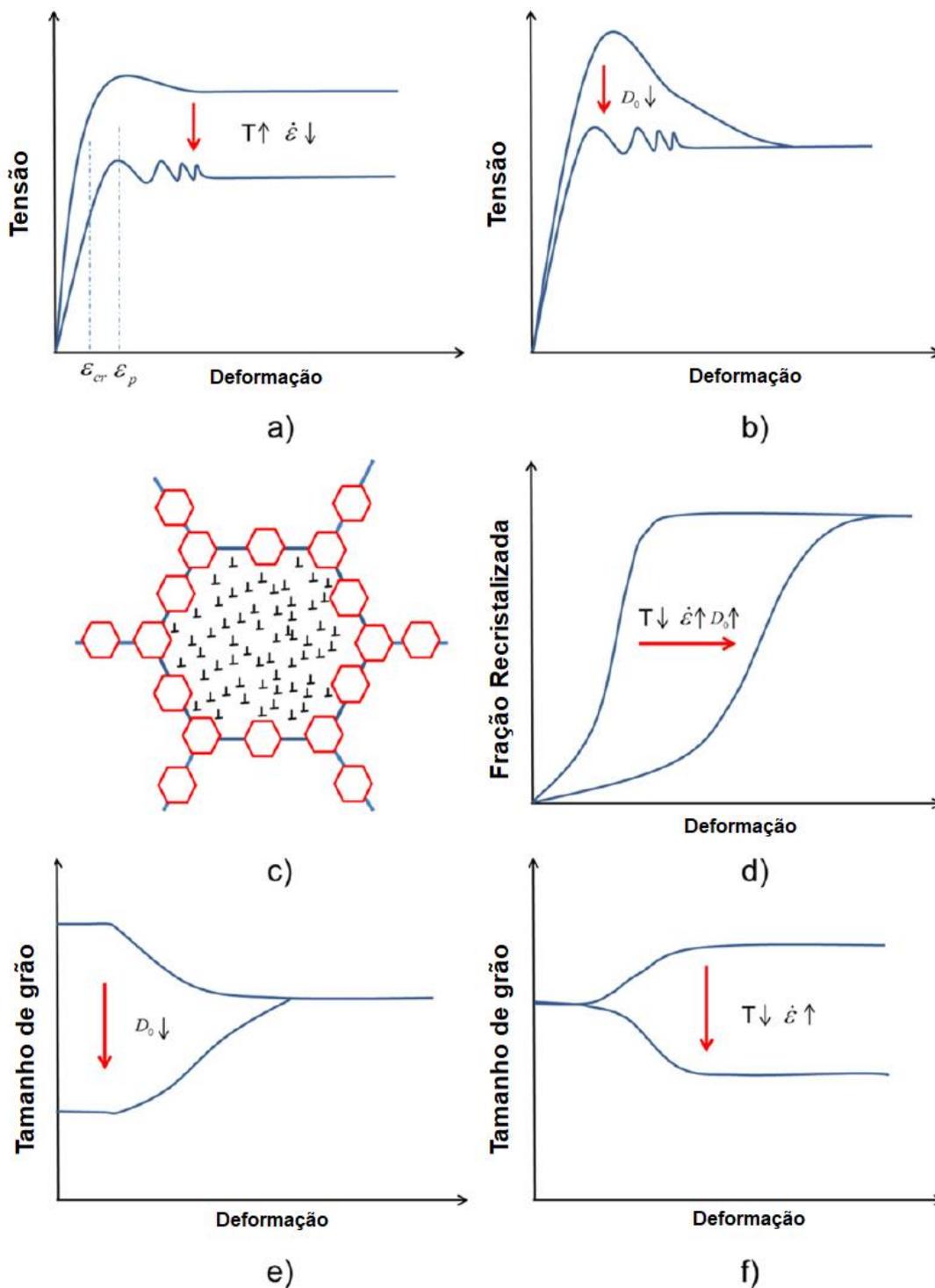
$$Z = \dot{\epsilon} e^{\frac{Q}{RT}} \quad (1)$$

Onde  $\dot{\epsilon}$  é a taxa de deformação,  $Q$  é a energia de ativação (normalmente acima do valor da energia de difusão do material),  $R$  é a constante universal dos gases e  $T$  é a temperatura. Normalmente, para a recristalização descontínua, os valores de  $Z$  são baixos (o que indica elevada  $T$  e baixa  $\dot{\epsilon}$ ) para regimes de múltiplos picos de tensões de escoamento e altos para regimes de um único pico de tensões de escoamento. Um estado estacionário dependente de  $Z$  pode ser alcançado em ambos os regimes. [22]

Existem outros parâmetros que o fator de Zener-Hollomon pode influenciar, e estes estudam de forma mais aprofundada a relação entre as condições termomecânicas e os materiais de partida com a recristalização. O caso estudado neste trabalho se trata de tubos de cobre da liga 12200, que para efeitos de consideração será tratada como cobre praticamente puro, então as propriedades estudadas e o comportamento serão associados ao cobre puro, o que implica que partículas de segunda fase não serão consideradas e os outros parâmetros associados ao fator de Zener – Hollomon serão desconsiderados aqui.

Para melhor estudar a recristalização dinâmica, normalmente se deve analisar a curva de tensão de escoamento, o início da recristalização, o tamanho de grão recristalizado, a fração de recristalização ou a evolução da distribuição da desorientação dos contornos de baixo ângulo e alto ângulo. A microanálise EBSD também colabora para o estudo da recristalização. A Figura 15 ilustra o comportamento das curvas de tensão de escoamento para materiais de média a baixa EDE que tendem a sofrer recristalização dinâmica descontínua. [22]

Figura 15: Ilustração esquemática das alterações sofridas durante a recristalização e ao mudar os parâmetros de conformação (temperatura e taxa de deformação e tamanho inicial de grão  $D_0$ ): a) e b) a resposta de tensão-deformação mostrando a transição do regime de um pico e do regime de múltiplos picos; c) a estrutura *necklace* durante recristalização dinâmica descontínua; d) o efeito das condições de deformação e do tamanho inicial de grão na cinética de recristalização; e) evolução do tamanho médio de grão recristalizado dependendo do tamanho inicial de grão; f) evolução do tamanho médio de grão recristalizado dependendo das condições de deformação. Repare que um tamanho de grão para o estado estacionário é alcançado em e) e em f) [22]



Fonte: Huang e Logé [22] – adaptado.

O artigo de Huang e Logé [22] também cita resumidamente as transformações mais recorrentes nos materiais que sofrem a recristalização dinâmica e que foram citadas na Figura 15 e estão aqui enumeradas:

1. Uma deformação crítica, de alguma forma menor do que o pico de deformação deve ser atingida antes da recristalização. Ambas deformações decrescem constantemente com o parâmetro  $Z$ .
2. Dependendo da temperatura de deformação a taxa de deformação e o tamanho inicial de grão do material aplicados, regimes de um único pico ou de múltiplos picos podem ser observados. A tensão do estado estacionário está correlacionada com o parâmetro  $Z$  e depende do tamanho inicial de grão.
3. A nucleação da recristalização é normalmente iniciada nos contornos de grão pré-existentes, formando uma estrutura de colar (*necklace*) de grãos equiaxiais formados quando há uma grande diferença entre o tamanho inicial de grão e do tamanho de grão recristalizado.
4. A cinética de recristalização acelera com o a queda no tamanho inicial de grão e a taxa de deformação, assim como também com o aumento da temperatura.
5. Durante a recristalização o tamanho de grão evolui para um valor de saturação que não varia conforme a recristalização acontece. O crescimento de grão e o refino podem acontecer dependendo das condições de deformação e do tamanho inicial de grão. Uma relação entre o parâmetro  $Z$  e o tamanho de grão estacionário é observada normalmente, mesmo que o desvio para elevados valores de  $Z$  seja observado.

### 3.4. Textura Cristalográfica

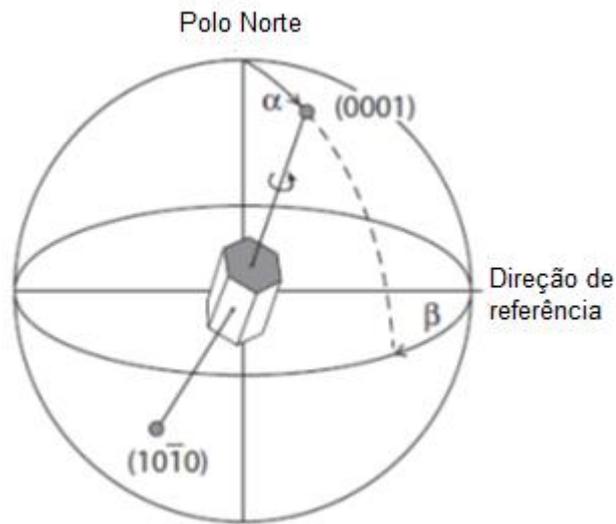
A orientação cristalográfica nada mais é do que a disposição de átomos de acordo com um referencial. Essa orientação está presente em uma gama de materiais, incluindo metais. Segundo Engler e Randle [23], existem padrões de orientações para dados materiais e também a propensão de orientações relacionadas a processos termomecânicos. Essa tendência de orientação é denominada textura.

A importância do estudo da textura está no fato de que algumas propriedades dos materiais variam com a orientação, entre elas: Módulo de Young, coeficiente de Poisson, ductilidade, resistência, permeabilidade magnética, tenacidade, condutividade elétrica e dilatação térmica (para materiais não cúbicos). Desse modo a textura se tornou um parâmetro de processo para identificar se o produto ou se o processo resulta nas características desejadas para determinada aplicação. [25]

Dentre os métodos utilizados para medir a textura estão a difração de raios-x com goniômetro de textura para macrotextura e a análise de Difração de Elétrons Retroespalhados (*Electron Backscatter Diffraction* - EBSD) para microtextura. A difração de raios x proporciona uma textura média por obter maior penetração do feixe e pode ser utilizada para avaliar tendências em um dado material. A microtextura, por sua vez, está relacionada com a forma que a textura se distribui espacialmente, sendo essa a orientação topográfica dos grãos. Os dados coletados nas duas análises resultam em dois tipos de análise denominados: figura de polo e a Função de Distribuição de Orientação (FDO, ou *Orientation Distribution Function* -ODF). [23]

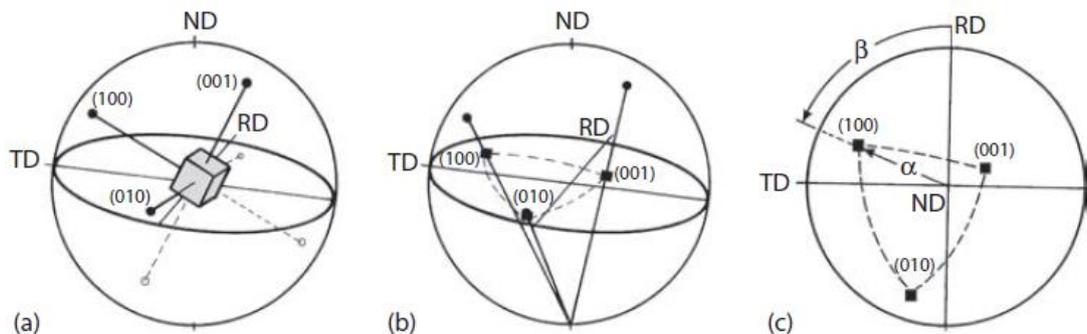
A direção de qualquer vetor 3D em um cristal pode ser descrita como um ponto da esfera de referência de raio 1 que circunscribe o cristal. O ponto de intersecção da normal com o plano procurado e a esfera é denominado polo. As posições dos polos estão diretamente relacionadas com a orientação cristalográfica do cristal. As figuras de polo são as projeções 2D da esfera que descrevem as posições dos polos através de dois ângulos:  $\alpha$  e  $\beta$ . O ângulo  $\alpha$  descreve o azimute do polo, ou seja, quando  $\alpha=0^\circ$  isso equivale ao polo norte da esfera unitária e o ângulo  $\beta$  descreve a rotação do polo em torno do eixo polar a partir de uma referência, como pode ser visto no exemplo ilustrado na Figura 16. Para descrever corretamente a referência deve coincidir com os planos de deformação da peça analisada, como descrito na Figura 17.

Figura 16: Orientação do plano basal (0001) em um cristal hexagonal. A posição do polo na esfera unitária em relação a um referencial é descrita por dois ângulos  $\alpha$  e  $\beta$ . No entanto, o polo para (1010) necessitaria de mais informações para não obter uma definição equívoca. [23]



Fonte: Introdução à Análise de Textura-Engler e Randle,2014 – adaptado.

Figura 17: Representação dos polos da família {100} de um cristal cúbico em projeção estereográfica. (a) O cristal na esfera unitária; (b) projeção dos polos de {100} no plano equatorial; (c) figura de polo de {100} e definição dos ângulos  $\alpha$  e  $\beta$  da figura de polo [23]



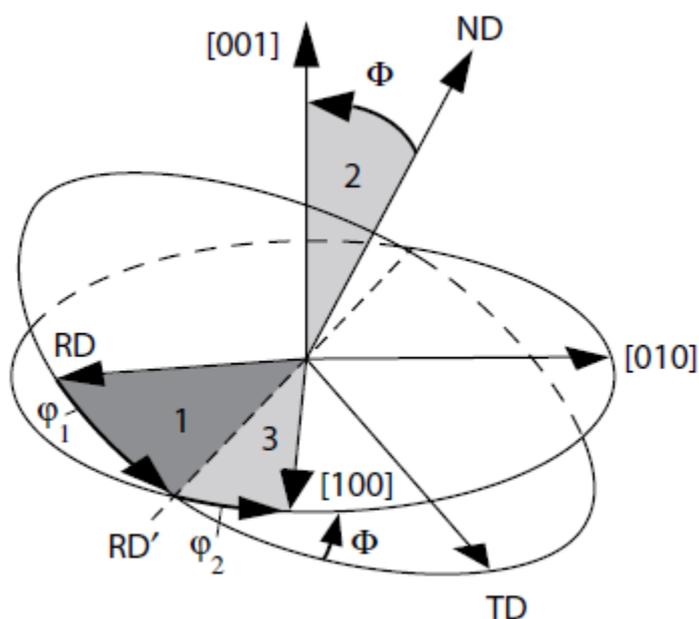
Fonte: Introdução à Análise de Textura-Engler e Randle,2014 – adaptado.

### 3.4.1 Ângulos e Espaço de Euler

Ângulos de Euler são os três ângulos necessários para descrever a orientação em um sistema de coordenadas que compõem o espaço de Euler. Esses ângulos, se aplicados na sequência correta, podem transformar o sistema de coordenadas no sistema de coordenadas do cristal. A forma mais conhecida de realizar essa mudança

de base é aplicar as rotações conforme Bunge sugeriu, utilizando matrizes de coordenadas em que as direções ND (*normal Direction*- direção normal), TD (*transversal direction*- direção transversal) e RD (*rolling Direction*- direção de laminação) são transformados em TD' e RD', formando os ângulos  $\Phi, \varphi_1$  e  $\varphi_2$  como exemplificado na Figura 18. [23]

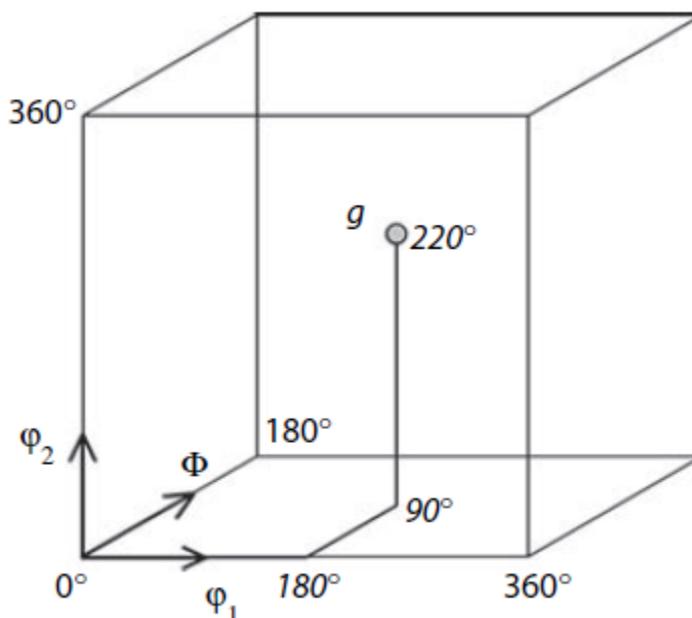
Figura 18: Diagrama esquemático da rotação do sistema na ordem 1, 2 e 3 para o novo sistema de coordenadas [23]



Fonte: Introdução à Análise de Textura-Engler e Randle, 2014 – adaptado.

A simetria da amostra pode afetar o espaço de Euler formado, sendo o espaço exemplificado na Figura 19 com os ângulos num intervalo que varia com estrutura cristalina como pode ser visto na Tabela 3.

Figura 19: Exemplo do espaço de Euler [23]



Fonte: Introdução à Análise de Textura-Engler e Randle,2014 – adaptado.

Tabela 3: Tamanho dos espaços de Euler para evitar representações equívocas dos sistemas [23]

Sistema	Classe Laue	Nº de sistemas de simetria	Simetria de Cristal	do	Simetria da amostra		
					Ortonormal	Monoclínico	Sem simetria (triclínico)
			$\Phi$	$\varphi_2$	$\varphi_1$	$\varphi_1$	$\varphi_1$
Cristalino							
Triclínico	$\bar{1}$	1	180°	360°			
Monoclínico	2/m	2	180°	180°			
Ortorrômbico	Mmm	4	90°	180°			
Trigonal	$\bar{3}$	3	180°	120°			
	$\bar{3}m$	6	90°	120°	90°	180°	360°
Tetragonal	4/m	4	180°	90°			
	4/mmm	8	90°	90°			
Hexagonal	6/m	6	180°	60°			
	6/mmm	12	90°	60°			
Cúbico	$m\bar{3}$	12	90°	180°			
	Mm	24	90°	90°			

Fonte: Introdução à Análise de Textura-Engler e Randle,2014 – adaptado.

Leo Kestens, da Universidade de Ghent (Bélgica), declara que ao não saber exatamente como seriam os sistemas de deformação para aplicar as transformações corretas o melhor a fazer é não forçar simetria e apresentar o espaço de Euler total de acordo com a microestrutura, confirmando o que Bunge [24] sugere para tubos (monoclínico, classe Laue 2/m e  $180^\circ$ ). (informação pessoal)<sup>1</sup>

As funções FDO identificam a probabilidade de encontrar a orientação dada na amostra dentro do espaço de Euler em comparação a uma amostra totalmente aleatória. Ao analisá-las, pode-se sugerir a presença de uma textura marcante presente na amostra. Para que o estudo seja representativo é necessário que o espaço analisado em EBSD tenha um número mínimo de grãos de acordo com a microestrutura e o espaço de Euler, o que normalmente varia entre 1000 e 3000 grãos. [25,26]

### 3.4.2 Linhas de Kikuchi

Ao incidir um feixe de elétrons sobre uma amostra a tendência é que os elétrons sejam espalhados em todas as direções, o que significa que alguns estarão no ângulo de Bragg em cada configuração de planos da matriz e esses elétrons podem se espalhar elasticamente de forma a formar um feixe forte. O local da radiação difratada pertence a superfície de um cone (cone de Kossel) que se estende aos planos atômicos normais refletores com metade do ângulo apex de  $90^\circ$  (Bragg). A fonte dos elétrons espalhados pode estar entre os planos da matriz e conseqüentemente dois cones de radiação resultam de cada família de planos. [23]

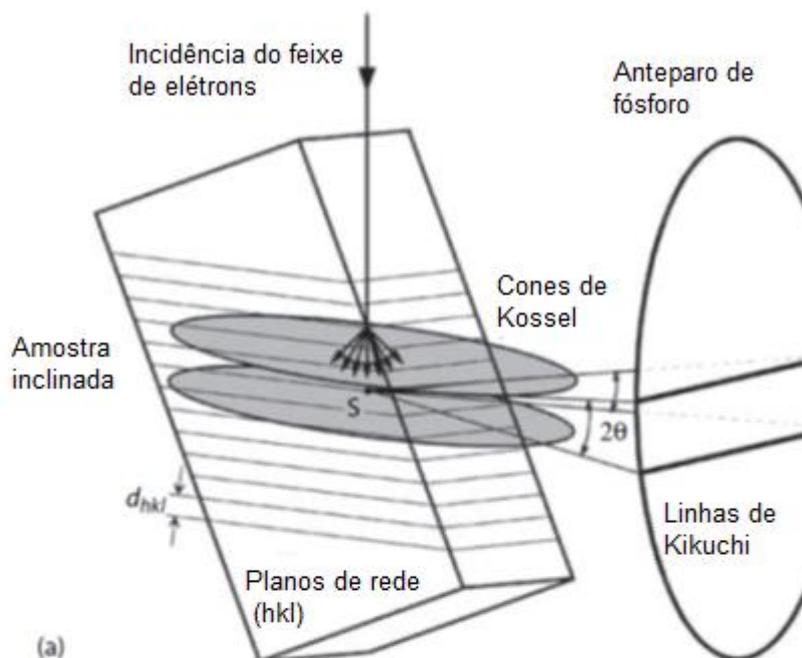
A Lei de Bragg pode ser aplicada em determinadas condições, e ao fazê-lo, constata-se que os cones são praticamente planos e estes formam um padrão cujas intersecções formam polos. Esse padrão é composto de linhas paralelas denominadas Linhas de Kikuchi. É uma forma simplificada de explicar como se formam as linhas, pois o objetivo é dizer que essas linhas servem de base para comparação com a amostra, verificando se possui um padrão para a análise EBSD ao checar se os pontos indexados possuem correspondência. Quanto mais correspondente, melhor o padrão

---

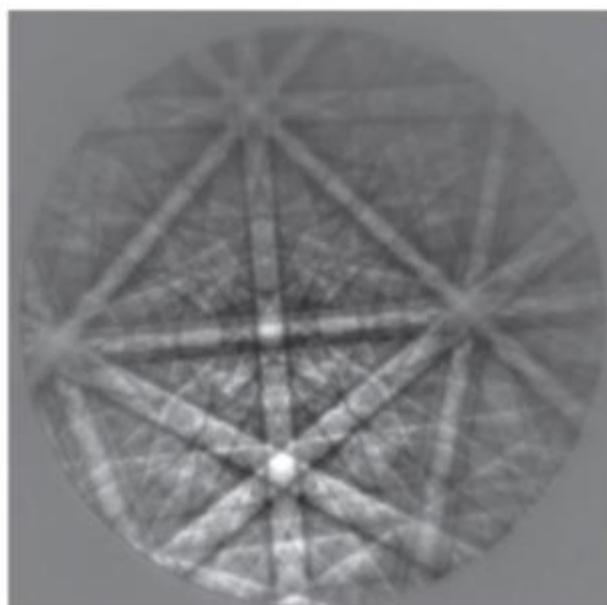
<sup>1</sup> Kestens,L. **Uso da Simetria em Análises ODF**. Mensagem recebida por leo.kestens@ugent.be em 30 de set. 2018.

e mais completa a análise de textura. Do contrário, existe a possibilidade de que a amostra possua alguma deformação que impeça a análise, sendo provavelmente proveniente do preparo da amostra. A Figura 20 ilustra de uma forma melhor a formação das linhas. [23]

Figura 20: Formação das linhas de Kikuchi para análise EBSD (a) e (b) linhas de Kikuchi do padrão do Cobre [23]



(a)



(b)

Fonte: Introdução à Análise de Textura-Engler e Randle,2014 – adaptado.

### 3.4.3 Textura de Deformação e de Recristalização

Alguns processos de conformação produzem uma textura padrão que é identificada experimentalmente. Após a deformação plástica, os grãos com textura preferencial terão a tendência de dominar a microestrutura. Durante o recozimento ou durante a deformação a quente, pode ocorrer a recristalização do metal (principalmente para materiais CFC com baixa EDE). Existe a teoria de que durante o recozimento, os grãos com textura preferencial servem de núcleo para os outros e assim criando um padrão de textura para determinado material em determinada faixa de temperatura. [23,24]

Para materiais CFC (no caso do Cobre), a textura de recristalização é dependente da textura de deformação, que é dependente da EDE. Para materiais com EDE menor do que  $35 \text{ mJ/m}^2$ , a textura típica de recristalização encontrada é tipo LATÃO, com a componente mais intensa de  $(110)\langle 112 \rangle$  e menos intensa de  $(110)\langle 001 \rangle$ . Para valores maiores do que  $35 \text{ mJ/m}^2$ , como o cobre (EDE  $\sim 70 \text{ mJ/m}^2$ ), a textura tende a ser mais complicada, o que exige um espaço de Euler maior e mais detalhado. Normalmente existe textura tipo COBRE, de difícil descrição, mas que pode ser iniciada pela fibra  $\alpha$  a partir da orientação GOSS  $\{001\}\langle 100 \rangle$  até a orientação LATÃO  $\{001\}\langle 211 \rangle$  e também pela fibra  $\beta$  que parte da orientação COBRE  $\{112\}\langle 111 \rangle$ , passando pela orientação S  $\{123\}\langle 634 \rangle$  e terminando na orientação LATÃO anteriormente citada. [26]

No espaço de Euler, a fibra  $\alpha$  é bem mais evidente no espaço de  $\varphi_2=0^\circ$ ,  $\Phi=45^\circ$  com  $\varphi_1$  variando de  $0^\circ$  (orientação GOSS) a  $35^\circ$  (orientação LATÃO). A fibra  $\beta$  é verificada em  $\varphi_2=45^\circ$  (orientação COBRE),  $\varphi_2=65^\circ$  (orientação S) e  $\varphi_2=90^\circ$  ou  $0^\circ$  (orientação LATÃO). Para materiais CFC existe também a textura de deformação que é caracterizada pelo tubo de orientação CFC, representado na Tabela 4.[26]

Tabela 4: Tubo de orientações CFC - [26]

Nome	Símbolo	Plano	Direção	$\phi_1$	$\Phi$	$\phi_2$
Goss	G	{011}	<100>	90	90	45
Latão	B	{011}	<211>	55	90	45
S	S	{123}	<364>	59	37	63
Cobre	C	{112}	<111>	90	35	45
Dillamore	D	{4 4 11}	{11 11 8}	90	27.5	45
Cubo		{001}	<100>	45	0	45
Cubo girado		{001}	<100>	90	0	45

Fonte: Textura e Relações de Orientação, 2003, p46 [26]

#### 3.4.4 Análises de Textura Aplicada a Processos de Conformação

Em 1971, Bunge e Tobisch [27] realizaram o estudo do desenvolvimento da textura de laminação a frio do cobre analisada por difração de nêutrons. Testaram diferentes reduções para verificar se o processo poderia modificar a textura formada e quais seriam as direções. Bunge foi pioneiro no estudo da textura em processos de conformação de cobre e a partir dos estudos dele, muitos outros puderam ser desenvolvidos.

Analisar a textura implica em estabelecer se o processo e as propriedades possuem uma relação de orientação, como assumido por Abbasi *et al* [28] e isso está diretamente ligado ao controle do processo. O estudo de Abbasi *et al* utilizou a técnica EBSD para reconstruir fases através de relações de desorientação. O artigo questionou sobre as microestruturas utilizadas, declarando que as reconstruções bem-sucedidas são fortemente dependentes de microestruturas de pós-transformação, cujo número de variáveis pode ser superior para rastrear zonas, como a zona de Bainita.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. Materiais utilizados

Os materiais de estudo utilizados foram tubos de cobre sem costura de liga 12200 com composição segundo a Tabela 5, e cobre obtido de fusão e de extrusão. As amostras foram obtidas dos extremos do tubo cujo comprimento chega a 23 m, o diâmetro interno é 50 mm e a espessura de parede em torno de 3,5 mm para tubos laminados. Os tarugos possuem diâmetro externo de 100mm interno de 50 mm (não se alteram após a laminação planetária) e espessura de parede em torno de 25mm, o que indica uma redução de 86% da espessura.

Tabela 5: Composição da liga 12200, segundo a norma ASTM B-280 [29]

Mínimo %Cu*	Mínimo %P	Máximo %P
99,90	0,015	0,040

Fonte: Norma ASTM B-280.

Material de preparo metalográfico padrão (lixas d'água de até #1200, panos de polimento e pastas de diamante de até 1  $\mu\text{m}$ , pano de polimento em sílica coloidal e solução de sílica coloidal de 0,4  $\mu\text{m}$ ), assim como os respectivos equipamentos.

### 4.2. Métodos para preparo das amostras

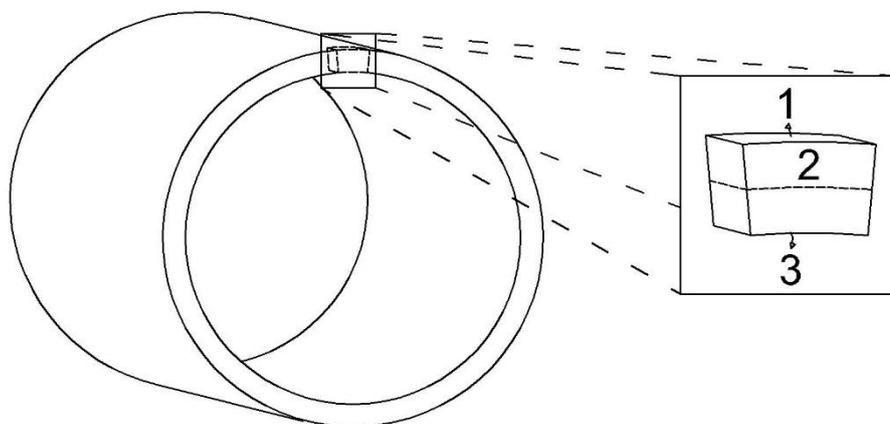
As amostras recebidas foram inicialmente classificadas em: fundidas, extrudadas, laminadas após fundição e laminadas após extrusão. A Tabela 6 indica a nomenclatura utilizada para diferenciá-las futuramente. As amostras fundidas e as amostras extrudadas foram apenas analisadas por macroscopia com lupa estereoscópica e ataque com solução de ácido 31,25 %  $\text{HNO}_3$  para identificar a microestrutura de partida. A Figura 21 ilustra como o corte foi realizado para análise das superfícies do tubo. O número 1 indica a superfície externa, o número 2 indica a superfície de meia espessura do tubo e o número 3 indica a superfície interna do tubo.

Tabela 6: Nomenclatura utilizada para identificar as amostras laminadas e suas respectivas superfícies analisadas

PROCESSO	SUPERFÍCIE ANALISADA	SIGLAS
LAMINAÇÃO PÓS EXTRUSÃO	SUPERFÍCIE EXTERNA	EE
	MEIA ESPESSURA	EM
	SUPERFÍCIE INTERNA	EI
LAMINAÇÃO PÓS FUNDIÇÃO	SUPERFÍCIE EXTERNA	FE
	MEIA ESPESSURA	FM
	SUPERFÍCIE INTERNA	FI

Fonte: Arquivo pessoal

Figura 21: Representação esquemática (fora de escala) que mostra o detalhe do corte do tubo para obtenção das amostras. O número 1 indica a superfície externa do tubo, o número 2 a superfície da meia espessura em relação à superfície externa e o número 3 indica a superfície interna do tubo.



Fonte: Arquivo pessoal.

#### 4.2.1 Preparação Metalográfica

Todas as amostras foram devidamente identificadas, embutidas a quente em resina baquelite, então o preparo metalográfico padrão de lixamento e polimento foi

realizado. O ataque realizado para as macrografias de material como recebido foi efetuado com solução 31,25% ácido nítrico preparado da diluição de 50 mL da solução de 62,5 % ácido nítrico em água destilada.

O polimento foi executado de duas formas:

- Manualmente: com auxílio de pasta de diamante para cada pano relacionado com as granulometrias 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$
- Na politriz automática STRUERS TEGRAMIN-25, com auxílio de solução de polimento da Struers nas granulometrias 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ , força 5 N e velocidade 150 rpm nas granulometrias por cerca de 15 minutos cada

Para a análise DRX de macrotextura a etapa de polimento não foi realizada e as amostras não estavam embutidas

#### 4.2.2 Preparação para Análise EBSD e Análise EBSD

O preparo complementar para análise EBSD foi realizado na politriz semiautomática MiniMet® da Buehler, cedida pelo Laboratório de Transformações de Fase para utilização. Os parâmetros utilizados foram: tempo por 90 minutos em solução de sílica coloidal da Psydragon de 0,4  $\mu\text{m}$  e com velocidade 15 rpm e força de 1N.

Os ensaios EBSD foram realizados em microscópio eletrônico de varredura FEI Inspect 50, com os parâmetros de intensidade de feixe e tensão de 20 kV. As amostras foram devidamente preparadas como foi explicado na seção anterior e então submetidas para ensaio, tentando ao máximo seguir a direção de laminação.

A amostra foi então colocada na câmara do microscópio de forma que a direção de laminação ficasse na direção vertical da tela. Quando não foi possível identificar a direção de laminação, os dados foram rotacionados em um ângulo em torno de 5° ou 85° (ângulo aproximado das marcas de laminação presentes na superfície do tubo que indicam a direção helicoidal de laminação) para que a análise fosse a mais próxima possível, lembrando que na análise foi considerado todo o espaço de Euler.

#### 4.2.3 Análise de Difração de Raios - X com goniômetro de textura

As amostras laminadas foram analisadas no laboratório de difração de raios-x do CCTM – IPEN em um difratômetro X- RIGAKU, onde o ângulo  $2\theta$  é fixado, obtendo três picos de difração para cada família de planos sendo:  $\{200\}$  -  $2\theta = 78,82^\circ$ ;  $\{111\}$  -  $2\theta = 66,9^\circ$  e  $\{220\}$  -  $2\theta = 127,5^\circ$ . O comprimento de onda é  $\lambda_{\text{CrK}\alpha_1} = 2,2897$  nm e cada pico foi obtido em 16 s.

Devido à intensa deformação sofrida pelo material durante o processo, não se julgou válido analisar a textura das amostras antes do processo de laminação. Além disso, o exagerado tamanho de grão do tubo como fundido impede um estudo adequado, devido à falta de significância estatística ao se analisarem poucas dezenas de grãos (talvez até menos de 20 grãos na área iluminada).

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1 Caracterização do Material como Recebido

As amostras foram recebidas como tubos apenas extrudados, tubos apenas fundidos, tubos laminados após serem extrudados e tubos laminados após serem fundidos. A Figura 22 representa o tubo fundido sem preparo metalográfico, como recebido, utilizando escala em centímetros.

A Figura 23 mostra a redução de espessura entre o tubo fundido e o tubo laminado o tubo fundido passou por preparo metalográfico e é possível identificar os grãos colunares decorrentes do processo.

Figura 22: Amostra do tubo fundido como recebido sem preparo metalográfico, a escala na figura é em centímetros



Fonte: Arquivo pessoal.

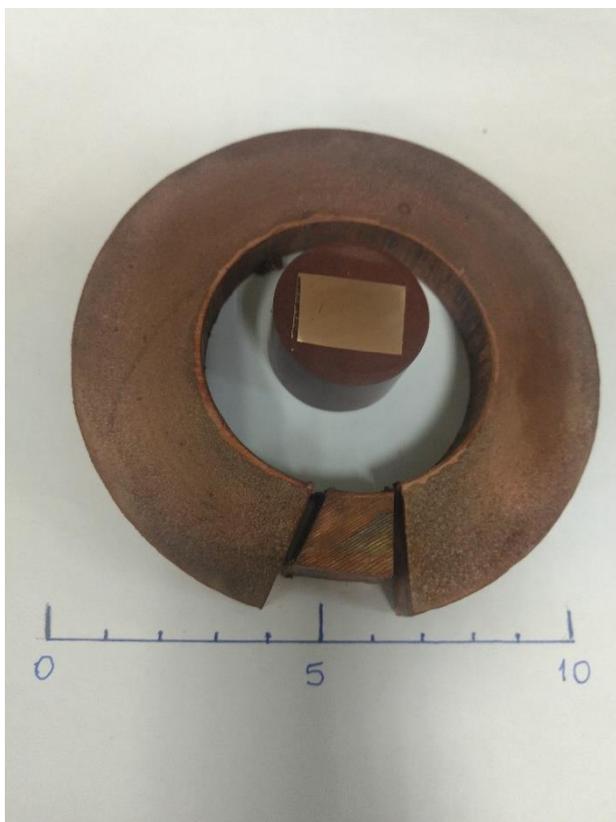
Figura 23: Tubo fundido e tubo laminado para evidenciar a redução de espessura, a escala na figura está em centímetros



Fonte: Arquivo pessoal.

A Figura 24 ilustra o tubo extrudado e uma amostra embutida da superfície externa para futura verificação da textura. As Figuras 25 e 26 ilustram a macrografia do tubo extrudado com preparo metalográfico descrito anteriormente, nos aumentos de 1x e 0,65x respectivamente.

Figura 24: Tubo extrudado com preparo metalográfico para evidenciar a microestrutura refinada, corte da estrutura e amostra embutida para possível verificação de textura da superfície externa. A escala é em centímetros



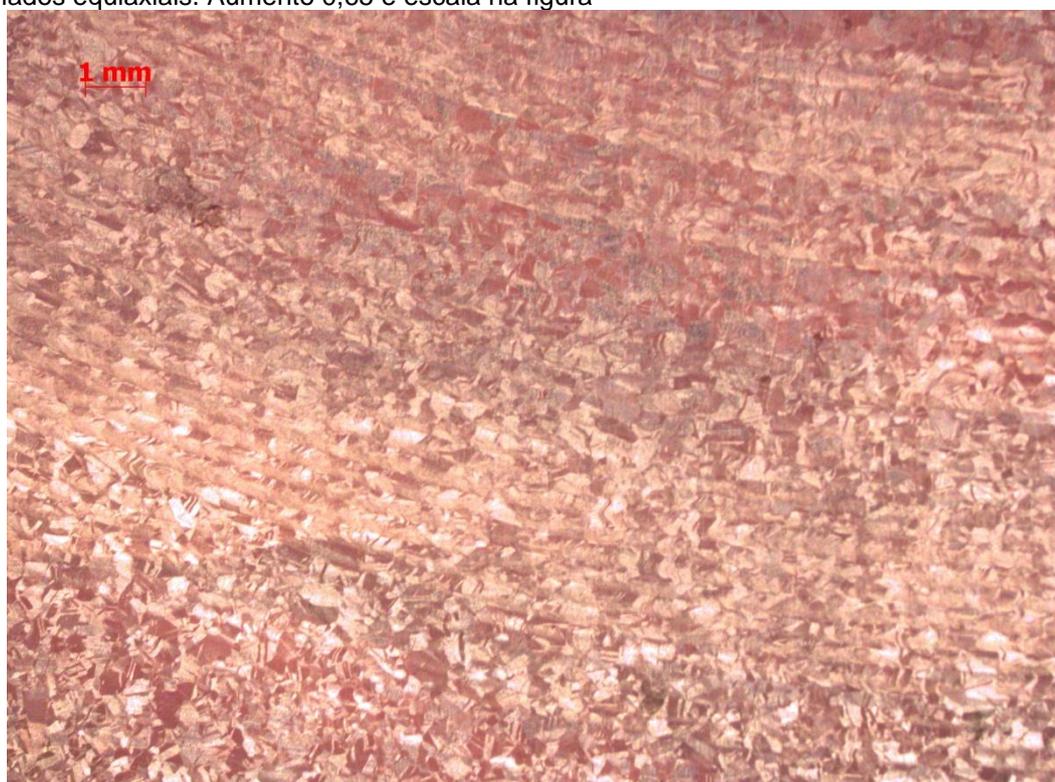
Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 25: Macrografia do tubo extrudado da superfície transversal com ataque de ácido nítrico 31,25 %, escala na figura e 1x de aumento



Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 26: Macrografia da amostra extrudada, com algumas marcas da serra, observam-se grãos refinados equiaxiais. Aumento 0,65 e escala na figura



Fonte: Arquivo pessoal.

A Figura 27 ilustra o tubo laminado com marcas helicoidais na superfície deixadas pelo processo, como foi estudado por Hwang et al [17], marcas que possuem cerca de  $5^\circ$  e indicam a direção de deformação do tubo conforme a seta na figura aponta. A Figura 28 mostra as amostras embutidas da amostra fundida e laminada.

Figura 27: Tubo laminado evidenciado as marcas helicoidais que indicam a direção de deformação conforme a seta indica, escala em centímetros



Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 28: Amostras do tubo extrudado e laminado da superfície externa e da utilizada para macrotextura. Escala em centímetros



Fonte: Arquivo pessoal.

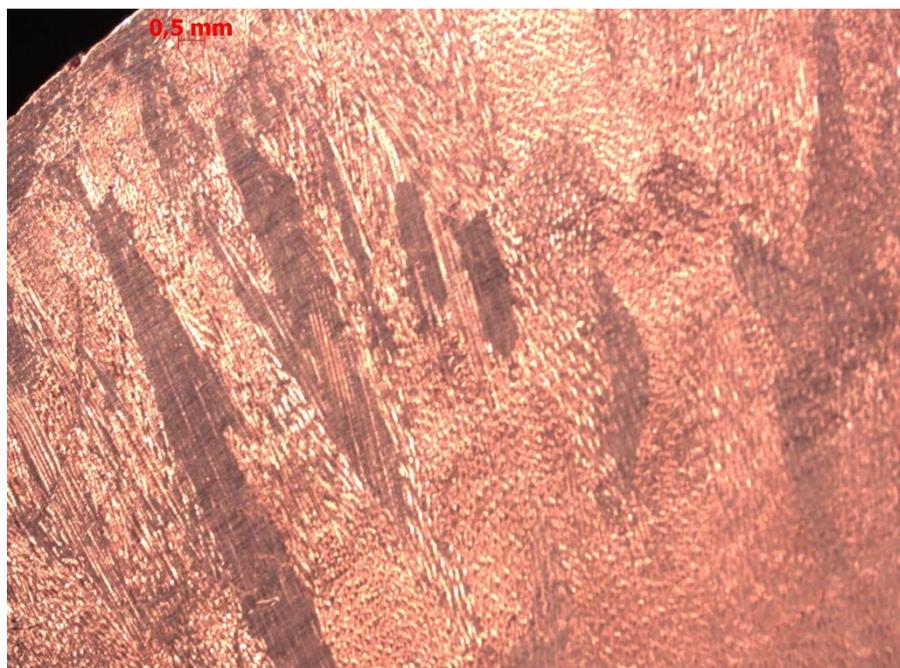
A Figura 29 ilustra as amostras fundidas e laminadas com corte realizado com serra de fita para marcar a direção de laminação. As Figuras 30 e 31 representam as macrografias do tubo fundido das amostras polidas e atacadas com solução de ácido nítrico 31,25 % com aumento de 0,65x e 1,25x respectivamente. O tubo fundido apresenta estrutura bruta de fundição com grãos colunares.

Figura 29: Amostras do tubo fundido e laminado com corte na direção da marca helicoidal, escala em centímetros



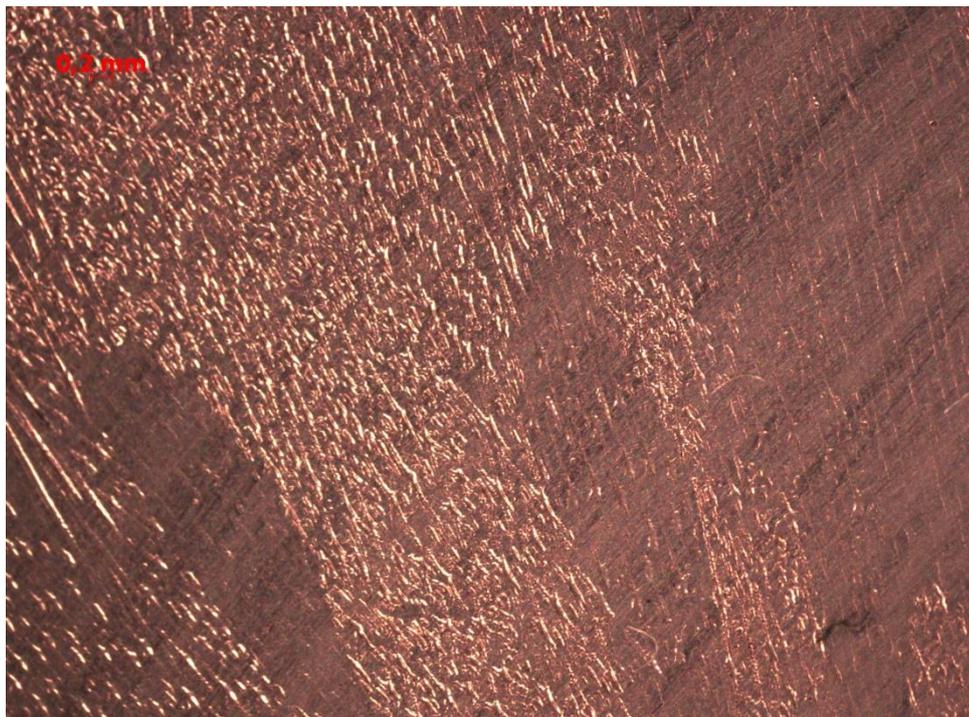
Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 30: Macrografia do tubo fundido com um aumento de 0,65x



Fonte: Arquivo pessoal.

Figura 31: Macrografia do tubo fundido com aumento de 1,25x



Fonte: Arquivo pessoal.

## 5.2 Análise de Textura Cristalográfica via Difração de Raios-X

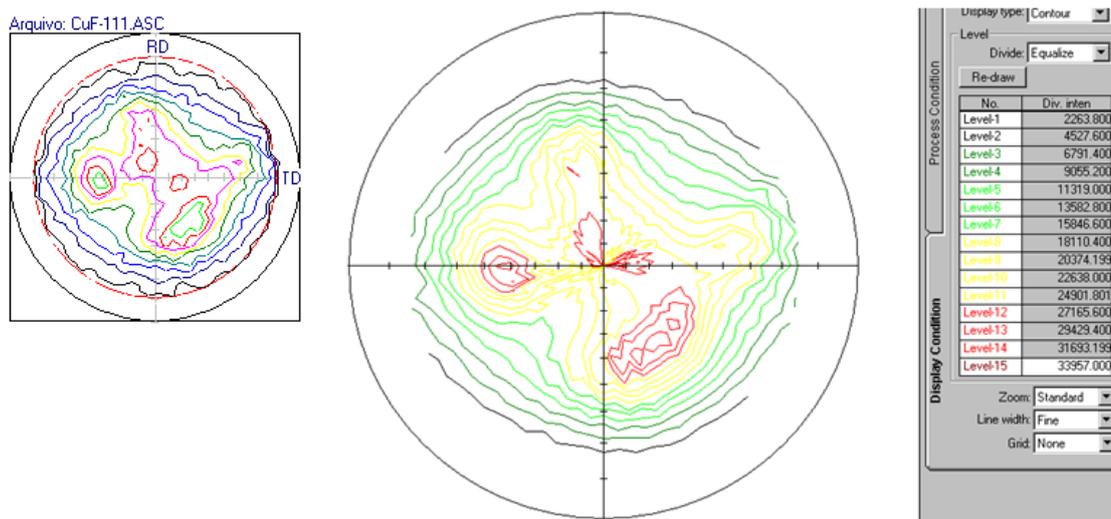
Para análise de macrotextura as amostras foram encaminhadas para o Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN) no laboratório de difração de raios-x (DRX) do Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais (CCTM) onde o técnico responsável (Renê Olivier) realizou o ensaio de difração de raios-x com goniômetro de textura sobre a superfície das amostras laminadas seguindo as famílias de planos  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  (difratômetro não difrata 100) e  $\{220\}$ .

### 5.2.3 DRX para Amostras Fundidas e Laminadas

As Figuras 32 a 34 ilustram as figuras de polo das famílias de planos  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  e  $\{220\}$  respectivamente, para a superfície externa da amostra fundida e laminada (FE) segundo a tela do programa. Observa-se uma tendência forte no plano 200 e uma tendência amena de textura 111. A Figura 35 ilustra a FDO da amostra

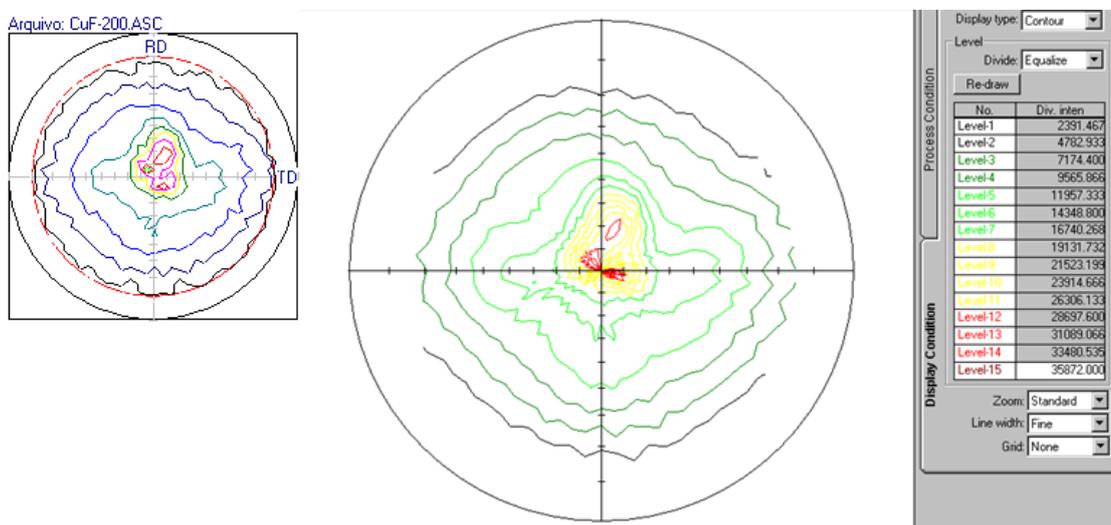
sem rotacionar as figuras de polo segundo um possível eixo de simetria, que seria possível identificar como as bissetrizes do eixo TD x RD (TD – Direção transversal e RD- Direção de laminação).

Figura 32: Figura de Polo da superfície externa da amostra fundida e laminada (FE) analisada para a família de planos {111}



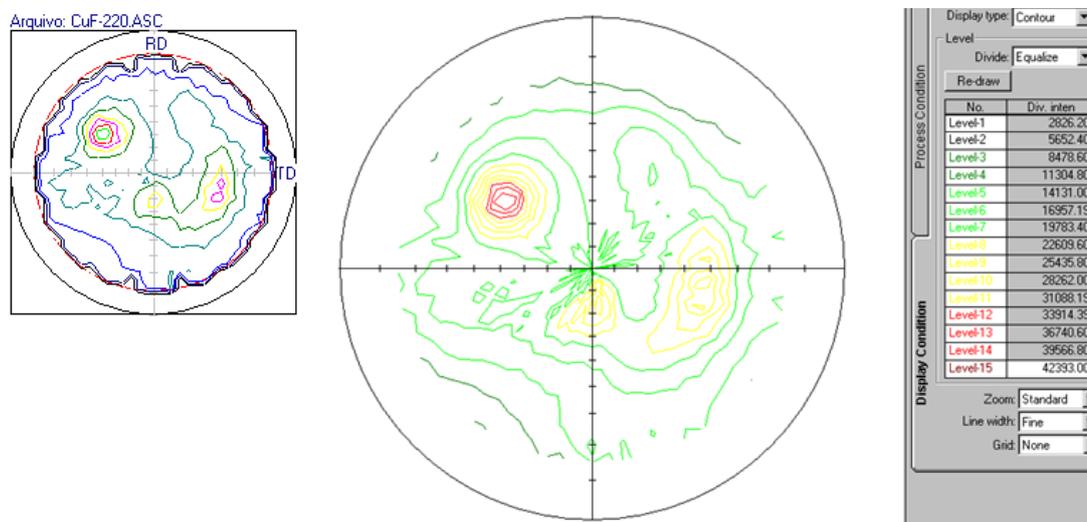
Fonte: Programa de análise PAT e análise DRX cedido por laboratório de difração de raios-x do CCTM – IPEN.

Figura 33: Figura de Polo da superfície externa da amostra fundida e laminada (FE) analisada para a família de planos {200}



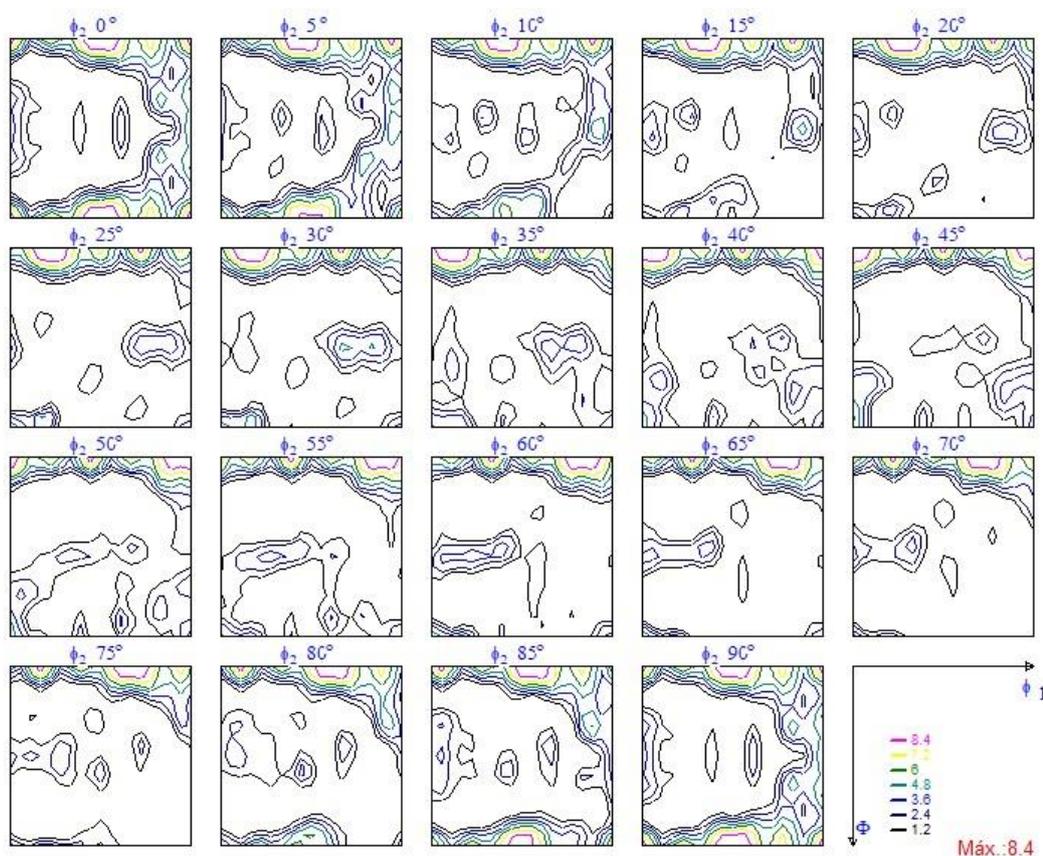
Fonte: Programa de análise PAT e análise DRX cedido por laboratório de difração de raios-x do CCTM – IPEN.

Figura 34: Figura de Polo da superfície externa da amostra fundida e laminada (FE) analisada para a família de planos {220}



Fonte: Programa de análise PAT e análise DRX cedido por laboratório de difração de raios-x do CCTM – IPEN.

Figura 35 FDO obtida superfície externa das amostras FE das famílias de planos {200}, {111} e {220}

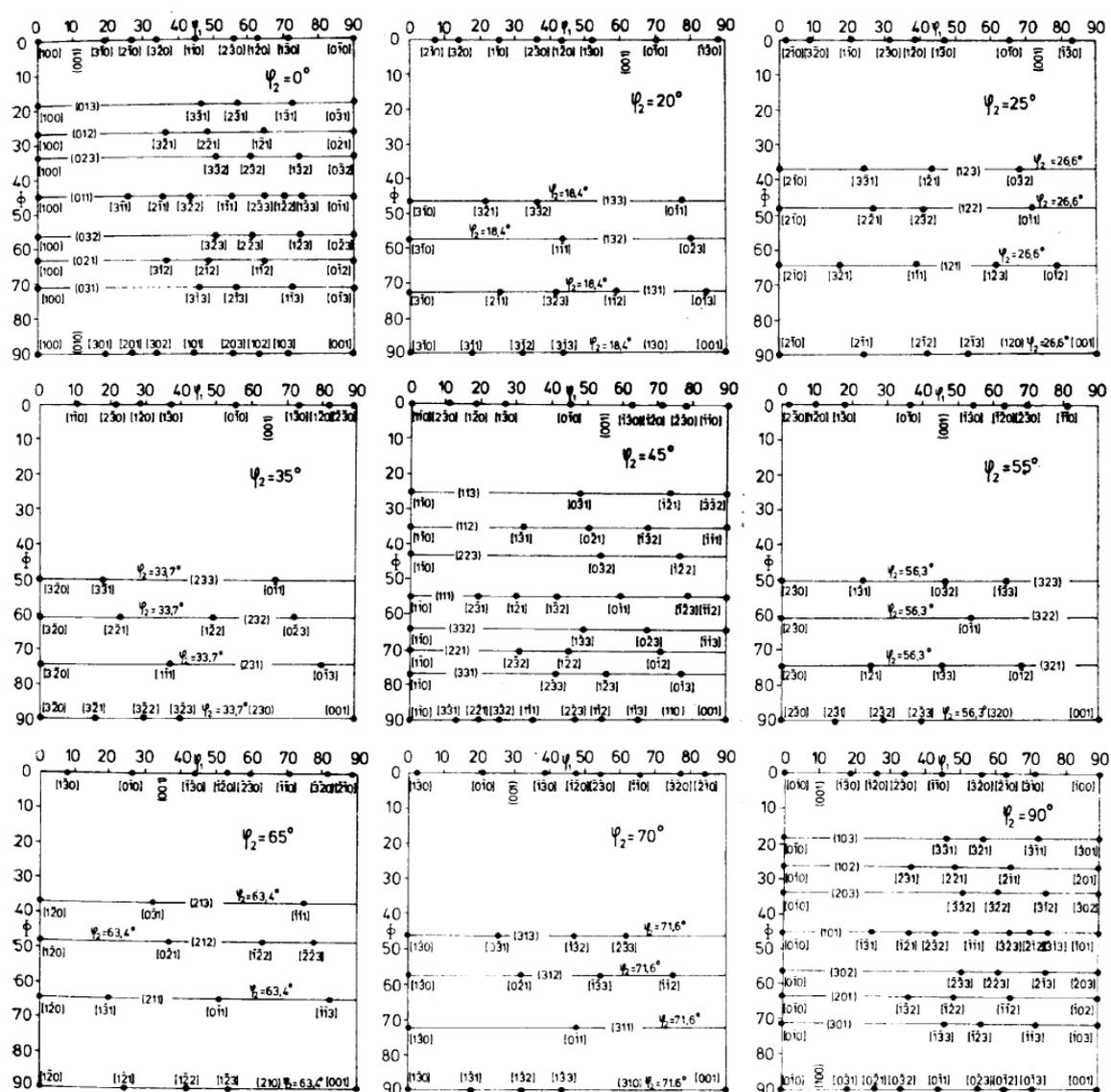


Fonte: Programa de análise PAT cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN.

A Figura 36 ilustra o ábaco para leitura de FDO proposto por Bunge [23] para análise e comparação das direções e planos encontrados. A Figura 37 ilustra um esquema simplificado das texturas padrões nos ângulos de  $\varphi_2=45^\circ$ ,  $60^\circ$  e  $90^\circ$ .

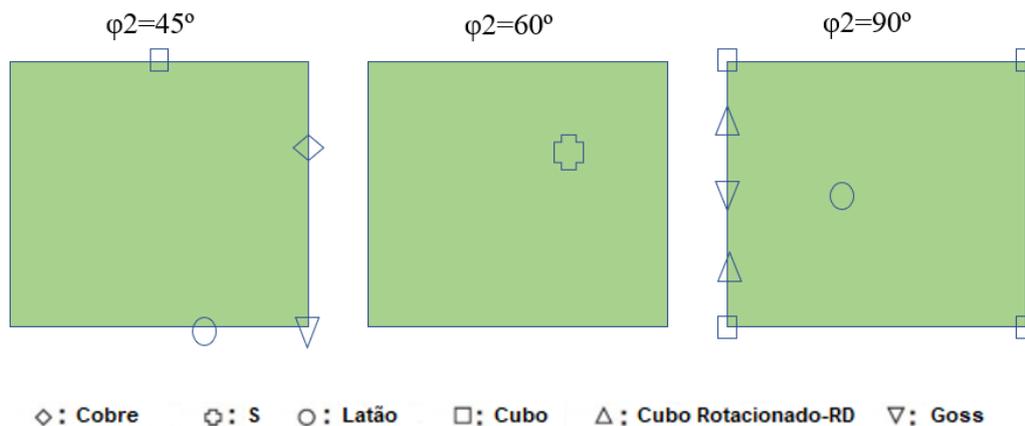
Para  $\varphi_2=0^\circ$  e  $\varphi_2=90^\circ$ , os picos estão próximos aos cantos do quadrado do ábaco de Bunge, correspondendo às direções  $[100]$ ,  $[0\bar{1}0]$  e  $[001]$ . Essa textura caracteriza a textura de cubo. Para  $\varphi_2=45^\circ$ , o pico está próximo a mediana da lateral superior do quadrado do ábaco de Bunge, corresponde à direção  $[1\bar{1}0]$ .

Figura 36: Ábaco para leitura da FDO [23]



Fonte: *Texture analysis in materials science: mathematical methods*, Bunge, 1982, edição de 2013 [24].

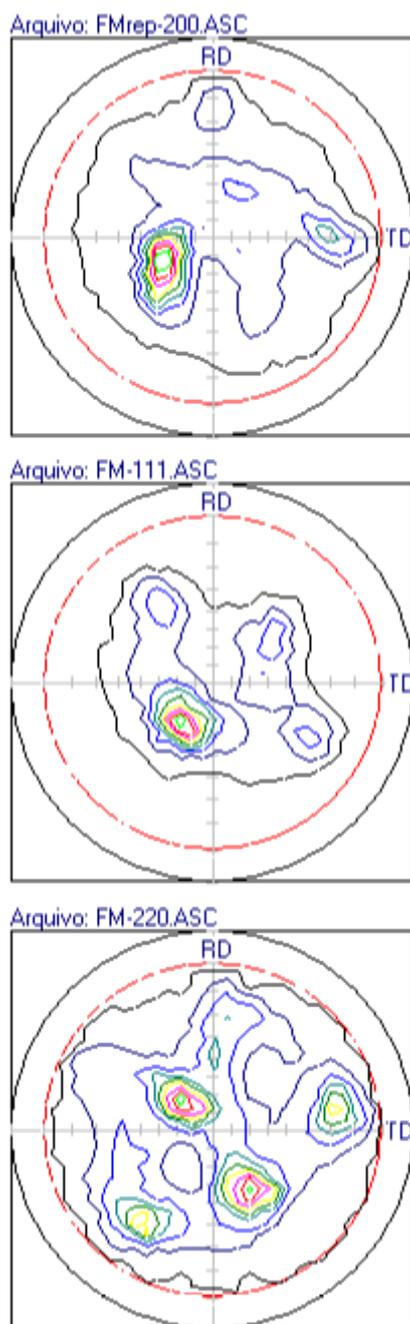
Figura 37: Esquema simplificado de incidência de texturas clássicas para materiais CFC



Fonte: Kim et al [30] – adaptado.

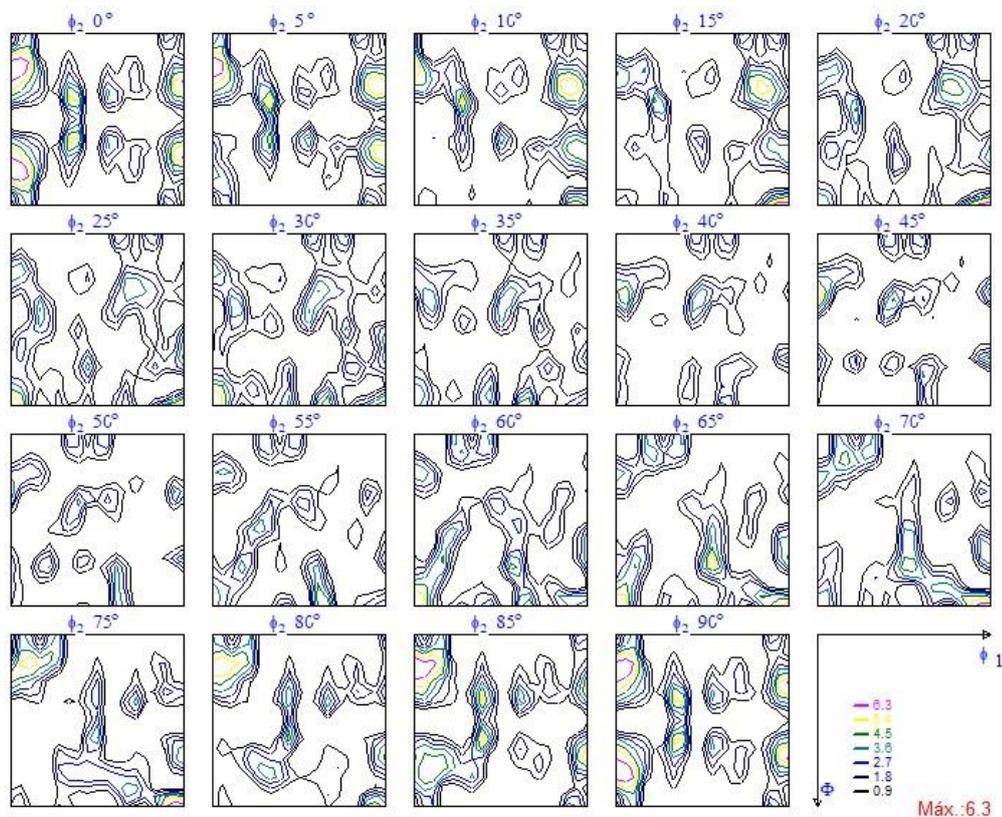
A Figura 38 ilustra as figuras de polo obtidas pelas análises das famílias de planos  $\{200\}$ ,  $\{111\}$  e  $\{220\}$  para a superfície da meia espessura da amostra laminada pós fundição. E a Figura 38 ilustra a FDO obtida pela DRX da superfície da meia espessura. A Figura 38 ilustra as figuras de polo para a superfície interna da amostra laminada pós fundição e a Figura 40 a sua respectiva FDO. A legenda nas figuras corresponde a intensidade, e, para intensidades acima de 8 já pode ser considerada forte. Lembrando que a FDO é uma função que estuda quanto a amostra pode desviar de uma amostra perfeitamente aleatória. É possível também identificar a presença de simetria sem rotacionar as figuras de polo de acordo com o eixo de laminação.

Figura 38: Figuras de polo da amostra laminada após fundição de superfície da meia espessura (amostra FM) realizada por análise DRX com goniômetro de textura nas famílias de planos {200}, {111} e {220}. A intensidade é definida pela escala de cores.



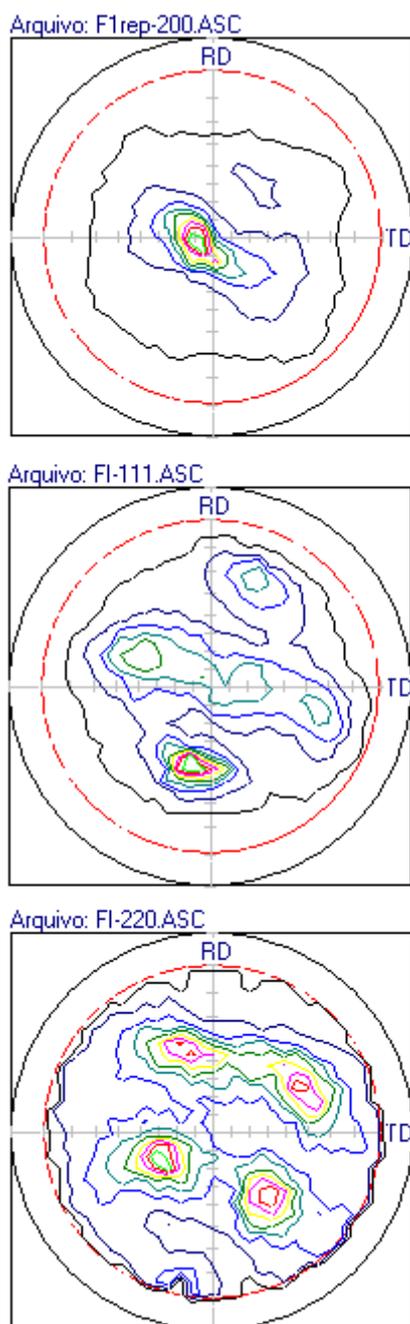
Fonte: Programa de análise PAT cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN.

Figura 39: FDO da superfície de meia espessura da amostra FM das famílias de planos {200}, {111} e {220}



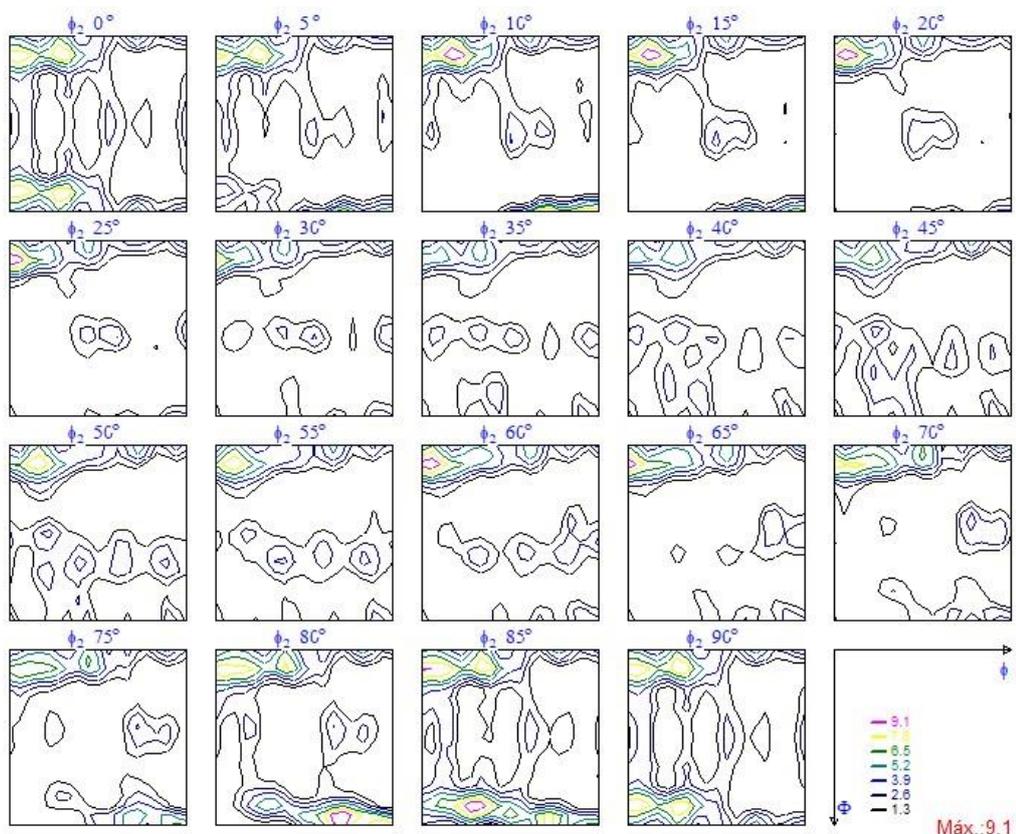
Fonte: Programa de análise PAT cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN.

Figura 40: Figuras de polo da amostra laminada após fundição de superfície da interna (amostra FI) realizada por análise DRX com goniômetro de textura nas famílias de planos {200}, {111} e {220}. A intensidade é definida pela escala de cores



Fonte: Programa de análise PAT cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN.

Figura 41: FDO da superfície interna da amostra FI das famílias de planos {200}, {111} e {220}

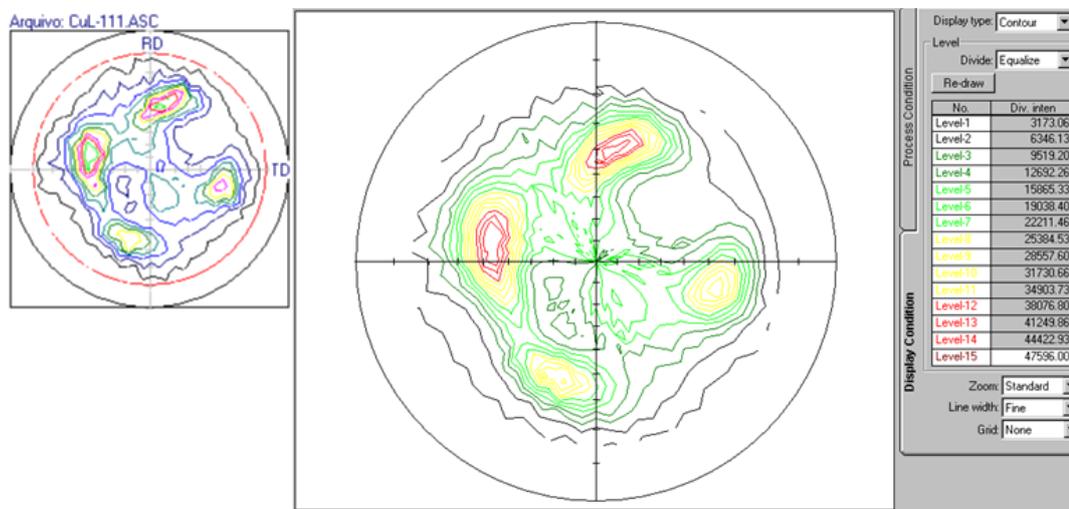


Fonte: Programa de análise PAT cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN.

#### 5.2.4 DRX para Amostras Extrudadas e Laminadas

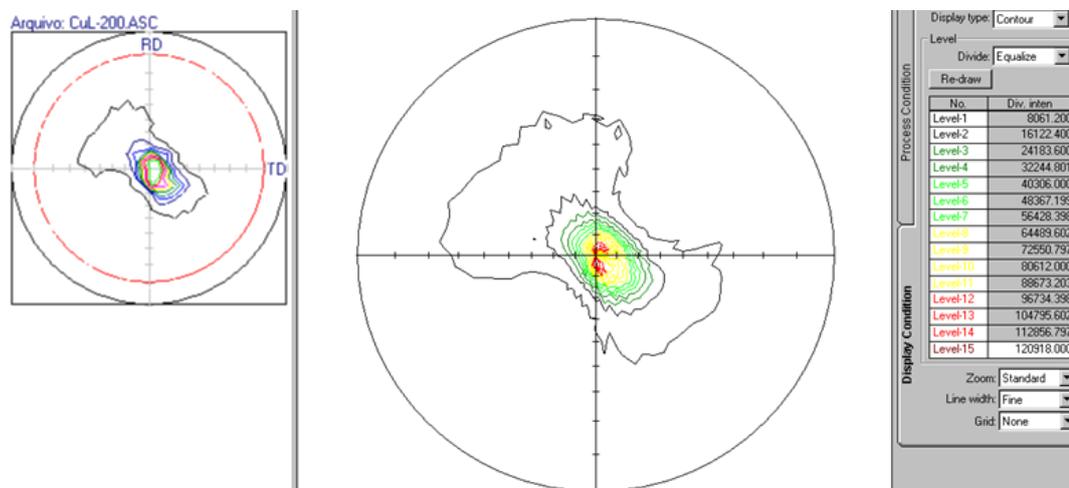
As Figuras 42 a 44 ilustram as figuras de polo obtidas pelo ensaio na amostra extrudada e laminada para as famílias de planos {111}, {200} e {220} respectivamente. Observa-se uma forte tendência a textura do tipo 200 e levemente para 111. A macrotextura indica uma possível tendência, mas é necessário realizar a análise EBSD para verificar a distribuição das direções e se a tendência da macrotextura se conserva. A Figura 45 ilustra a FDO construída para essa superfície.

Figura 42: Figura de Polo da superfície externa da amostra extrudada e laminada (EE) analisada na família de plano  $\{111\}$



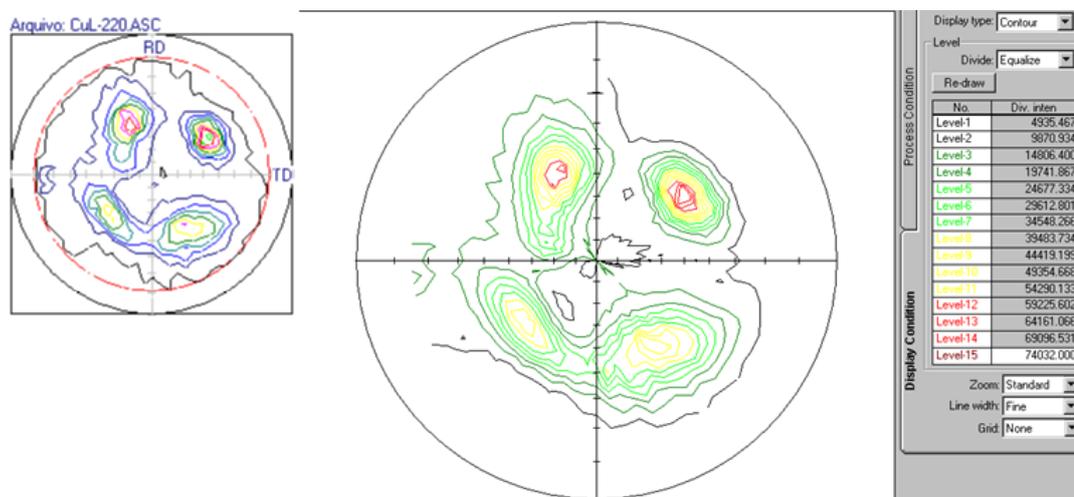
Fonte: Programa de análise PAT e análise de DRX cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN.

Figura 43: Figura de Polo da superfície externa da amostra extrudada e laminada (EE) analisada na família de planos  $\{200\}$



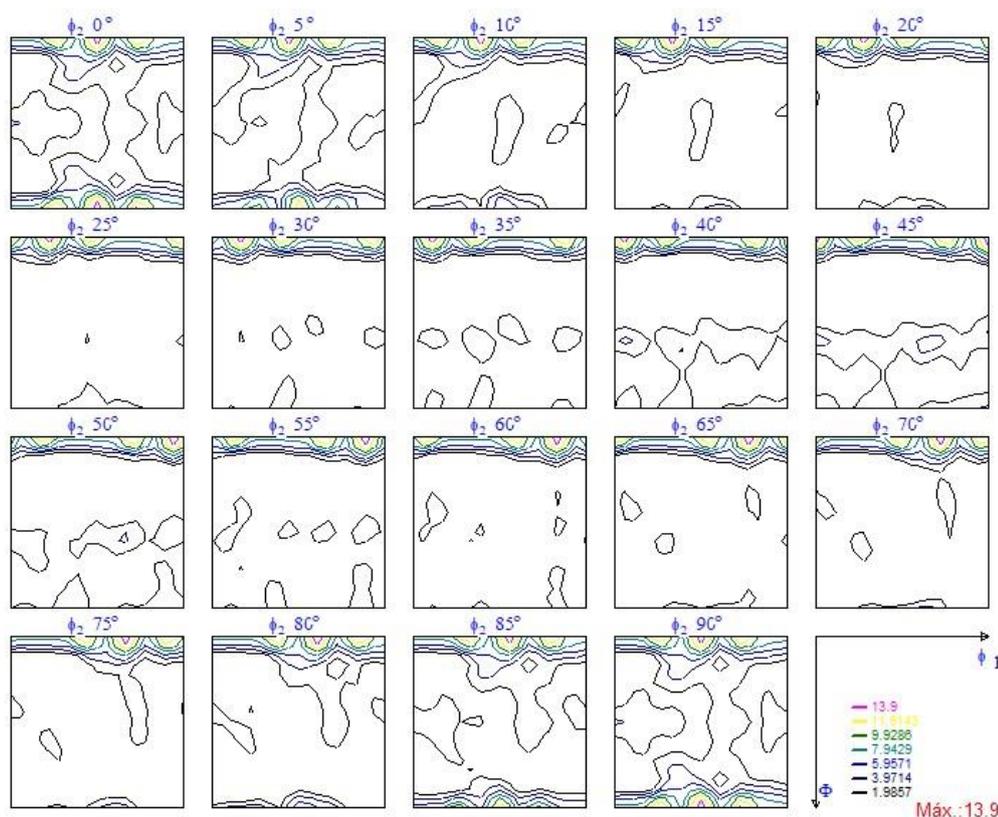
Fonte: Programa de análise PAT e de análise DRX cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN.

Figura 44: Figura de Polo da superfície externa da amostra extrudada e laminada (EE) analisada na família de planos {220}



Fonte: Programa de análise DRX cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN.

Figura 45: FDO da superfície externa da amostra EE das famílias de planos {200}, {111} e {220}

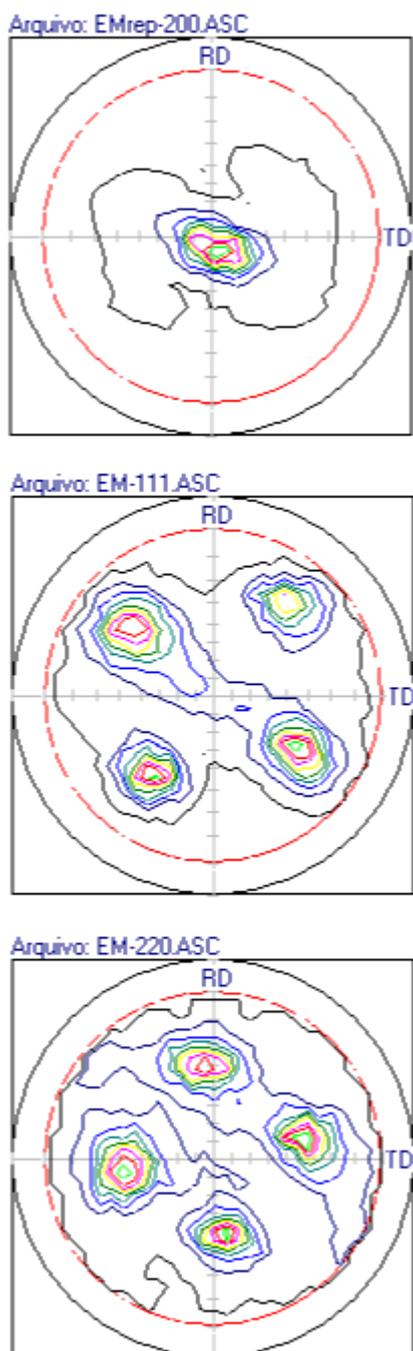


Fonte: Programa de análise PAT cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN.

A Figura 46 representa as figuras de polo das famílias de planos {200}, {111} e {220} da amostra EM e a Figura 47 ilustra a FDO construída a partir das análises DRX da superfície de meia espessura. A Figura 48 representa as figuras de polo das

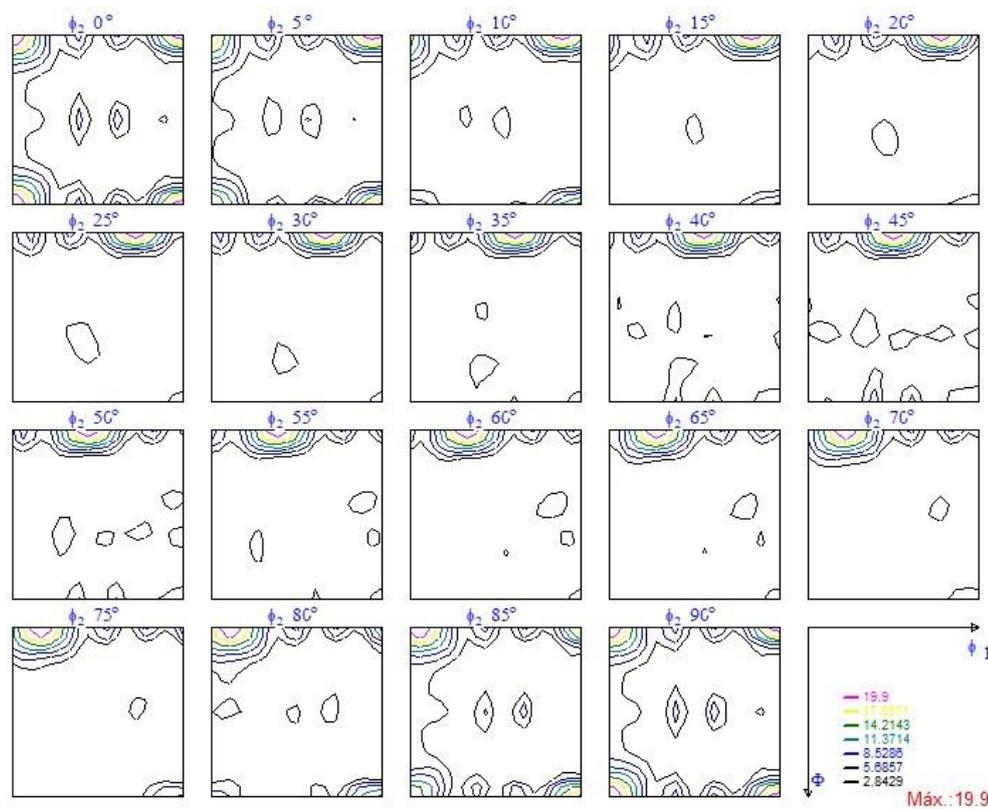
famílias de planos {200}, {111} e {220} da amostra EI e a Figura 49 ilustra a FDO construída a partir das análises DRX da superfície interna.

Figura 46: Figuras de polo da amostra laminada após extrusão de superfície da meia espessura (amostra EM) realizada por análise DRX com goniômetro de textura nas famílias de planos {200}, {111} e {220}. A intensidade é definida pela escala de cores



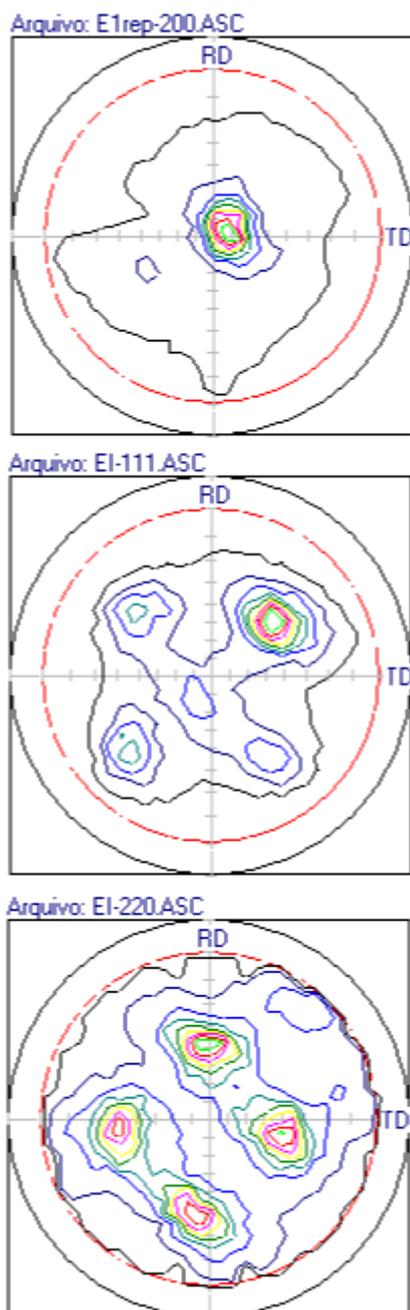
Fonte: Programa de análise PAT cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN.

Figura 47: FDO da meia espessura da amostra EM das famílias de planos {200}, {111} e {220}



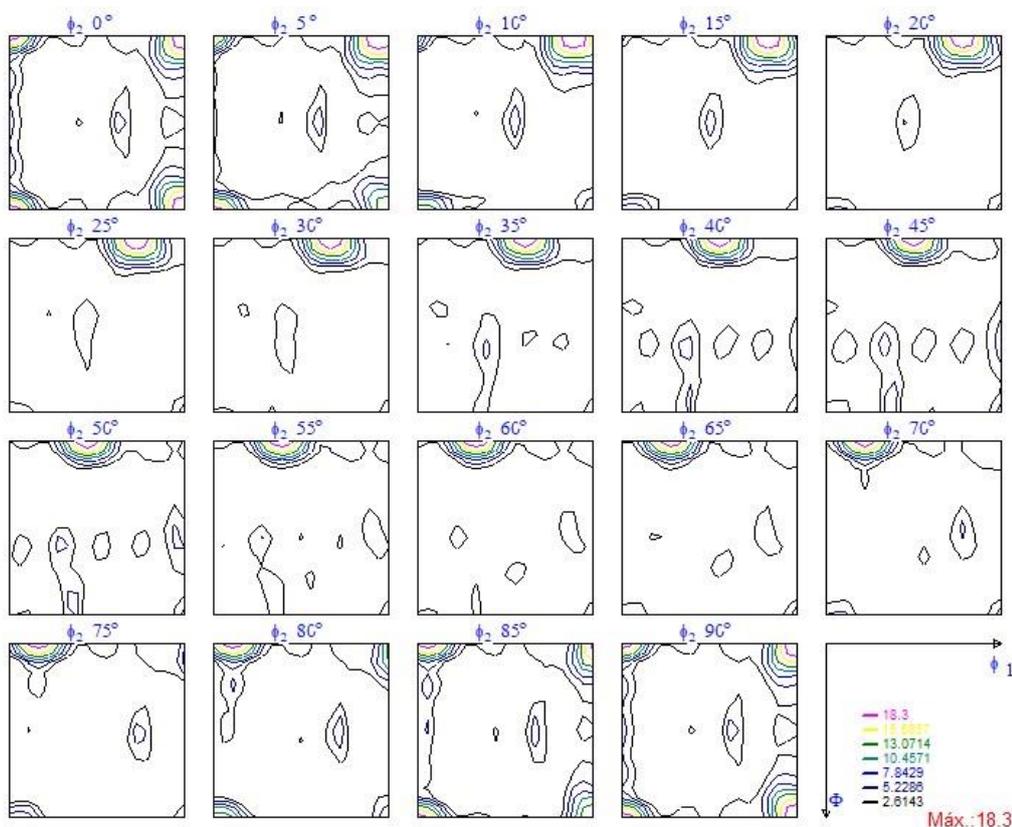
Fonte: Programa de análise PAT cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN.

Figura 48 Figuras de polo da amostra laminada após extrusão de superfície da interna (amostra EI) realizada por análise DRX com goniômetro de textura nas famílias de planos {200}, {111} e {220}. A intensidade é definida pela escala de cores



Fonte: Programa de análise PAT cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN.

Figura 49: FDO da superfície interna da amostra EI das famílias de planos {200}, {111} e {220}



Fonte: Programa de análise PAT cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN.

### 5.1.3 Cálculo de FDOs pelo software MTEX®

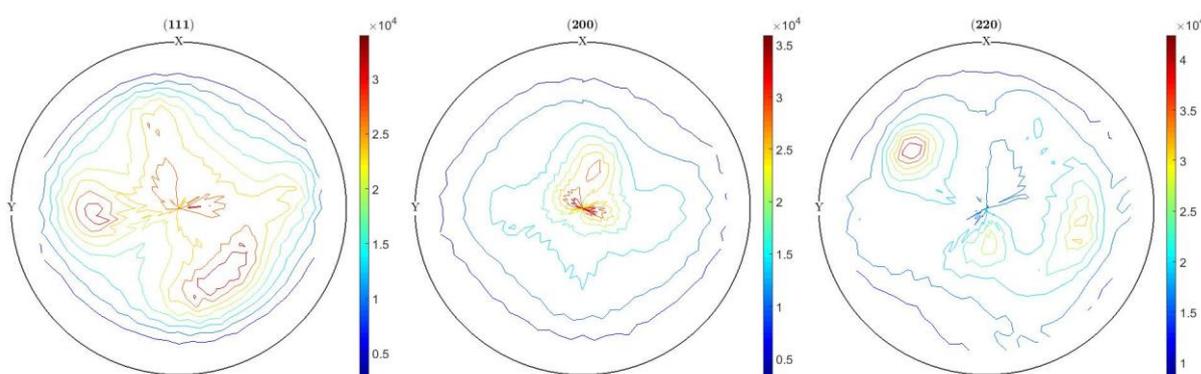
Ao analisar a textura por FDOs de laminado planos o procedimento correto exige que o eixo de simetria esteja alinhado com o eixo da direção de laminação (RD), o que acarreta a necessidade de rotação das figuras de polo. Além disso, pode haver extrapolação de simetria nas figuras de polo e FDOs devido às características do processo de laminação plana.

Assim sendo, constatou-se que o programa utilizado para calcular a ODF das amostras forçava simetria ortorrômbica num processo que claramente não segue tais características e deve ser analisado como triclinica. A partir disso, novas análises foram realizadas pelo software MTEX® que foi desenvolvido em ambiente Matlab® para calcular as FDOs de forma que nenhum parâmetro seja forçado.

Apesar dessas características do programa PAT, toda a leitura das figuras de polo mostrou-se idêntica ao MTEX® como pode ser visto pela Figura 50, por isso as figuras não serão reproduzidas aqui. A Figura 51 indica a FDO calculada da amostra

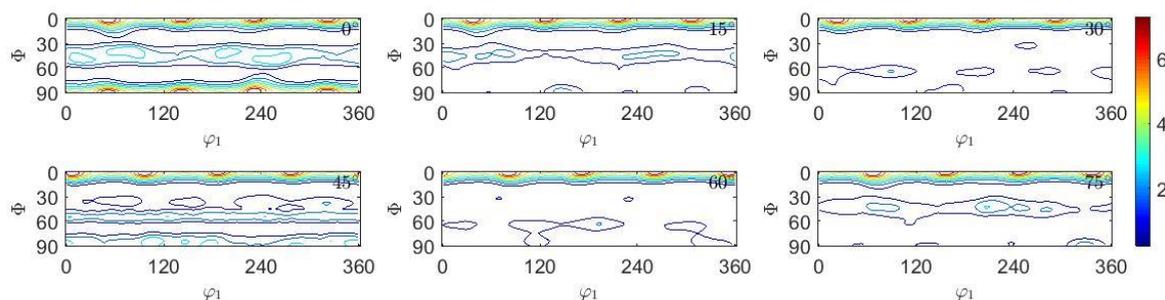
FE sem forçar a simetria ortorrômbica. Durante a análise mostrou-se indiferente a utilização de arquivo de background. Dado que as figuras de polo indicaram forte textura para a famílias do plano {200}, espera-se que uma textura com componente cubo seja identificada. Dessa maneira, as figuras de polo foram rotacionadas de forma que o pico para a textura cubo coincida nos ângulos esperados do espaço de Euler como pode ser visto na Figura 52. Após essa constatação, apenas os espaços de Euler do ábaco de ângulos  $\varphi_2=0^\circ$ ,  $\varphi_2=45^\circ$  e  $\varphi_2=60^\circ$ , como o exemplo da Figura 53, serão mostrados para evitar repetições.

Figura 50: Figuras de polo obtidas pela leitura do software MTEX® da amostra FE (superfície externa da fundida e laminada) nas famílias de planos {200}, {220} e {111}.



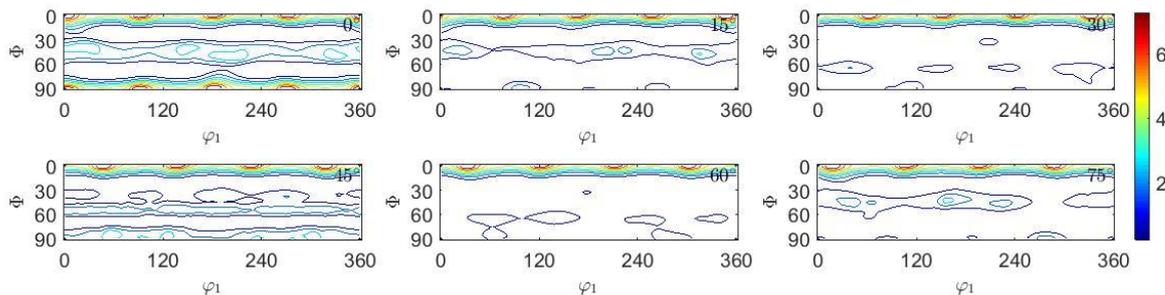
Fonte: MTEX®

Figura 51 FDO da amostra FE sem realizar rotação das figuras de polo ou qualquer outra modificação



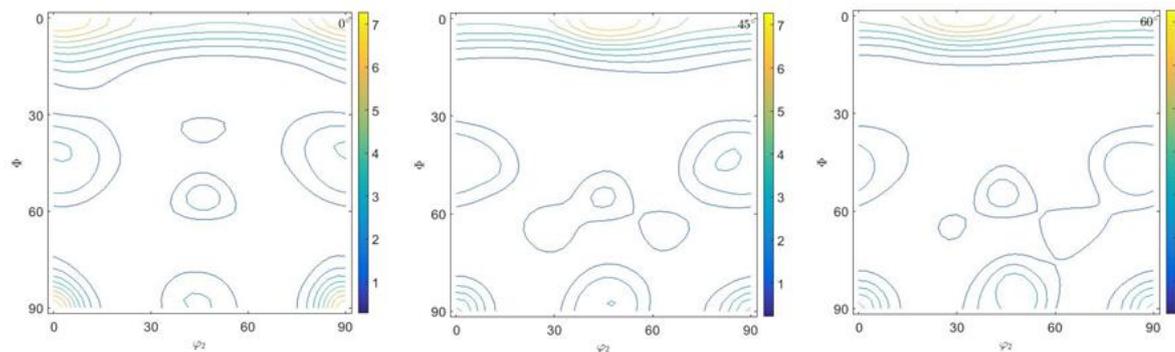
Fonte: MTEX®

Figura 52: FDO da amostra FE após rotação das figuras de polo para alinhar os picos da textura cubo



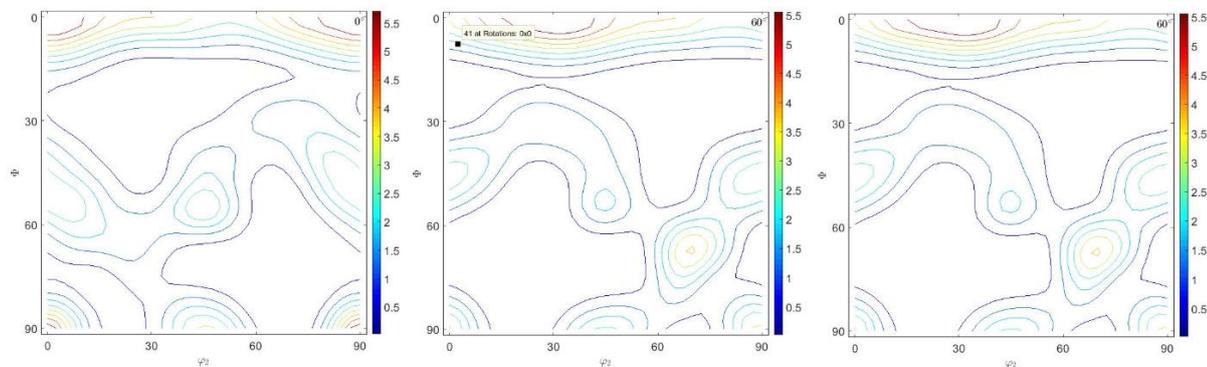
Fonte: MTEX®

Figura 53 Ângulos principais analisados do espaço de Euler para  $\varphi_2$  (0°, 45° e 60°) da amostra FE após rotação das figuras de polo



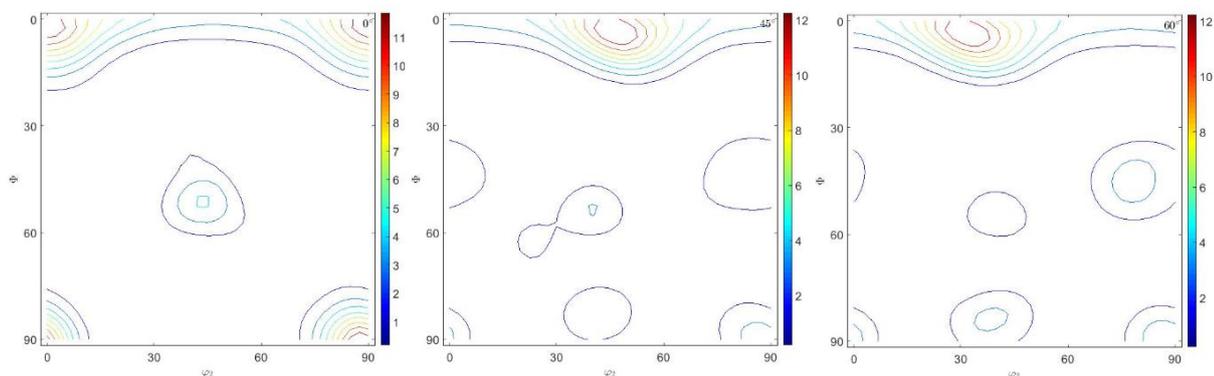
Fonte: MTEX®

Figura 54: Ângulos principais analisados do espaço de Euler para  $\varphi_2$  (0°, 45° e 60°) da amostra FM após rotação das figuras de polo



Fonte: MTEX®

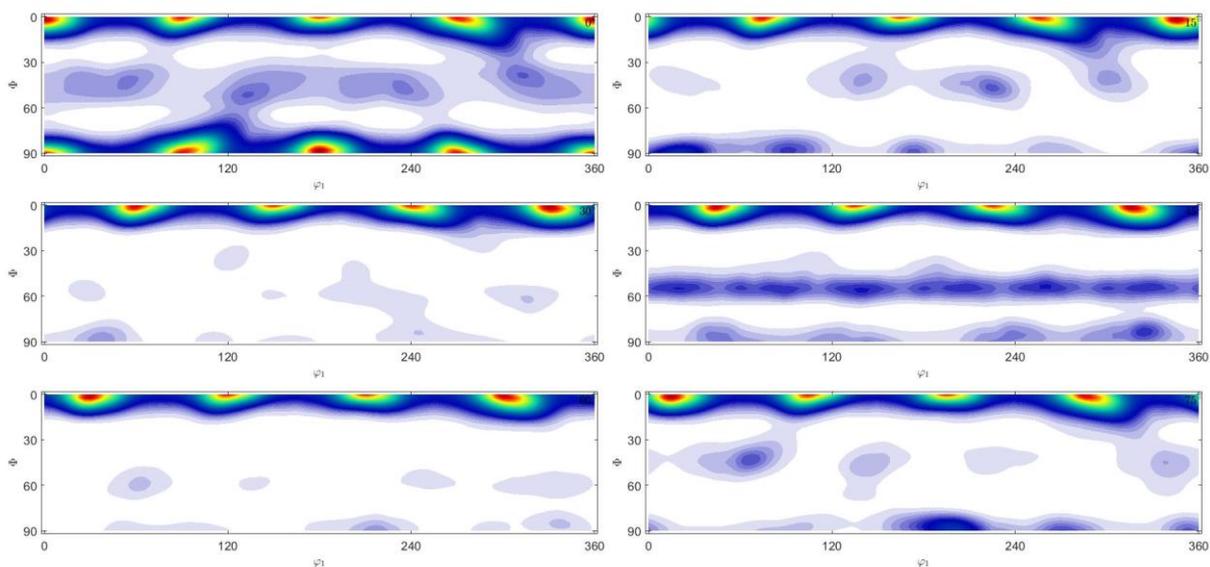
Figura 55: Ângulos principais analisados do espaço de Euler para  $\phi_2$  ( $0^\circ$ ,  $45^\circ$  e  $60^\circ$ ) da amostra FE após rotação das figuras de polo



Fonte: MTEX®

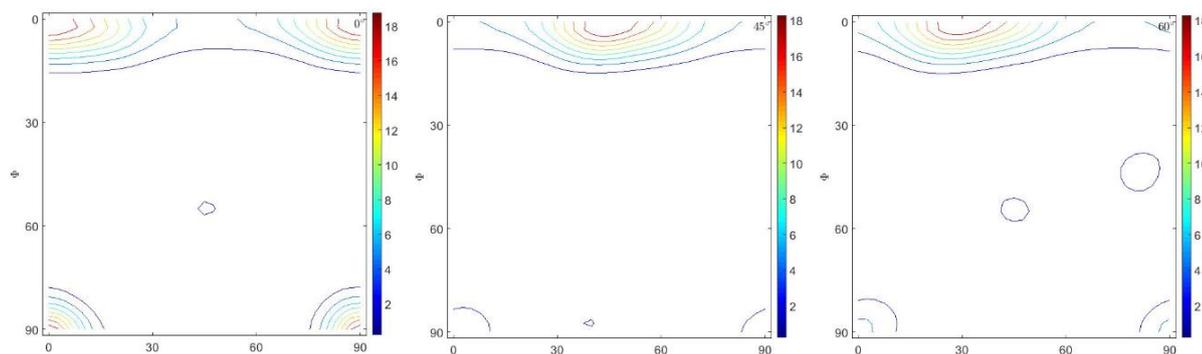
Para as amostras extrudadas foi realizado o mesmo procedimento anterior, sendo a Figura 56 a FDO da amostra EE com todo o espaço de Euler, a Figura 57 dos ângulos principais para a amostra EE, a Figura 58 para a amostra EM e a Figura 59 para a amostra EI.

Figura 56: FDO da amostra EE em todo o espaço de Euler



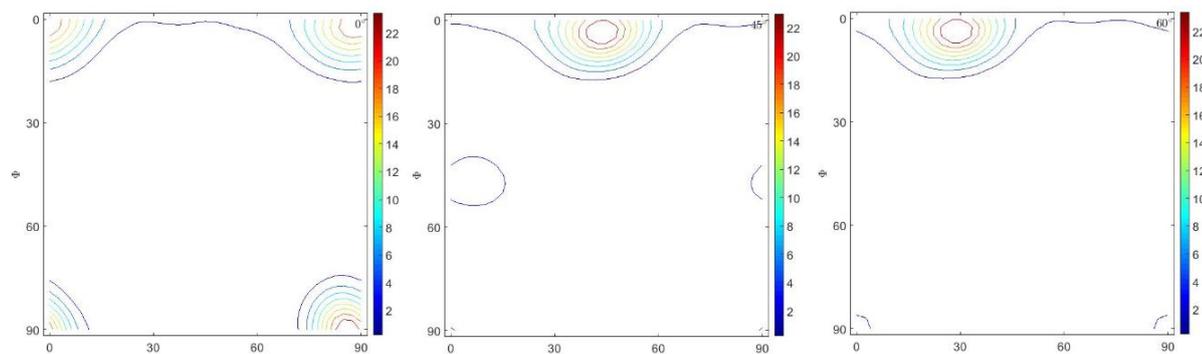
Fonte: MTEX®

Figura 57 Ângulos principais analisados do espaço de Euler para  $\phi_2$  ( $0^\circ$ ,  $45^\circ$  e  $60^\circ$ ) da amostra EE após rotação das figuras de polo



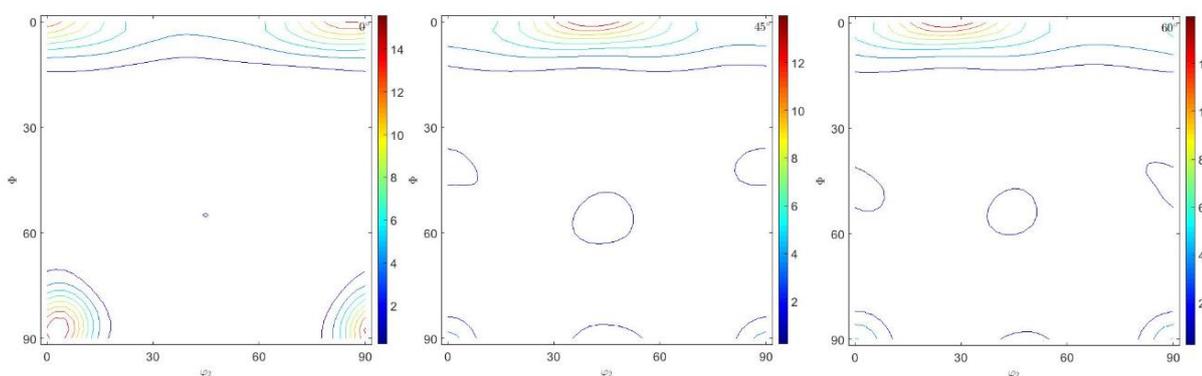
Fonte: MTEX®

Figura 58: Ângulos principais analisados do espaço de Euler para  $\phi_2$  ( $0^\circ$ ,  $45^\circ$  e  $60^\circ$ ) da amostra EM após rotação das figuras de polo



Fonte: MTEX®

Figura 59: Ângulos principais analisados do espaço de Euler para  $\phi_2$  ( $0^\circ$ ,  $45^\circ$  e  $60^\circ$ ) da amostra EI após rotação das figuras de polo



Fonte: MTEX®

Observa-se que a textura cubo se mostra presente em todas as superfícies das amostras laminadas, sejam elas previamente fundidas ou extrudadas.

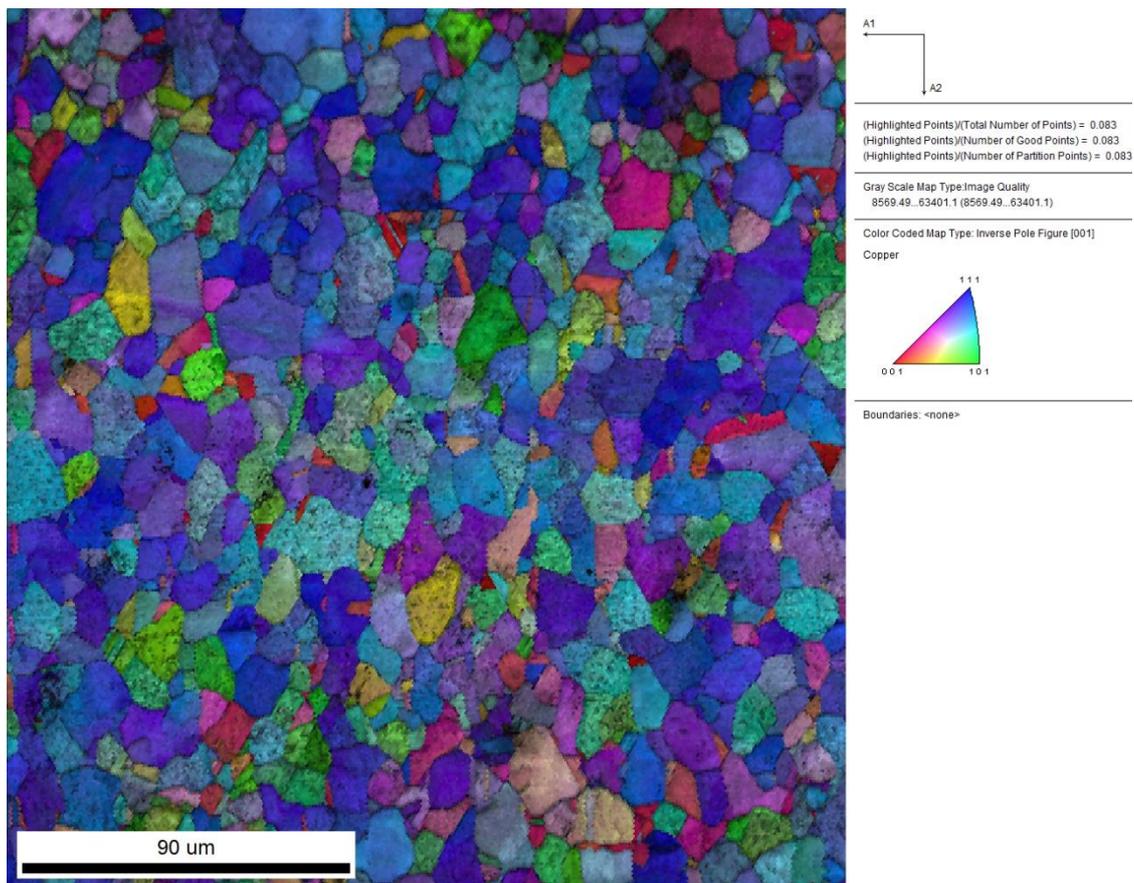
## 5.2 Análise EBSD

As análises FDO, obtidas pelas análises EBSD, foram realizadas com todo o espaço de Euler porque não foi identificada a simetria na amostra e foi decidido que era melhor não forçar a simetria para obter dados mais precisos e condizentes com a realidade.

### 5.2.3 Amostras Extrudadas e Laminadas

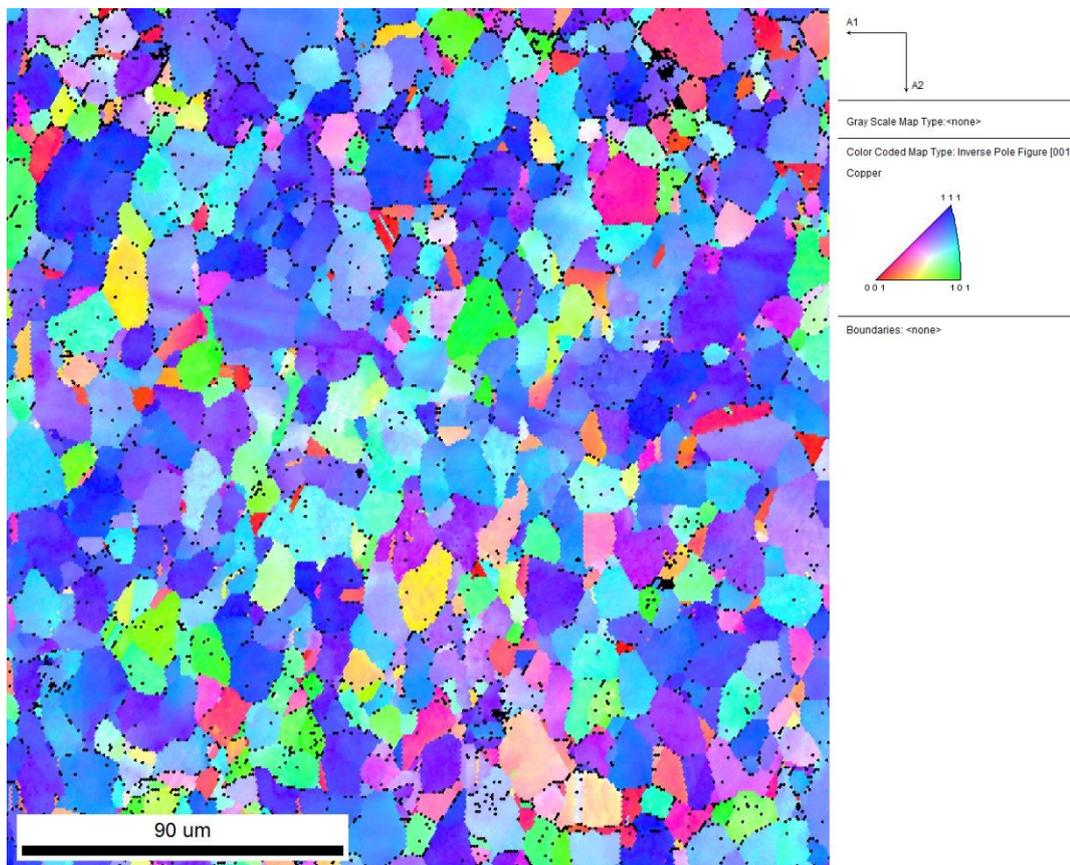
As Figuras 61 e 62 mostram o resultado da análise EBSD da superfície externa da amostra extrudada e laminada (EE) sem e com limpeza e indicam uma textura 111 conforme a legenda. A limpeza foi feita pela remoção de pontos com índice de confiança menor que 0,1, se a substituição desses pontos. Optou-se pela não substituição porque: 1) o número de pontos com o índice de confiança (Confidence Index- CI)  $CI > 0,1$  é bastante alto (maior que 80%); 2) a substituição de pontos por orientações médias dos vizinhos ou por uma orientação com afinidade com o maior número possível de vizinhos pode gerar a “criação” de grãos que não existem de fato, gerando erros nas medidas.

Figura 60: Mapa de orientação de grãos sem a limpeza das amostras EE com aumento 200x



Fonte: Software OIM Analysis.

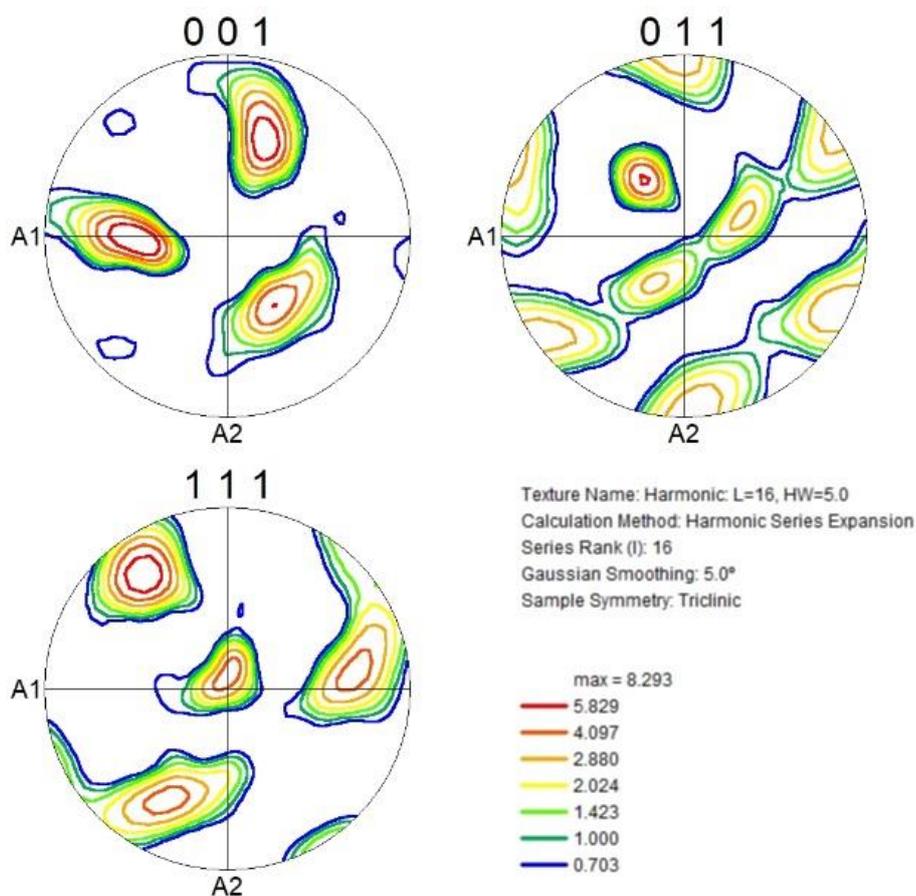
Figura 61: Mapa de orientação de grãos com limpeza para pontos de CI>0,1, sem a substituição da amostra EE com aumento 200x



Fonte: Software OIM Analysis.

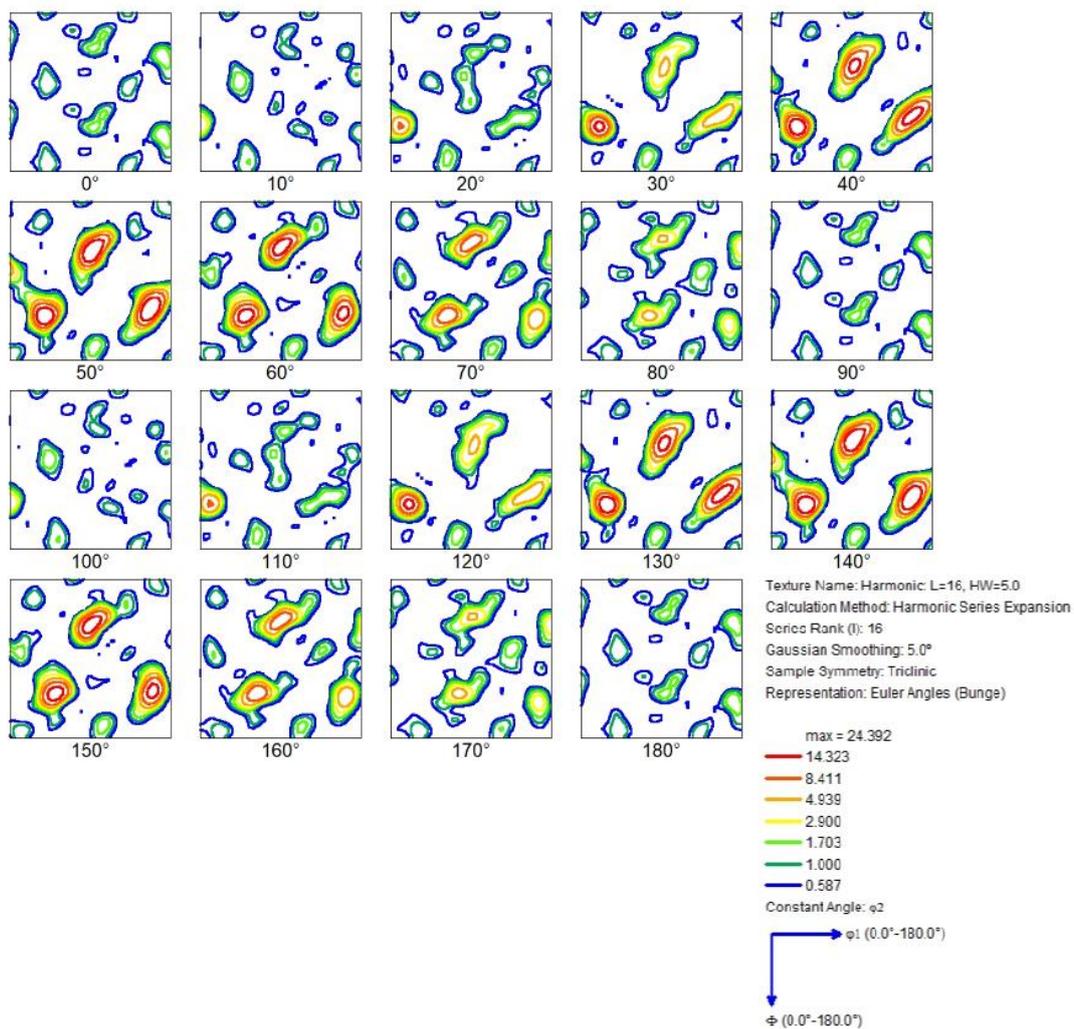
A Figura 63 mostra a figura de polo da amostra EE que analisou cerca de 1000 grãos num aumento de 200x e ilustra uma tendência forte para textura do tipo  $\{111\}$ . Já a Figura 64 mostra a análise FDO da amostra. Utilizando o ábaco de Bunge encontrado na Figura 36 [23], e o esquema simplificado da Figura 37, pode-se gerar a Figura 65 de análise comparativa.

Figura 62: Figuras de polo da amostra EE com legenda



Fonte: Software OIM Analysis.

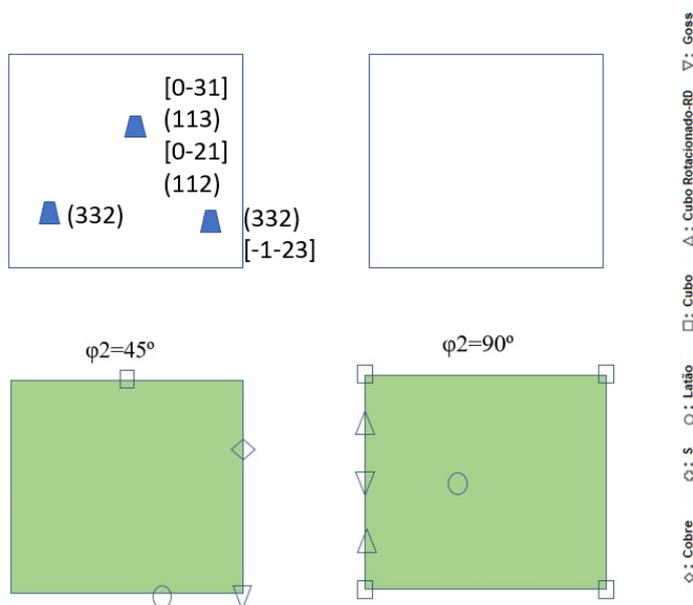
Figura 63: FDO da amostra EE com legenda



Fonte: Software OIM Analysis.

Figura 64: Esquema comparativo das texturas clássicas com a FDO resultante da análise EBSD para a superfície externa da amostra extrudada (EE)

## Comparativo com as texturas clássicas

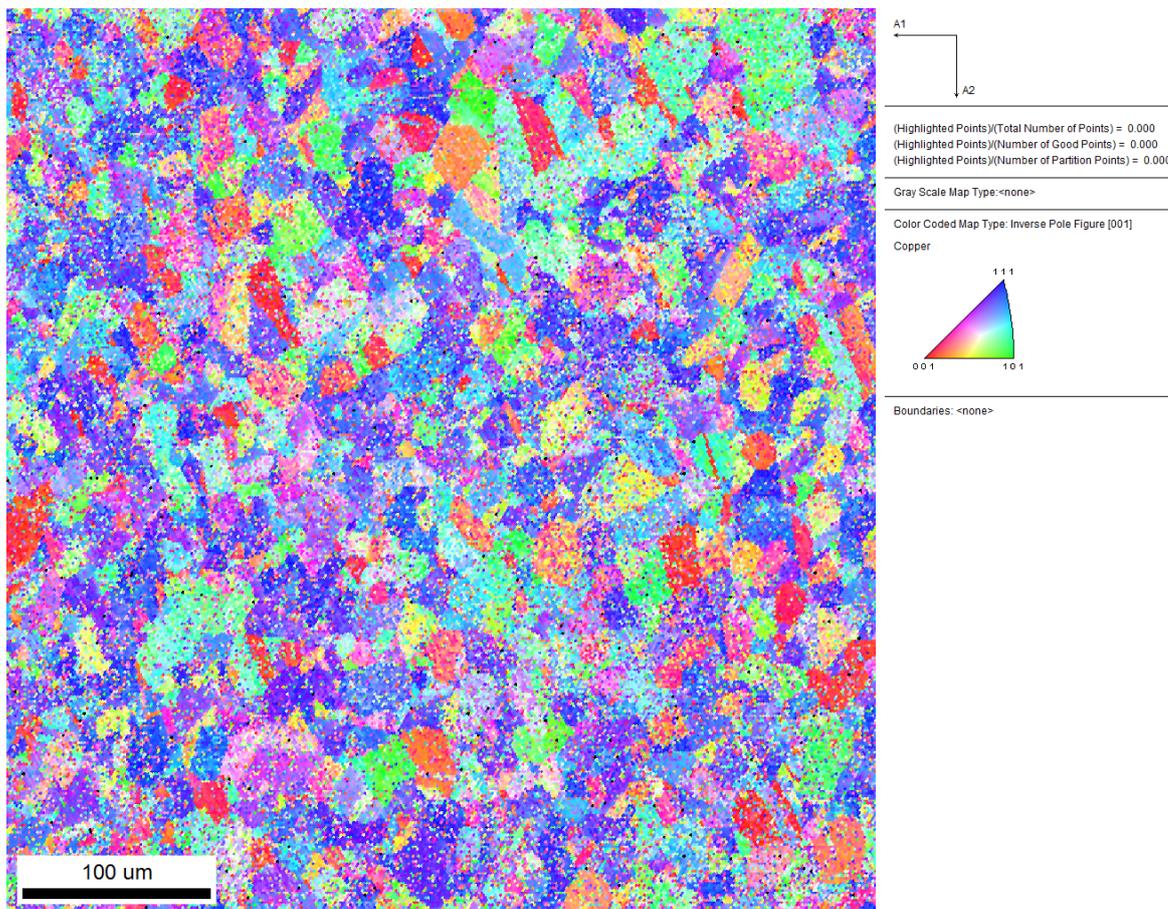


Fonte: Arquivo pessoal.

### 5.2.4 Amostras Fundidas e Laminadas

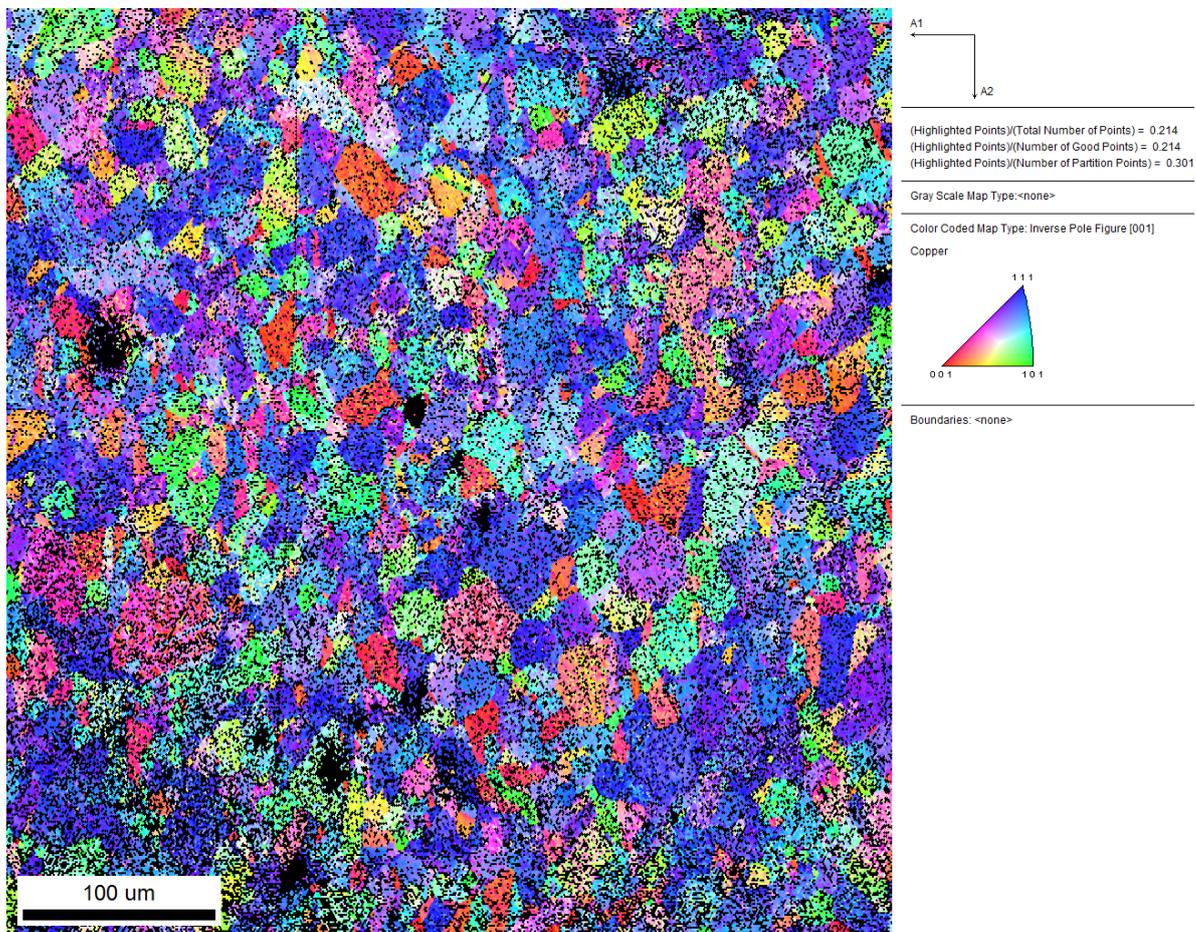
A Figura 66 mostra o mapa de orientação de grãos sem a limpeza de  $CI > 0,1$  para a amostra fundida e laminada da superfície externa enquanto a Figura 67 mostra com a limpeza. Percebe-se que a textura possui tendência de 111 com alguns grãos diferindo. A análise cobriu quase 1000 grãos, mas pela possível presença de irregularidades na superfície o FIT não foi acima de 70%.

Figura 65: Mapa de orientação de grãos sem limpeza da amostra FE com aumento 200x



Fonte: Software OIM Analysis.

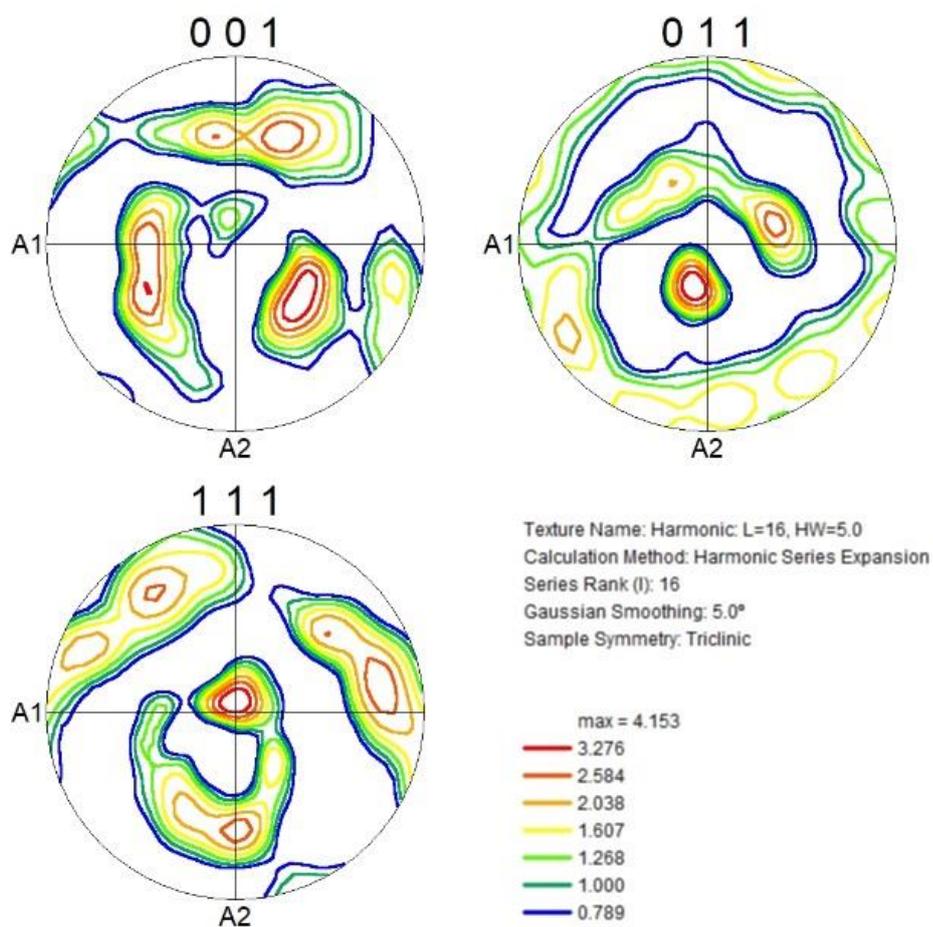
Figura 66: Mapa de orientação de grãos com limpeza para pontos  $CI > 0,1$  sem a substituição, da amostra FE com aumento de 200x



Fonte: Software OIM Analysis.

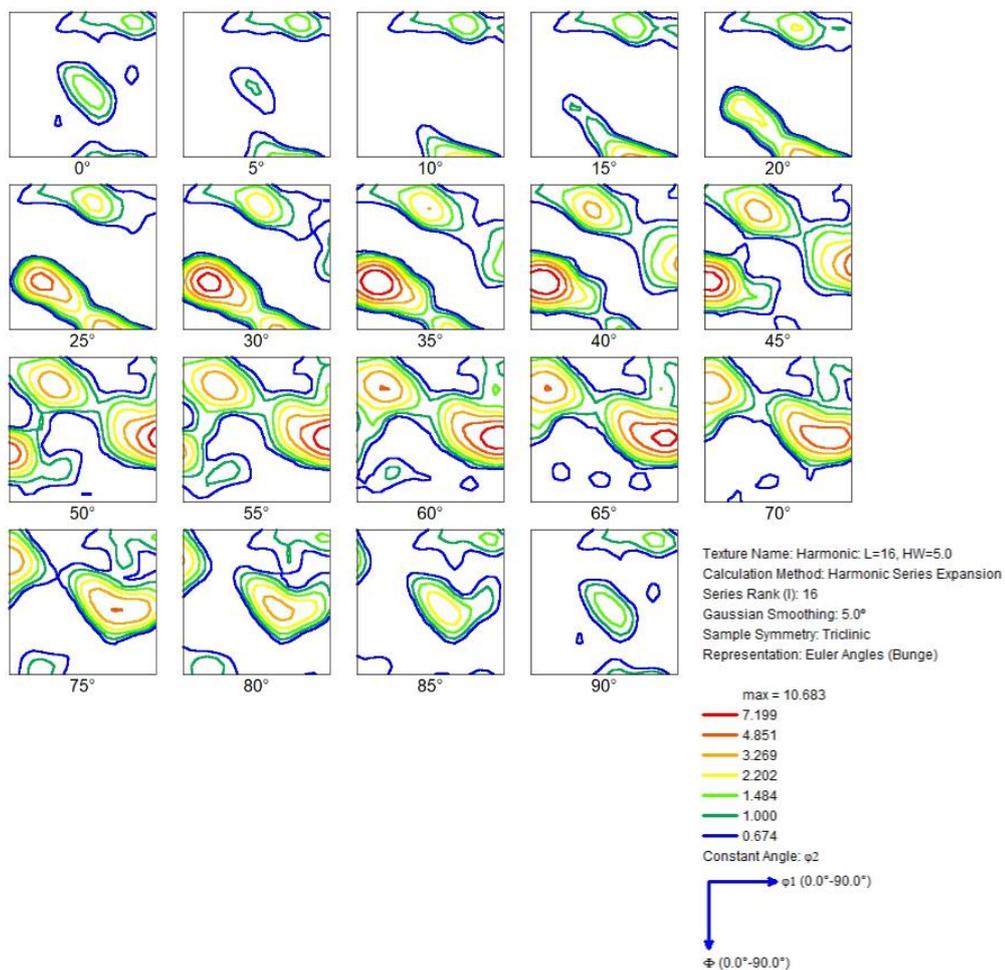
A Figura 68 ilustra a figura de polo obtida pela análise EBSD e a Figura 69 mostra a análise FDO da amostra FE para todo o espaço de Euler. Utilizando ábaco da Figura 36 e o esquema simplificado da Figura 37, é possível gerar outro esquema comparativo que é ilustrado na Figura 70.

Figura 67: FDO da amostra FE com ângulos notáveis do espaço de Euler



Fonte: Software OIM Analysis.

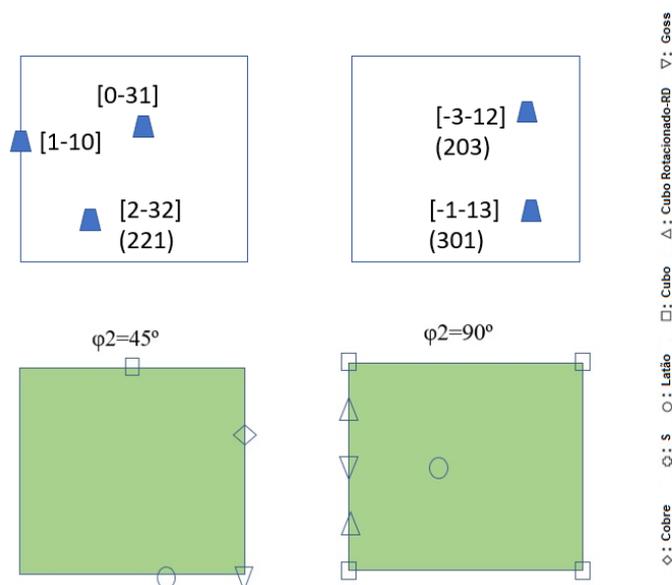
Figura 68: FDO da amostra FE com legenda



Fonte: Software OIM Analysis.

Figura 69: Esquema comparativo das texturas clássicas com a FDO resultante da análise EBSD para a superfície externa da amostra fundida (FE)

## Comparativo com as texturas clássicas



Fonte: Arquivo pessoal.

Comparando inicialmente as amostras fundidas e extrudadas foi possível verificar que existiu uma tendência a textura  $\langle 111 \rangle$  e  $\langle 110 \rangle$  no nível microscópico, com divergências em grãos.

Verificou-se também a divergência entre a textura identificada na superfície externa pela difração de raios-x (macrotextura) e pela análise EBSD, no qual a macrotextura identifica  $\langle 200 \rangle$  e  $\langle 111 \rangle$  e a análise EBSD identifica  $\langle 110 \rangle$  e  $\langle 111 \rangle$ .

Ao analisar separadamente o processo com o estudo de 2001 de Shih *et al* [15], observa-se que a direção de laminação é helicoidal. Uma vez que a parede interna do tubo está junto ao mandril, e a parede externa está em contato com os cilindros, isso permite afirmar que tanto a velocidade de deformação quanto o fluxo de material/calor acontecem na forma de um gradiente conforme a espessura, tornando diferentes as variáveis para cada camada de material.

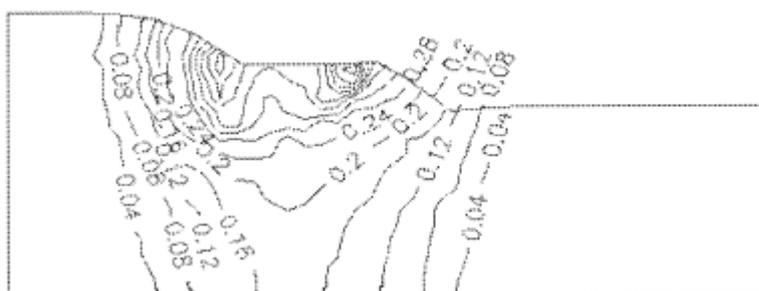
Com isso em mente e verificando que a macrotextura e a microtextura não correspondem, levando também em conta a diferença estatística devido a penetração do feixe, pode-se esperar que a textura possa variar conforme a espessura da peça. Ou seja, como o DRX penetra na ordem de micrometros e a análise EBSD restringe-se rigorosamente à superfície, é certo que a macrotextura esteja levando em

consideração a estatística de textura em diferentes camadas. A superfície, deve-se lembrar, está em contato direto com os cilindros, e, portanto, submetida às forças de atrito existentes no processo, de forma que a deformação nos grãos superficiais certamente terá diferenças em relação aos grãos mais abaixo. Isso também será observado para a geração de calor. A componente de aquecimento por atrito superficial será muito mais significativa nesta região da amostra do que no restante da espessura.

No mesmo estudo de Shih [15], assumiram-se variáveis como o contato perfeito, o que na prática não ocorre. Desconsiderar atrito implica que a superfície deforme na mesma velocidade ao longo da espessura e isso poderia acarretar uma textura predominante. Além de desconsiderar a diferença de temperatura decorrente do atrito e da deformação, implicando que seja homogênea. Na realidade, as temperaturas e os fluxos de materiais ocorrem de forma helicoidal na direção de laminação e variam ao longo da espessura.

A recristalização dinâmica que ocorre na peça pode acontecer em momentos diferentes, variando conforme a espessura, devido a todas essas condições divergentes de deformação, temperatura, taxa de deformação (como pode ser visto na Figura 70 no estudo de Montecinos e Arauco [14]), entre outras. Com isso, texturas diferentes em diferentes momentos podem ser formar sem que haja um padrão pela constante variação de condições.

Figura 70: Gradiente de taxa de deformação efetiva após 12 incrementações [14]

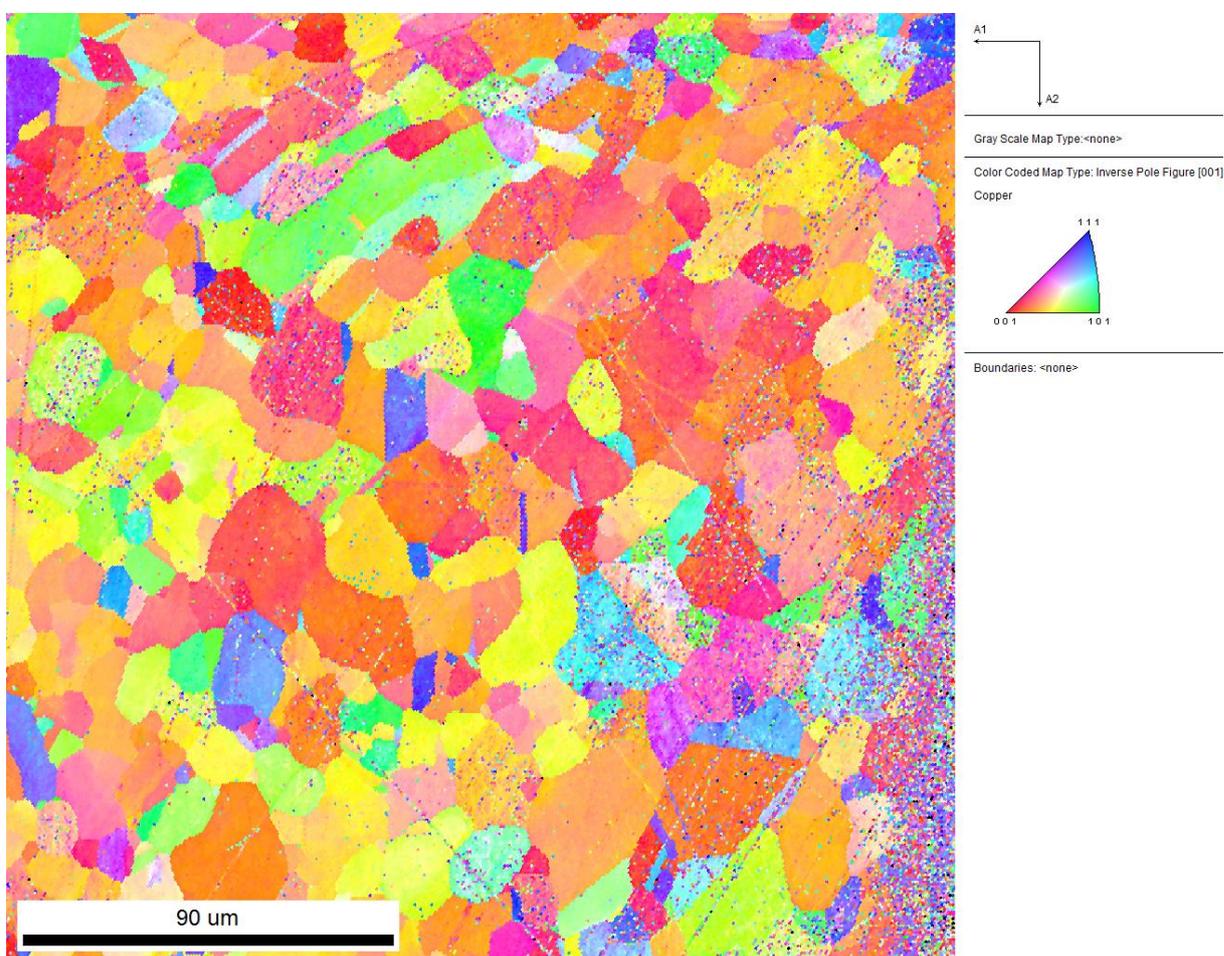


Fonte: Montecinos e Arauco [14].

A Figura 71 ilustra o mapa de orientação obtido pela análise EBSD realizada na transversal da amostra fundida e laminada, com a limpeza de dados. A referência para o mapeamento de orientações é a superfície do tubo e não a superfície polida da

amostra. Ou seja, apesar de a análise ser no corte transversal, os planos indicados são aqueles paralelos à superfície externa do tubo. A região de borda tem sua análise prejudicado devido a um desgaste preferencial da interface amostra-baquelite por conta das grandes diferenças de dureza. A lateral direita da amostra corresponde à superfície externa do tubo, cuja presença de grãos  $\{111\}$  aparenta ser restrita à superfície, com o interior massivamente  $\{100\}$ , como análise DRX elucidou anteriormente. Isso ilustra o gradiente de textura sugerido.

Figura 71: Mapa de orientação de grãos com limpeza para pontos  $CI > 0,1$  sem a substituição, da superfície da transversal da amostra fundida e laminada com aumento de 200x



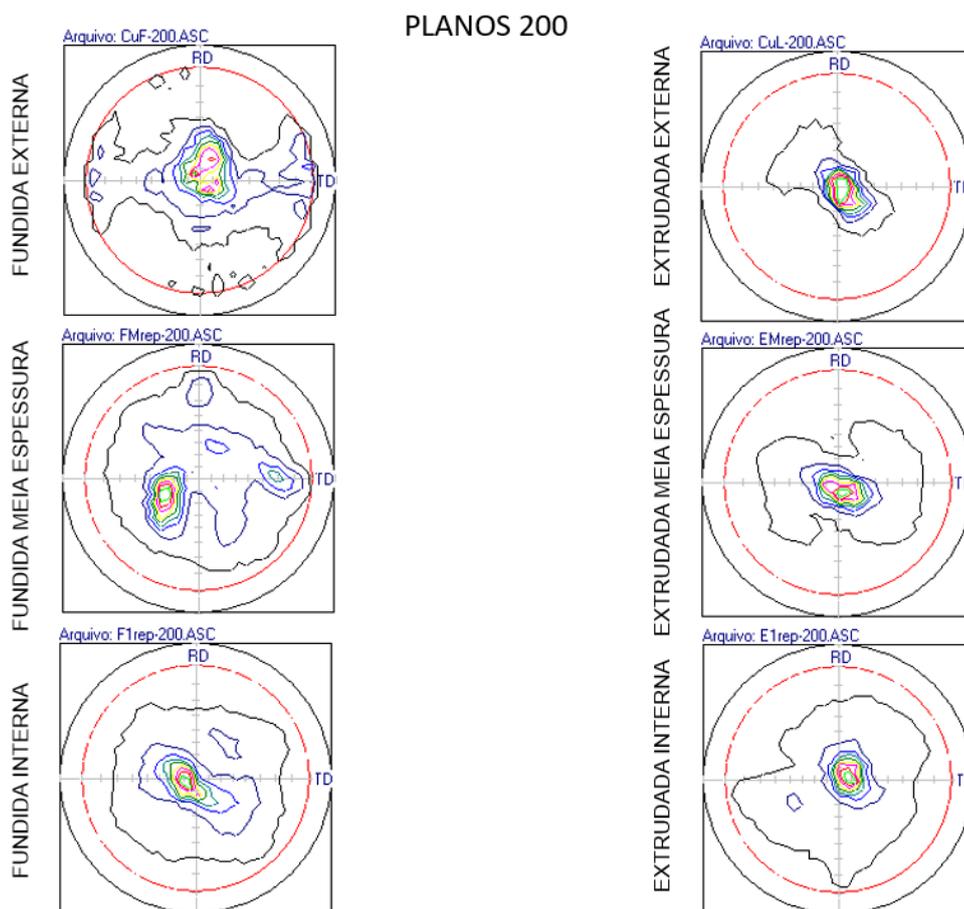
Fonte: OIM Analysis

### 5.3 ANÁLISES COMPARATIVAS

Para elucidar as análises realizadas, as Figuras 72 a 74 representam as comparações das figuras de polo resultantes da difração de raios-x com goniômetro de textura (macrotextura) segundo as famílias de planos entre as amostras com processos de partida pré-laminação de fundição e extrusão

Para a família de planos {200}, a macrotextura revela predominância para a estrutura de partida do extrudado e para o fundido em todos os cortes. É possível perceber que os planos 200 estão mais alinhados com as superfícies externa e interna nos dois casos, sendo para a amostra extrudada muito mais forte.

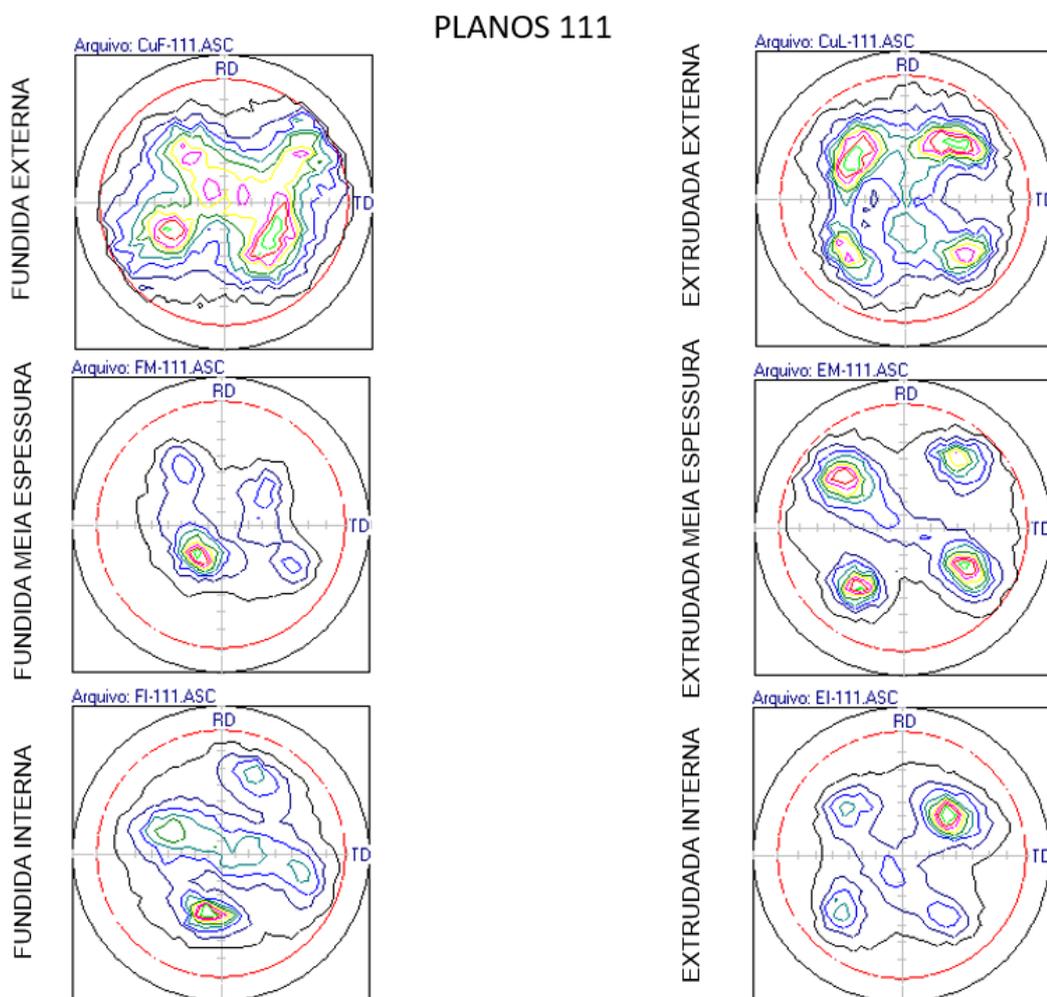
Figura 72: Comparativo figuras de polo com cada corte segundo família de planos {100}



Fonte: Programa de análise PAT cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN] – adaptado.

A Figura 73 ilustra uma comparativa entre as estruturas de partida nos planos {111}, com maior presença na superfície externa para a amostra fundida e com mais famílias na meia espessura da amostra extrudada.

Figura 73 Comparativo figuras de polo com cada corte segundo família de planos {111}

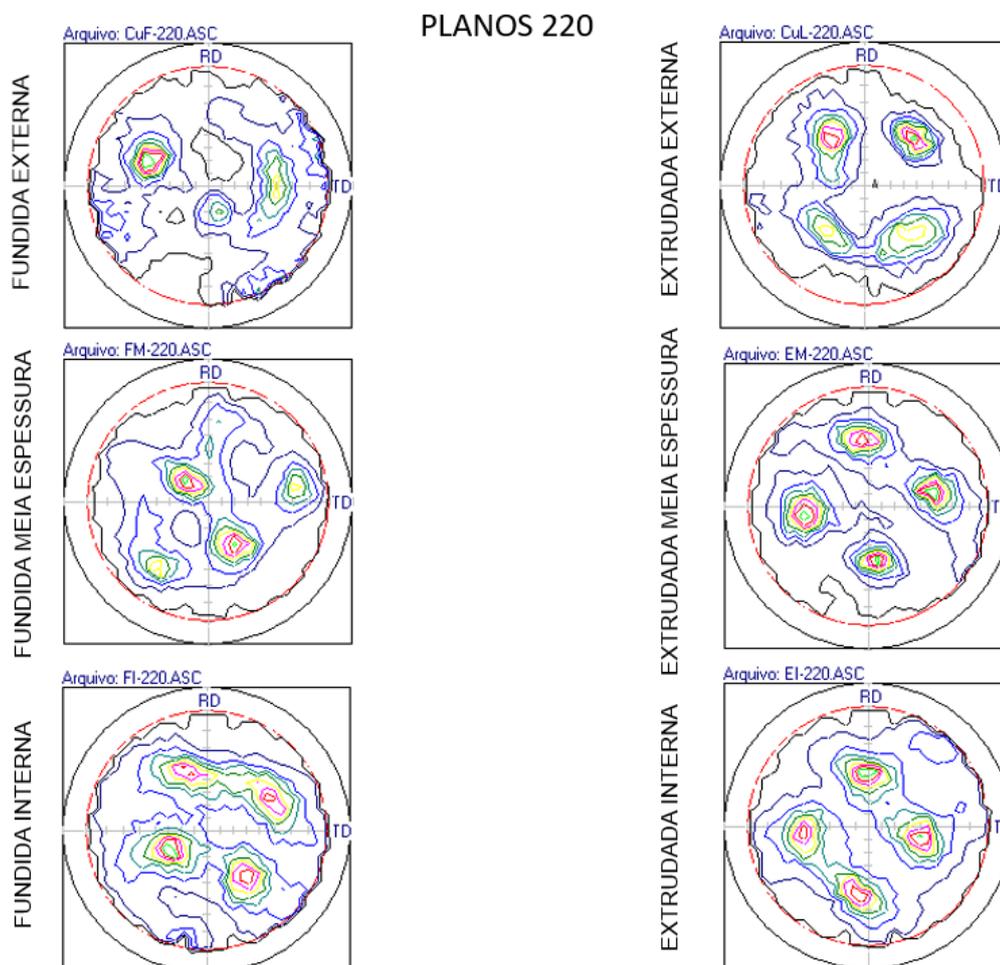


Fonte: Programa de análise PAT cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN] – adaptado.

A Figura 74 ilustra a comparação segundo os planos {220} e é possível identificar maior heterogeneidade nas amostras fundidas em comparação às amostras extrudadas, que aparentemente seguem um padrão. O fato de uma textura ser mais homogênea pode acarretar maior homogeneidade de propriedades relacionadas à textura. Comparando com a microestrutura, a amostra extrudada oferece mais sítios para a ocorrência do *necklacing* durante a recristalização, o que pode sugerir a maior

homogeneidade dos picos e a presença de grãos refinados com tamanho médio de grão ligeiramente menor, como foi evidenciado por Komorita [4].

Figura 74 Comparativo de figuras de polos com cada corte segundo a família de planos {220}



Fonte: Programa de análise PAT cedido por laboratório de difração de raios-X do CCTM – IPEN] – adaptado.

Ao comparar as FDOs obtidas pelo software MTEX® sem forçar simetria, observa-se que a componente cubo de textura é forte e aparece independente do processo anterior à laminação. Essa textura também está associada à total recristalização do cobre durante o processo e indica que a recristalização foi dinâmica e descontínua, como foi explicado por Kamijo et al. [31]

## 6. CONCLUSÕES

A partir das análises realizadas, constatou-se que a simetria utilizada deve ser triclínica, utilizando todo o Espaço de Euler, ou seja, não deve ser forçada simetria ortorrômbica ou qualquer outra.

As FDOs sugerem a presença forte de textura do tipo cubo para todas as amostras laminadas, independente do material de partida. O que pode variar, seria a orientação conforme a superfície, como é sugerido pelas figuras de polo.

Análises DRX com goniômetro de textura e análises EBSD divergiram na superfície externa e a EBSD da superfície transversal mostra que existe um gradiente de textura, sendo  $\{111\}$  restrita à superfície e  $\{100\}$  dominante no interior. Isso corresponde com a estatística de análise de cada estudo, cabendo a DRX maior penetração de feixe e maior alcance de dados.

## 7. REFERÊNCIAS

Citação epígrafe

TOLKIEN, J.R.R. **O Senhor dos Anéis, A Sociedade do Anel**. São Paulo: Martins Fontes, 2ª ed., 2000, p.53.

[1] Anuário Mineral Brasileiro: Principais Substâncias Metálicas / Coord. Geral Wagner Fernandes Pinheiro, Osvaldo Barbosa Ferreira Filho, Carlos Augusto Ramos Neves; Equipe Técnica por Marina Dalla Costa... [et.al.]. Brasília: DNPM, 2018.

[2] ALTAN, T.; OH, S.; GEGEL, H.L. **Conformação de metais: Fundamentos e Aplicações**. Tradução de Reginaldo Teixeira Coelho. São Carlos, EESC:USP, 1999.

[3] GÜNTER, Joseph; KUNDIG, K. Copper: its trade, manufacture, use, and environmental status. **ASM International, Materials Park, OH**, 1999.

[4] KOMORITA, L.S. “Caracterização de Tubos de Cobre 10300 Sob Laminação Planetária”. Trabalho de Formatura, EPUSP, PMT, 2018.

[5] Li, B.; Zhang, S. H.; Zhang, H. Q.; Zhang, G. L. “Microstructure and properties of Copper Tube During Three-Roll Planetary Rolling”. *Journals of Material Engineering and Performance*, vol. 17, pg: 499-505. ASM international. Agosto de 2008.

[6] SHIH, Chih-Kang; HUNG, Chinghua; HSU, Ray-Quen. The finite element analysis on planetary rolling process. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 113, n. 1-3, p. 115-123, 2001.

[7] SHIH, Chih-Kang; HSU, Ray-Quen; HUNG, Chinghua. A study on seamless tube in the planetary rolling process. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 121, n. 2-3, p. 273-284, 2002.

[8] SHIH, Chih-Kang; HUNG, Chinghua. Experimental and numerical analyses on three-roll planetary rolling process. **Journal of materials processing technology**, v. 142, n. 3, p. 702-709, 2003.

[9] H. Li, H. Yang, Z. Zhang, 5.16 - Hot Tube-Forming, Editor(s): Saleem Hashmi, Gilmar Ferreira Batalha, Chester J. Van Tyne, Bekir Yilbas, *Comprehensive Materials Processing*, Elsevier, 2014, Páginas 321-350.

[10] Video informativo denominado: “What is the Mannesmann Seamless Tube-making Process?” Disponível em: [http://geschichte.salzgitterag.com/en/FAQ/Mannesmann\\_Verfahren\\_zur\\_Herstellung\\_nahtloser\\_Stahlrohre/](http://geschichte.salzgitterag.com/en/FAQ/Mannesmann_Verfahren_zur_Herstellung_nahtloser_Stahlrohre/).

[11] Pater, Z.; Kazanecki, J.; Bartnicki, J. Three Dimensional Thermomechanical Simulation of the Tube Forming Process in Diescher’s Mill. *J. Mater. Process. Technol.* 2006, 177 (1–3), 167–170

[12] KONECNA, R.; FINTOVA, S. **Copper and copper alloys**: casting, classification and characteristic microstructure. *Copper and copper alloys: early applications and current performance - enhancing processes*, COLLINI, L. (Ed.), InTech Europe, 2012. 178 p.

[13] OKAMOTO, Toyohiko; HAYASHI, Chihiro; NISHIGUCHI, Masaru. **Piercing rolling for producing rolled material free from surface torsion**. U.S. Patent n. 3,719,066, 6 março. 1973.

- [14] **Matveev, B. N.** Foreign Equipment and Technology - PSW Technology - A Revolution in Seamless Tube Production. *Metallurgist*. 1995, Vol. 39, pp. 67-68.
- [15] SMS Group – Empresa produtora de maquinário para produção e conformação de metais, consultoria e solução em plantas de fábricas. Disponível em: <<http://www.sms-group.com>>. Acessado em: 08/08/2017
- [16] MONTECINOS, R. José; ARAUCO, E. Saul. An investigation into the rolling process of copper tubes. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 95, n. 1-3, p. 139-144, 1999.
- [17] HWANG, Yeong-Maw et al. Analytical and experimental study on the spiral marks of the rolled product during three-roll planetary rolling processes. **International Journal of Machine tools and manufacture**, v. 46, n. 12-13, p. 1555-1562, 2006.
- [18] BLACK, J. Temple; KOHSER, Ronald A. **DeGarmo's materials and processes in manufacturing**. 8ª edição. Editora John Wiley & Sons, 2008.
- [19] HUMPHREYS, Frederick John; HATHERLY, Max. **Recrystallization and related annealing phenomena**. Elsevier, 2012.
- [20] PADILHA, Angelo Fernando; JUNIOR, Fulvio Siciliano. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. ABM, 2005.
- [21] F. Haessener, in: *Recrystallization of Metallic Materials*, edited by F. Haessener, Dr. Riederer Verlag GmbH, Stuttgart, Germany (1978).
- [22] HUANG, K.; LOGÉ, R. E. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. **Materials & Design**, v. 111, p. 548-574, 2016
- [23] RANDLE, Valerie; ENGLER, Olaf. **Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping**. CRC press, 2014.
- [24] BUNGE, H.-J. **Texture analysis in materials science: mathematical methods**. Elsevier, 2013.
- [25] DOHERTY, Roger D. Recrystallization and texture. **Progress in Materials Science**, v. 42, n. 1-4, p. 39-58, 1997.
- [26] TSCHIPTSCHIN, A. P. et al. Textura e Relações de Orientação: Deformação Plástica, Recristalização, Crescimento de grão. **Universidade de São Paulo**, p. 311, 2001.
- [27] BUNGE, H. J.; TOBISCH, J.; SONNTAG, W. The development of the rolling texture in copper measured by neutron diffraction. *Journal of Applied Crystallography*, v. 4, n. 4, p. 303-310, 1971.
- [28] ABBASI, Majid et al. EBSD and reconstruction of pre-transformation microstructures, examples and complexities in steels. *Materials Characterization*, v. 95, p. 219-231, 2014.
- [29] ASTM International. ASTM B-152: Standard Specification for Seamless Copper Tube for Air Conditioning and Refrigeration Field Service. 2018. 9 p.
- [30] KIM, Su-Hyeon et al. Evolution of rolling textures of cold rolled copper foils. *Materials transactions*, p. 0901190645-0901190645, 2009.
- [31] KAMIJO, T. et al. Formation of cube texture in copper single crystals. **Acta metallurgica et materialia**, v. 39, n. 8, p. 1947-1952, 1991.