UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

RENY ANGELA RENZETTI

**Avaliação da estabilidade microestrutural e sua influência nas propriedades magnéticas
do ferro puro severamente deformado**

Lorena – SP
2008

RENY ANGELA RENZETTI

**Avaliação da estabilidade microestrutural e sua influência nas propriedades magnéticas
do ferro puro severamente deformado**

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia
de Lorena da Universidade de São Paulo como
parte das exigências para a obtenção do título de
Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de Concentração: Materiais Metálicos,
Cerâmicos e Poliméricos.

Orientadora: Prof^a Dr^a. Maria José Ramos
Sandim

Lorena – SP
2008

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.

Ficha Catalográfica

Elaborada pela Biblioteca Especializada em Engenharia de Materiais
USP/EEL

Renzetti, Reny Angela

Avaliação da estabilidade microestrutural e sua influência nas propriedades magnéticas do ferro puro severamente deformado. / Reny Angela Renzetti ; orientadora Maria José Ramos Sandim. -- Lorena, 2008.

119 f.: il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo.

1. Ferro puro 2. ECAE. 3. Recristalização 4. Propriedades magnéticas 5. Textura I. Título.

CDU 538.945

Esta Dissertação é dedicada aos meus pais, Valdomiro Renzetti e Josefina Aparecida Pesseti Renzetti, pelo incansável apoio ao longo do período de sua realização.

AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pela concessão da Bolsa de Mestrado.

À Prof^a. Maria José Ramos Sandim pela orientação e pelas valiosas discussões.

Ao Prof. Raúl E. Bolmaro (Instituto de Física de Rosário - Universidade Nacional de Rosário – Argentina) pela colaboração com relação às medidas de textura.

Ao Prof. Maurício Ferrante (DEMa - UFSCar) por deformar as amostras de 1 passe por ECAE.

Ao Prof. Karl T. Hartwig e ao Eng. Robert Barber (Department of Mechanical Engineering - Texas A & M University – USA) por deformar as amostras de 8 passes por ECAE.

Ao Prof. Luis Ghivelder (IF-UFRJ) pela colaboração em relação às medidas de magnetização.

Ao Prof. Paulo R. Rios (EEIMVR-UFF) por disponibilizar o material investigado neste trabalho.

Ao Prof. Dierk Raabe (Max-Planck-Institut für Eisenforschung – Düsseldorf - Alemanha) por disponibilizar o sistema de medidas de EBSD de alta resolução e à Eng^a. Heide Heloise Bernardi (EEL-USP) pela operação desse sistema.

Ao Prof. Fernando J. G. Landgraf (POLI-USP) pelas discussões com relação às medidas de magnetização.

Ao Prof. Miguel J. R. Barboza (EEL/USP) pelas discussões relacionadas ao processo de deformação.

Ao Prof. Carlos Y. Shigue (EEL/USP) pela ajuda nas questões computacionais.

Ao Prof. Hugo Ricardo Z. Sandim (EEL/USP) pelas valiosas discussões ao longo de todo esse trabalho.

À Escola de Engenharia de Lorena – EEL/USP pela oportunidade de realização do Mestrado.

A todos os professores do curso de Mestrado pelos conhecimentos transmitidos.

Aos colegas, amigos e familiares pela compreensão e apoio.

A todos que, mesmo não sendo citados, de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

“É privilégio do verdadeiro gênio e, sobretudo daquele que abre novos rumos, cometer impunemente grandes erros.”

Voltaire

RESUMO

RENZETTI, R. A. **Avaliação da estabilidade microestrutural e sua influência nas propriedades magnéticas do ferro puro severamente deformado.** 2008. 119 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena, Lorena, 2008.

Atualmente existe um considerável interesse no processamento de materiais com estrutura ultrafina de grãos. Estes materiais podem ser obtidos por deformação plástica severa via extrusão por canal angular (*ECAE*). Durante *ECAE*, uma barra lubrificada é pressionada através de uma matriz rígida consistindo de dois canais de mesma seção transversal, os quais se interceptam a um ângulo ϕ . Cisalhamento simples é o mecanismo de deformação predominante e ocorre paralelamente ao plano de intersecção entre os dois canais. Este trabalho enfoca a estabilidade térmica e sua influência sobre as propriedades magnéticas de ferro puro severamente deformado por *ECAE*. Uma barra de ferro puro foi deformada em temperatura ambiente por múltiplos passes de *ECAE* (8 passes), usando uma matriz com ângulo de intersecção $\phi = 90^\circ$, resultando em uma deformação equivalente $\varepsilon_N = 9,2$. Esta barra foi girada de 90° depois de cada passe de extrusão. Amostras da barra deformada foram recozidas em várias temperaturas entre 100 e 800°C , variando-se o tempo de recozimento entre 1 e 120 min. Uma segunda barra de ferro puro foi deformada por um único passe de *ECAE*, com um ângulo $\phi = 120^\circ$, resultando em uma deformação equivalente $\varepsilon_N = 0,67$. Amostras retiradas desta barra foram recozidas em várias temperaturas entre 300 e 800°C por 15 min. Em uma condição correspondente à segunda barra, uma terceira foi deformada sendo o passe de *ECAE* interrompido. A caracterização microestrutural foi efetuada utilizando-se microscopias ótica e eletrônica de varredura, microdureza Vickers e textura via difração de raios X. Curvas de magnetização em função do campo magnético aplicado até cerca de 9 T foram obtidas para amostras representativas da barra deformada por múltiplos passes de *ECAE*. Foram determinados os intervalos de temperatura de recozimento em que ocorrem a recuperação e a recristalização para esta barra e para a barra deformada por um único passe de *ECAE*. Com relação à barra do ensaio interrompido, várias seções do plano normal à direção de extrusão da barra foram analisadas a fim de se investigar a evolução da textura durante extrusão em canal angular. Os resultados foram comparados com aqueles reportados para outros materiais deformados via *ECAE* com estrutura ccc e também com as texturas previstas pelo Modelo Visco-plástico Autoconsistente (do inglês *VPSC model*).

Palavras-chaves: Ferro puro. *ECAE*. Recristalização. Propriedades magnéticas. Textura.

ABSTRACT

RENZETTI, R. A. **Evaluation of thermal stability and its influence on the magnetic properties of severely deformed pure iron.** 2008. 119 f. Dissertation (Master of Science in Materials Engineering) – Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena, Lorena, 2008.

There is considerable current interest in fabricating ultrafine-grained materials. Such materials can be obtained by severe plastic deformation via equal-channel angular extrusion (ECAE). During ECAE, a lubricated billet is pressed through a rigid die consisting of two channels of the same cross section intersecting each other at an angle ϕ . Simple shear is the predominant deformation mechanism and occurs parallel to the intersecting plane of the channels. This work focuses on thermal stability and its influence on the magnetic properties of severely deformed pure iron via ECAE. A billet of pure iron was deformed at room temperature by multiple ECAE passes (8 passes), using a die angle $\phi = 90^\circ$, to a total equivalent strain of $\varepsilon_N = 9.2$. The billet was rotated by 90° after each extrusion pass. Samples of the deformed billet were annealed at several temperatures between 100 and 800°C , varying the annealing time from 1 to 120 min. A second billet of pure iron was deformed using 1-pass ECAE, with $\phi = 120^\circ$, with an equivalent strain of $\varepsilon_N = 0.67$. Samples of this billet were annealed at several temperatures between 300 and 800°C for 15 min. Corresponding to second condition, a third billet was deformed by interrupting the ECAE pass. Microstructural characterization was performed using optical and scanning electron microscopies, Vickers microhardness, and texture measurements via X-ray diffraction. Magnetization curves as a function of applied magnetic field up to 9 T were obtained for representative samples of the billet deformed by multiple ECAE passes. The annealing temperature ranges corresponding to recovery and recrystallization for this billet and 1-pass ECAE billet were determined. Regarding the interrupted 1-pass ECAE billet, several sections normal to the extrusion direction were analyzed in order to investigate the texture evolution during equal channel angular extrusion. The obtained results were compared to those ones found in other deformed bcc materials via ECAE and also by using the visco-plastic self-consistent (VPSC) model to predict the final texture.

Keywords: Pure iron. ECAE. Recrystallization. Magnetic properties. Texture.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1.** (a) Representação esquemática do processamento de uma amostra em uma matriz de ECAE. Os planos marcados como X, Y e Z na amostra deformada são os planos perpendiculares às direções de extrusão, transversal e normal, respectivamente (adaptado de FURUKAWA et al., 2001). (b) e (c) corte esquemático da matriz de ECAE mostrando os ângulos ϕ e ψ . (b) $\psi = 0^\circ$ e (c) $\psi \neq 0^\circ$ (adaptado de IWAHASHI et al., 1996)..... 22
- Figura 2.** Princípio de cisalhamento de um material deformado por ECAE. O cisalhamento simples ocorre entre os elementos 1 e 2, na intersecção dos canais (adaptado de FURUKAWA et al., 2001)..... 23
- Figura 3.** Representação esquemática de quatro diferentes rotas que podem ser utilizadas para mais de uma passagem da amostra na matriz de ECAE (adaptado de FURUKAWA et al., 2001)..... 24
- Figura 4.** Corte esquemático de uma matriz de ECAE mostrando os raios (R) iguais (adaptado de VALIEV; LANGDON, 2006)..... 25
- Figura 5.** Representação esquemática da microestrutura deformada e da subdivisão de grãos: (a) pequena e média deformação; (b) grandes deformações (adaptado de HUGHES; HANSEN, 1997)..... 28
- Figura 6.** A linha cheia representa a curva de magnetização de um material desmagnetizado. A linha pontilhada representa o laço de histerese. H_C , campo coercivo e M_R , magnetização remanente (LACHEISSERIE; GIGNOUX; SCHLENKER, 2005)..... 31
- Figura 7.** Curva de magnetização para o ferro puro monocristalino quando o campo é aplicado ao longo das três direções de alta simetria. M, magnetização e H campo (LACHEISSERIE; GIGNOUX; SCHLENKER, 2005)..... 33
- Figura 8.** Apresentação do pólo {100} de um cristal cúbico em uma projeção estereográfica. (a) cristal no centro da esfera de referência e as normais dos planos {100}; (b) projeção das normais no ponto A; (c) figura de pólo (100). DN, DT e DL são as direções normal, transversal e de laminação, respectivamente. Esses são os eixos de referência adotados para a laminação (adaptado de RANDLE; ENGLER, 2000)..... 35
- Figura 9.** Barra de ferro processada por ECAE após 8 passes via rota B_C. Material antes de ser usinado para retirada de 2 mm de cada face..... 41
- Figura 10.** Barras de ferro puro processadas por ECAE antes de serem usinadas. A barra na parte superior da figura teve o ensaio interrompido durante o primeiro passe e a barra inferior foi extrudada até um passe completo..... 43

Figura 11. Barra de ferro do ensaio interrompido seccionada após a extrusão em canal angular. DE, DN e DT correspondem às direções de extrusão, normal e transversal, respectivamente.....	44
Figura 12. Fluxograma simplificado dos métodos experimentais utilizados para a barra deformada de 8 passes.....	48
Figura 13. Fluxograma simplificado dos métodos experimentais utilizados para as barras do EI e ENI.....	49
Figura 14. Imagem do material de partida da barra 8-B _c obtida utilizando-se um <i>scanner</i> , DT-DN.....	50
Figura 15. Micrografia da região A (Figura 14) do material de partida da barra deformada por 8 passes via rota B _c (MO).....	51
Figura 16. Micrografia da região B (Figura 14) do material de partida da barra deformada por 8 passes via rota B _c (MO).....	51
Figura 17. Micrografia da região C (Figura 14) do material de partida da barra deformada por 8 passes via rota B _c (MO).....	52
Figura 18. Figuras de pólo (110), (112) e (100) obtidas da seção longitudinal do material de partida da barra deformada por 8 passes.....	53
Figura 19. Representação esquemática dos pontos da amostra onde foram realizadas as medidas de microdureza Vickers. DN, direção normal; DT, direção transversal.....	54
Figura 20. Mapa de distribuição de microdureza Vickers gerado a partir dos valores obtidos para a amostra da seção transversal da barra (vide Tabela 3).....	55
Figura 21. Distribuição da deformação plástica equivalente em uma barra próximo ao fim de um passe pela matriz. Comportamento determinado por simulação com o método de elementos finitos (adaptado de LI et al., 2006).....	57
Figura 22. Micrografias obtidas das faces perpendiculares à DE, DN e DT da barra de ferro após a deformação por 8 passes de ECAE (MEV-FEG).....	58
Figura 23. Micrografia da face perpendicular à DE da barra de ferro após a deformação por 8 passes de ECAE (MEV-FEG).....	58
Figura 24. Micrografia da face perpendicular à DT da barra de ferro após a deformação por 8 passes de ECAE. Em destaque está a orientação dos grãos com relação à DE (MEV-FEG).....	59
Figura 25. Micrografia da face perpendicular à DN da barra de ferro após a deformação por 8 passes de ECAE (MEV-FEG).....	59

Figura 26. (a) Mesotextura da face perpendicular à DN do ferro puro deformado por 8 passes de ECAE. Os contornos de alto ângulo estão marcados em preto e os de baixo ângulo em vermelho. (b) histograma da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação.....	61
Figura 27. Resultados do mapeamento de EBSD da amostra de ferro deformado por ECAE, (a) mapeamento das orientações – OM (do inglês <i>orientation map</i>), (b) figura de pólo do grão destacado em (a).....	62
Figura 28. Figuras de pólo (110), (112) e (100) medidas na face perpendicular à direção normal de ferro deformado por ECAE.....	64
Figura 29. Figura de pólo (110) simulada via VPSC para material ccc deformado por ECAE-8-B _c (adaptado de LI; BEYERLEIN, 2005).....	64
Figura 30. Função de distribuição de orientações (ODF) para o ferro puro deformado por 8 passes de ECAE.....	65
Figura 31. Dados obtidos para material ccc deformado por ECAE: (a) resultado experimental, sem as linhas de intensidades 0,80 e 1,00 (b) ODF simulada por VPSC para o material deformado por 8 passes de ECAE via rota B _c (c) ábaco das componentes de textura (adaptado de LI; BEYERLEIN, 2005).....	66
Figura 32. Curvas de amolecimento (microdureza Vickers) e tamanho de grão para as amostras da barra deformada em 8 passes de ECAE, recozidas entre 100 e 800°C por 15 min.....	68
Figura 33. Fração recristalizada do ferro deformado por ECAE tratado em temperaturas entre 100 e 800°C durante 15 min.....	69
Figura 34. Curvas de amolecimento das amostras de ferro tratadas isotermicamente em 300, 400, 450, 500 e 600°C.....	70
Figura 35. Micrografias das amostras de ferro tratadas em 400°C: (a) 15 min e (b) 60 min. A seção analisada corresponde à face DE-DN (MEV – BSE).....	71
Figura 36. Micrografia da amostra de ferro tratada em 500°C por 1 min. A seção analisada corresponde à face DE-DN (MEV-BSE).....	72
Figura 37. Micrografia da amostra de ferro tratada em 600°C por 1 min. A seção analisada corresponde à face DE-DN (MEV – BSE).....	72
Figura 38. (a) Mesotextura do ferro puro deformado por 8 passes de ECAE e recozido em 400°C por 15 min. Os contornos de alto ângulo estão marcados em preto e os de baixo ângulo em vermelho. (b) histograma da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação.....	74
Figura 39. Mapeamento das orientações (OM) da amostra de ferro deformado por 8 passes de ECAE e recozido em 400°C por 15 min.....	75

Figura 40. Figuras de pólo (110), (112) e (100) medidas na face perpendicular à direção normal de ferro deformado por ECAE e tratada termicamente em 600°C por 5 min.....	75
Figura 41. Curvas de M x H obtidas em T = 300°C para o ferro puro deformado por ECAE (8 passes via rota B _c).....	77
Figura 42. Curvas de M x H obtidas para as amostras de ferro puro recozidas. Para comparação, a curva de M x H para a amostra deformada também é mostrada.....	77
Figura 43. Ramo ascendente das curvas de M x H no intervalo de campo aplicado (a) 0 < H < 25000 Oe e (b) 3000 Oe < H < 15000 Oe para as amostras recozidas em diversas temperaturas até 700°C (por 15 min) e também para a amostra no estado deformado.....	78
Figura 44. Micrografia da amostra de ferro deformada por 1 passe, ENI. A seção analisada corresponde à face DN-DE. A seta mostra um grão que apresenta bandas de transição.	81
Figura 45. Micrografia da amostra de ferro deformada por 1 passe, ENI. A seção analisada corresponde à face DE-DN (MEV-EBS).....	81
Figura 46. Micrografia da amostra de ferro deformada por 1 passe, ENI. A seção analisada corresponde a face perpendicular à DT. A região marcada representa um grão que deformou de formas distintas (MEV-EBS).....	82
Figura 47. Mapa de distribuição de microdureza Vickers gerado a partir dos valores da amostra da seção transversal ENI.....	83
Figura 48. Curva de amolecimento para as amostras da barra ENI, recozidas entre 300 e 800°C por 15 min.....	85
Figura 49. Micrografia da amostra de ferro tratada em 500°C por 15 min. A seção analisada corresponde a face perpendicular à DT. A região marcada representa o início do processo de recristalização (MEV-EBS).....	86
Figura 50. Micrografia da amostra de ferro tratada em 800°C por 15 min. A seção analisada corresponde à face perpendicular à DT (MEV-EBS).....	86
Figura 51. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da barra ENI tratada em 800°C por 15 min. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.....	87
Figura 52. Micrografia da seção 1 da amostra EI (vide Figura 11) obtida da face DT-DN.....	89
Figura 53. Micrografia da seção 5 da amostra EI (vide Figura 11) obtida da face DT-DN.....	89

Figura 54. Micrografia da seção 5 da amostra EI (vide Figura 11) obtida no plano DE-DN. Bandas fazendo um ângulo de 60° com a direção de extrusão podem ser observadas.....	90
Figura 55. Barra de ferro do ensaio interrompido com valores de dureza Vickers obtidos ao longo de seu comprimento.....	90
Figura 56. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 1 do material de partida utilizado no ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção de extrusão do ferro deformado por ECAE.....	92
Figura 57. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 5 do ensaio interrompido (após a passagem pelo canal) obtida da face perpendicular à direção de extrusão de ferro deformado por ECAE.....	92
Figura 58. Figura de pólo (110) da face DE-DN de uma barra de ferro deformada por 1 passe de ECAE. Ângulo de intersecção dos canais de 90° (GIBBS et al., 1998).....	93
Figura 59. Barra de ferro EI seccionada após a extrusão em canal angular, juntamente com o corte do cotovelo. DE, DN e DT correspondem à direção de extrusão, normal e transversal, respectivamente.....	93
Figura 60. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 1B do cotovelo do ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.....	94
Figura 61. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 2B do cotovelo do ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.....	94
Figura 62. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 3B do cotovelo do ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.....	95
Figura 63. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 4B do cotovelo do ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.....	95
Figura 64. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 5B do cotovelo do ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.....	96
Figura 65. Figuras de pólo (110) das seções 2, 3 (cotovelo seccionado) e 5, resultantes da deformação do ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.....	96

Figura 66. Simulação via modelo VPSC para a deformação por 1 passe de ECAE em materiais ccc. Figura de pólo (110) mostrando as orientações ideais (símbolos) e as fibras parciais (linhas sólidas), listadas na Figura 31 (adaptado de LI et al.,2006).....	97
Figura 67. Superposição da figura de pólo (110) do ferro deformado por 1 passe de ECAE juntamente com a simulada pelo modelo VPSC.....	98
Figura 68. Simulação via modelo VPSC para o ensaio interrompido de ECAE com ângulo de intersecção dos canais de 120°. As figuras de pólo (100) foram simuladas para o ferro puro.....	99
Figura 69. Figuras de pólo (100) obtidas experimentalmente para o ensaio interrompido de ECAE com ângulo de intersecção dos canais de 120°.....	99
Figura 70. Deslocamento do ponto Q. Uma combinação de deformação e movimento desloca o ponto Q para Q', cujas novas coordenadas são: $x + u$, $y + v$ e $z + w$ (DIETER, 1981).....	112
Figura 71. Exemplo de deslocamento para o cisalhamento simples.....	113
Figura 72. Representação da distorção de um material antes e após a passagem por uma matriz de ECAE (adaptado de VALIEV; LANGDON, 2006).....	113

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Algumas propriedades do ferro- α	37
Tabela 2 - Composição química do ferro de alta pureza utilizado neste trabalho.....	40
Tabela 3 - Valores individuais de microdureza Vickers medidos na face perpendicular à direção de extrusão (DE).....	54
Tabela 4 - Dimensões e fator de desmagnetização das amostras.....	80
Tabela 5 - Valores de microdureza Vickers da amostra do ensaio não-interrompido..	84

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVAS	18
2 REVISÃO DA LITERATURA	20
2.1 EXTRUSÃO POR CANAL ANGULAR	20
2.2 MAGNETISMO	29
2.3 TEXTURA	34
2.4 MOTIVAÇÃO DESSE TRABALHO	37
3 MATERIAIS E MÉTODOS	40
3.1 MATERIAL	40
3.2 EXTRUSÃO EM CANAL ANGULAR (ECAE) A FRIO	40
<u>3.2.1 Extrusão de 8 passes via rota B_C</u>	40
<u>3.2.2 Extrusão de 1 passe</u>	41
3.3 RECOZIMENTO DAS AMOSTRAS	42
3.4 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA	43
3.5 MEDIDAS DE DUREZA E MICRODUREZA VICKERS	45
3.6 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	45
3.7 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD)	46
3.8 MICROSCOPIA ÓTICA (MO)	46
3.9 MEDIDAS DE TEXTURA	47
3.10 MEDIDAS DE MAGNETIZAÇÃO	47
3.11 FLUXOGRAMA SIMPLIFICADO DOS MÉTODOS EXPERIMENTAIS	48
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	50
4.1 MATERIAL DE PARTIDA DA BARRA DEFORMADA POR 8 PASSES VIA ROTA B_C	50

<u>4.1.1 Caracterização microestrutural</u>	50
<u>4.1.2 Textura</u>	52
4.2 FERRO PURO DEFORMADO POR ECAE, 8 PASSES VIA ROTA B _C	53
<u>4.2.1 Material no estado deformado</u>	53
4.2.1.1 Microdureza Vickers	53
4.2.1.2 Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG)	57
4.2.1.3 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)	60
4.2.1.4 Textura	63
<u>4.2.2. Material no estado recozido</u>	67
4.2.2.1 Microdureza Vickers e microscopia eletrônica de varredura (MEV)	67
4.2.2.2 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)	73
4.2.2.3 Textura	75
<u>4.2.3 Medidas de magnetização</u>	76
4.3 FERRO PURO DEFORMADO POR 1 PASSE DE ECAE: ENSAIOS INTERROMPIDO E NÃO-INTERROMPIDO	80
<u>4.3.1 Ensaio não-interrompido</u>	80
4.3.1.1 Material no estado deformado	80
4.3.1.2 Material no estado recozido	84
<u>4.3.2 Ensaio interrompido</u>	88
4.3.2.1 Microscopia ótica (MO) e dureza	88
4.3.2.2 Textura	91

5 CONCLUSÕES	100
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	103
REFERÊNCIAS	104
APÊNDICE I: Dedução da equação utilizada para obtenção da deformação equivalente para o ECAE	110
ANEXO I: Trabalho apresentado no 7º Congresso de Metallurgia y Materiales SAM/CONAMET 2007	114

1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVAS

Materiais com estrutura ultrafina de grãos vêm sendo estudados com bastante atenção devido às suas propriedades mecânicas, causadas, em particular, pelo endurecimento promovido pelo mecanismo de Hall-Petch. Materiais com grãos em escala submicrométrica ou nanométrica podem ser obtidos através de técnicas de deformação plástica severa (do inglês SPD), das quais a extrusão por canal angular (do inglês ECAE) é uma das mais promissoras. Esta técnica é atrativa pela capacidade de se processar grandes quantidades de material sem a mudança da seção transversal do mesmo e ser relativamente barata. O processo de ECAE consiste em pressionar uma barra através de uma matriz composta de dois canais de mesma seção transversal que se interceptam. Historicamente o ECAE foi desenvolvido na antiga União Soviética há mais de 25 anos, mas o processo só recebeu interesse significativo nos últimos 10 anos.

Na literatura são encontrados muitos trabalhos que reportam o comportamento de materiais com estrutura cúbica de face centrada deformados por ECAE. Entretanto, há poucos dados sobre o comportamento de materiais com estrutura cúbica de corpo centrado, dentre eles o ferro puro. Além disso, o estudo do comportamento do ferro puro deformado por ECAE é importante para uma melhor compreensão do processo de deformação que ocorre em aços com estrutura ultrafina de grãos. As informações obtidas a partir do ferro puro podem ser usadas para identificar os efeitos dos elementos de liga no processo de deformação deste material.

Deve-se lembrar que a maioria das ligas ferrosas é processada mediante deformação plástica seguida de recozimento. Por esse motivo o estudo das cinéticas de recuperação e recristalização do ferro puro deformado por ECAE também é um assunto de grande interesse. Por se tratar de um material ferromagnético, a caracterização magnética pode trazer

informações importantes sobre o processo de recuperação deste material, em complementação às medidas de dureza. Em comparação ao estado deformado, há pouca informação na literatura acerca da estabilidade microestrutural em materiais obtidos via ECAE, principalmente para o ferro puro. Além disso, poucos trabalhos reportam sobre a correlação entre microestrutura e propriedades magnéticas de materiais ferromagnéticos puros deformados por extrusão em canal angular.

Neste trabalho de Mestrado foi feito um estudo da estabilidade microestrutural e sua influência nas propriedades magnéticas do ferro puro deformado por ECAE. As técnicas de caracterização microestrutural utilizadas foram: dureza e microdureza Vickers, microscopias ótica e eletrônica de varredura, difração de elétrons retroespalhados e medidas de textura via difração de raios X. Com relação à caracterização magnética foram obtidas curvas de magnetização em função do campo aplicado.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 EXTRUSÃO POR CANAL ANGULAR

Recentemente, um considerável interesse na possibilidade de se processar materiais com grãos ultrafinos, em escala nanométrica ou submicrométrica, através de deformação plástica severa (do inglês SPD) tem sido desenvolvido (AIDA et al., 2001; IWAHASHI et al., 1998). Materiais com estrutura de grãos ultrafinos vêm sendo estudados devido às suas propriedades mecânicas, causadas em particular, pelo endurecimento promovido pelo mecanismo de Hall-Petch (VALIEV; ISLAMGALIEV; ALEXANDROV, 2000). É bem estabelecido que os limites de escoamento e de resistência dos metais podem ser aumentados pela aplicação de deformação plástica severa, mediante a fragmentação da sua microestrutura, com a conseqüente formação de uma elevada fração de contornos de alto ângulo induzidos por deformação plástica (VALIEV, 2004). Porém, com a deformação em temperatura ambiente os materiais severamente deformados apresentam baixa ductilidade e devem ser recozidos para obter um balanço ótimo para conformações mecânicas (PRANGNELL et al., 2004).

Dentre as técnicas de deformação plástica severa a extrusão por canal angular (do inglês ECAE) é uma das mais promissoras. Embora esta técnica não produza grãos menores que aproximadamente 100 nm ela é atrativa por ser relativamente barata e pela capacidade de se processar grande quantidade de material sem mudança da seção transversal do mesmo (AIDA et al., 2001; ZHU; LOWE, 2000). Esta técnica permite também obter material com dimensões suficientes para permitir a realização de ensaios de tração e compressão (VALIEV, 2004). Historicamente, o ECAE foi desenvolvido na antiga União Soviética há mais de 25 anos, mas o processo só recebeu interesse significativo nos últimos 10 anos (FURUKAWA et al., 2001; PRANGNELL; BOWEN; GHOLINIA, 2001; AIDA et al., 2001; ZHILYAEV et al.,

2006). A terminologia associada com o ECAE não é bem definida, o mesmo processo pode ser designado por prensagem por canal angular (do inglês ECAP) e forjamento por canal angular (do inglês ECAF) (FURUKAWA et al., 2001).

No ECAE uma amostra é pressionada através de uma matriz, na qual dois canais de mesma seção transversal se interceptam com um ângulo interno (ϕ) e um ângulo definido pelo arco de curvatura externo da intersecção dos dois canais (ψ) (FURUKAWA et al., 1998; VALIEV; LANGDON, 2006). A Figura 1 (a) ilustra uma amostra sendo processada em uma matriz de ECAE. As Figuras 1 (b) e (c) representam um corte na matriz mostrando um ângulo ϕ qualquer e um ângulo $\psi = 0^\circ$ na Figura 1 (b) e $\psi \neq 0^\circ$ na Figura 1 (c). Como as dimensões da seção transversal da amostra permanecem inalteradas com um passe pelo canal, a mesma pode ser pressionada repetidamente através da matriz para alcançar uma deformação total maior (FURUKAWA et al., 1998; FURUKAWA et al., 2001; ZHU; LOWE, 2000). Entre cada passe consecutivo, é possível girar a amostra em torno do seu eixo longitudinal, criando diferentes rotas de ECAE (ZHU; LOWE, 2000). A alta deformação imposta pelo ECAE é uma consequência do intenso cisalhamento simples que o material sofre na intersecção dos canais da matriz, como ilustrado na Figura 2 (FURUKAWA et al., 2001; GIBBS et al., 1998; VINOGRADOV et al., 2002). Como consequência de repetidas passagens da amostra pelo canal, o cisalhamento pode estar localizado em um plano distinto com relação ao anterior.

Figura 1. (a) Representação esquemática do processamento de uma amostra em uma matriz de ECAE. Os planos marcados como X, Y e Z na amostra deformada são os planos perpendiculares às direções de extrusão, transversal e normal, respectivamente (adaptado de FURUKAWA et al., 2001). (b) e (c) corte esquemático da matriz de ECAE mostrando os ângulos ϕ e ψ . (b) $\psi = 0^\circ$ e (c) $\psi \neq 0^\circ$ (adaptado de IWAHASHI et al., 1996).

Figura 2. Princípio de cisalhamento de um material deformado por ECAE. O cisalhamento simples ocorre entre os elementos 1 e 2, na intersecção dos canais (adaptado de FURUKAWA et al., 2001).

A rota de processamento afeta significativamente o refinamento dos grãos e suas formas, sendo assim, é de interesse encontrar a rota mais eficiente no refinamento dos mesmos (ZHU; LOWE, 2000). Quatro rotas têm sido usadas sistematicamente no estudo do desenvolvimento da microestrutura durante o processamento via ECAE (ZHU; LOWE, 2000; LI; BEYERLEIN, 2005). A Figura 3 ilustra essas quatro rotas para mais de um passe pela matriz de ECAE: rota A, a amostra não é girada; rota B_a, a amostra é girada em 90° alterando-se o sentido de rotação; rota B_c, a amostra é girada em 90° no mesmo sentido e rota C, a amostra é girada em 180° no mesmo sentido (ZHU; LOWE, 2000; FURUKAWA et al., 1998; IWAHASHI et al., 1998).

Figura 3. Representação esquemática de quatro diferentes rotas que podem ser utilizadas para mais de uma passagem da amostra na matriz de ECAE (adaptado de FURUKAWA et al., 2001).

Além da rota de processamento, um outro fator que afeta significativamente a microestrutura do material é o ângulo de intersecção dos canais (ZHU; LOWE, 2000). Furukawa et al. (2001) realizaram uma série de experimentos em alumínio puro usando uma matriz com valores de ϕ entre 90 e 157,5°. Eles demonstraram que uma microestrutura de grãos equiaxiais ultrafinos, separados por contornos de grão tendo uma grande diferença de orientação, é obtida mais facilmente quando o material é deformado em uma matriz com ϕ próximo a 90°. Estudos da estrutura de subgrão, dos contornos de grão e da diferença de orientação para as várias rotas e vários materiais, comprovaram que a rota B_C promove um melhor refinamento de grão (GAZDER et al., 2006). O melhor refinamento da microestrutura é alcançado para a rota B_C e $\phi = 90^\circ$ (ZHU; LOWE, 2000; YAMASHITA et al., 2000).

A deformação sofrida por um material processado por ECAE pode ser dada em termos da deformação equivalente, ϵ_N (IWAHASHI et al., 1996). Esta deformação é dependente dos ângulos ϕ e ψ e do número de passes pela matriz (N) como observado na Equação 1 (AIDA et al., 2001; IWAHASHI et al., 1996). A deformação é estimada assumindo uma total

lubrificação da amostra, de modo que o efeito do atrito pode ser desprezado (VALIEV; LANGDON, 2006).

$$\varepsilon_N = N \frac{\left[2 \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \cos ec\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \right]}{\sqrt{3}} \quad (1)$$

Assumindo um ângulo $\psi = 0^\circ$, o cálculo da deformação verdadeira pode ser simplificado como demonstrado na Equação 2, que encontra-se detalhada no apêndice I (AIDA et al., 2001). Esta equação também é utilizada quando os raios da matriz de ECAE forem iguais (VALIEV; LANGDON, 2006). A representação de uma matriz de ECAE com raios iguais pode ser observada na Figura 4.

$$\varepsilon_N = \frac{2N \cot\left(\frac{\phi}{2}\right)}{\sqrt{3}} \quad (2)$$

Figura 4. Corte esquemático de uma matriz de ECAE mostrando os raios (R) iguais (adaptado de VALIEV; LANGDON, 2006).

O ângulo ψ pouco influencia na deformação imposta na amostra (VALIEV; LANGDON, 2006; AIDA et al., 2001). Para ϕ igual ou maior que 90° qualquer valor de ψ produz uma variação na deformação menor que 5 % (AIDA et al., 2001).

A temperatura de deformação é um outro fator que afeta a microestrutura do material deformado por ECAE. Com um aumento da temperatura de deformação o tamanho dos grãos aumenta, bem como a fração de contornos de baixo ângulo. Esta última pode ser explicada pela alta taxa de recuperação, dependente do material, que conduz a um aumento na aniquilação de discordâncias dentro dos grãos e conseqüentemente uma diminuição no número de discordâncias absorvidas nas paredes de subgrão (YAMASHITA et al., 2000; VALIEV; LANGDON, 2006).

Estudos com Al puro e uma liga Al-1% Mg processados com velocidades de deformação entre 10^{-2} e 10 mm s^{-1} demonstraram que a velocidade de deformação não tem uma influência significativa no tamanho de equilíbrio dos grãos ultrafinos deformados por ECAE, principalmente com o aumento do número de passes ($N > 4$). A velocidade de deformação para o processo de ECAE geralmente encontra-se entre 1 e 20 mm s^{-1} (VALIEV; LANGDON, 2006).

A geração de contornos de alto ângulo em materiais severamente deformados é resultado de dois mecanismos que operam simultaneamente: (i) a extensão de contornos pré-existent e (ii) a geração de novos contornos de alto ângulo formados pela subdivisão dos grãos. O primeiro destes mecanismos simplesmente resulta em uma extensão dos contornos já existentes (PRANGNELL; BOWEN; GHOLINIA, 2001). O segundo mecanismo, ou seja, a geração de novos contornos de grão de alto ângulo é o resultado da combinação de dois fatores: (a) mecanismo microestrutural e (b) mecanismo de textura. De acordo com o mecanismo microestrutural, grãos originais são subdivididos por contornos de discordâncias (densas paredes de discordâncias /microbandas), e a diferença de orientação aumenta com a

deformação (SUN; KAO; CHANG, 2004; HUGHES; HANSEN, 1997). Contornos de alto ângulo gerados por este mecanismo possuem diferença de orientação entre 15 e 30° (SUN; KAO; CHANG, 2004). O mecanismo de textura envolve a subdivisão de grão por blocos de células e a rotação destas subdivisões em diferentes texturas preferenciais durante a deformação (SUN; KAO; CHANG, 2004; HUGHES; HANSEN, 1997). Contornos de alto ângulo gerados por este mecanismo possuem uma extensa gama de diferença de orientação, 20 - 60° (SUN; KAO; CHANG, 2004). A ocorrência destes dois mecanismos depende da orientação do grão e da quantidade e modo da deformação (SUN; KAO; CHANG, 2004). Os mecanismos responsáveis pela formação de contornos de alto ângulo em materiais deformados via ECAE são semelhantes aos descritos por Hughes e Hansen em materiais deformados a frio (SUN; KAO; CHANG, 2004; HUGHES; HANSEN, 1997).

Segundo Hughes e Hansen (1997), durante a deformação plástica de um material a subdivisão dos grãos se dá pela multiplicação das discordâncias e a formação de contornos geometricamente necessários para acomodar as crescentes diferenças de orientação entre os cristalitos. Estes contornos geometricamente necessários são formados por arranjos de discordâncias relativamente complexos. Células de discordâncias com morfologia equiaxial representam os menores volumes desta subdivisão. A diferença de orientação de uma célula para outra é baixa. Numa escala maior, grupos de células de discordâncias são separados por densas paredes de discordâncias e microbandas em pequenas e médias deformações. Com o aumento da deformação, as células de discordâncias tornam-se mais achatadas e as densas paredes de discordâncias e microbandas são substituídas por contornos lamelares. Com um maior aumento da deformação, estes contornos tendem a se alinhar com a direção de deformação e a diferença de orientação entre as regiões delimitadas por esses contornos aumenta (HUGHES; HANSEN, 1997). A Figura 5 mostra esquematicamente a microestrutura e a subdivisão dos grãos descritos acima.

Outros fatores que podem ser significativos para a subdivisão dos grãos no contexto de materiais deformados por ECAE são as bandas de cisalhamento e as maclas de deformação. Em altas deformações, o deslizamento pode estar concentrado nas bandas de cisalhamento. Isto pode conduzir à rotação do material dentro da banda de cisalhamento e criar contornos de alto ângulo adicionais (PRANGNELL; BOWEN; GHOLINIA, 2001; HUGHES; HANSEN, 1997). Maclas também podem dar origem a contornos com grande diferença de orientação (PRANGNELL; BOWEN; GHOLINIA, 2001).

Figura 5. Representação esquemática da microestrutura deformada e da subdivisão de grãos: (a) pequena e média deformação; (b) grandes deformações (adaptado de HUGHES; HANSEN, 1997).

Técnicas de deformação plástica severa, como o ECAE, podem produzir materiais com tamanho de grão na faixa de 100 – 1000 nm. Para um material ser considerado como submicrométrico ou nanocristalino algumas condições devem ser satisfeitas (PRANGNELL; BOWEN; GHOLINIA, 2001):

- O espaçamento médio dos contornos de alto ângulo (contornos de diferença de orientação maior que 15°) deve ser menor que 1 μm , ou 100 nm, em todas as direções e;
- A proporção de área de contornos de alto ângulo em relação à área total de contornos do material deve ser maior que 70%. Tem sido mostrado teórica e experimentalmente, que esta é a fração mínima de área de contornos de alto ângulo necessária para que o material não recristalize de forma descontínua durante o recozimento. Ou seja, nessa condição o material possui uma estrutura de grão estável (PRANGNELL; BOWEN; GHOLINIA, 2001; BELYAKOV; KIMURA; TSUZAKI, 2005).

2.2 MAGNETISMO

O comportamento de materiais magnéticos em um campo magnético aplicado (H_0) é determinado pela origem de seus dipolos magnéticos e pela natureza da interação entre eles. Os principais tipos de magnetismo são o diamagnetismo, paramagnetismo, ferromagnetismo, ferrimagnetismo e antiferromagnetismo. O ferro é considerado um material ferromagnético por apresentar uma alta magnetização (M) induzida por um campo. Esta alta magnetização contribui de forma dominante para a densidade de fluxo magnético (B), dada pela equação 3:

$$B = \mu_0 (H + M) \quad (3)$$

sendo H o campo magnético aplicado e μ_0 a permeabilidade magnética do vácuo ($4\pi 10^{-7}$ H/m) (LACHEISSERIE; GIGNOUX; SCHLENKER, 2005; CHEN, 1986).

Um material ferromagnético é espontaneamente dividido em domínios magnéticos. Cada domínio possui uma magnetização espontânea, mas de domínio para domínio a magnetização não tem a mesma direção. Então, a magnetização resultante de um material ferromagnético pode ser pequena ou até mesmo nula. Os domínios são separados por paredes de domínio. Estas, sobre o efeito de um campo magnético aplicado, se movimentam de modo a aumentar o volume dos domínios que são energeticamente favoráveis. Quando a movimentação das paredes se faz de forma rápida, ou seja, a magnetização aumenta rapidamente com o aumento do campo o material é denominado de ferromagnético mole. Por outro lado, o material é dito ferromagnético duro quando M aumenta lentamente com o aumento de H (LACHEISSERIE; GIGNOUX; SCHLENKER, 2005; CHEN, 1986; PADILHA, 1997).

Quando um material ferromagnético que se encontra desmagnetizado é submetido a um campo, a distribuição dos domínios é modificada, dando origem à curva de magnetização inicial. Esta curva está representada na Figura 6. Com o aumento do campo magnético a magnetização tende a saturar, resultando na magnetização de saturação (M_S). A partir da saturação, à medida que H é reduzido, a curva não retorna ao seu trajeto original. Ou seja, o processo de magnetização não é reversível e, um comportamento histerético é observado, como mostrado na Figura 6. Para H novamente igual a zero, o material possui magnetização não nula, que é denominada de magnetização remanente (M_R). A partir daí, para que a magnetização no interior do material alcance o valor zero, a direção do campo precisa ser revertida e um campo H_C (campo coercivo) deve ser aplicado.

Figura 6. A linha cheia representa a curva de magnetização de um material desmagnetizado. A linha pontilhada representa o laço de histerese. H_C , campo coercivo e M_R , magnetização remanente (LACHEISSERIE; GIGNOUX; SCHLENKER, 2005).

O campo coercivo é freqüentemente utilizado como critério para determinar se um material é ferromagnético mole ou duro, e está fortemente relacionado com a microestrutura do material. Duas importantes características da microestrutura que afetam H_C são: o diâmetro médio dos grãos e a densidade de discordâncias (DUPRÉ et al., 2002; SABLİK, 2001; SABLİK; YONAMINE; LANDGRAF, 2004; SABLİK et al., 2005; MARTÍNEZ-DE-GUERENU et al., 2004). Contornos de grão constituem um obstáculo para a movimentação das paredes de domínios e atuam como centros de aprisionamento das mesmas (DUPRÉ et al., 2002; SABLİK, 2001; SABLİK; YONAMINE; LANDGRAF, 2004). Conseqüentemente, quando o tamanho de grão diminui, o aprisionamento das paredes dos domínios aumenta (DUPRÉ et al., 2002; SABLİK, 2001). Quando a densidade de discordâncias aumenta, ocorre maior interação entre elas formando um forte centro de aprisionamento para as paredes de

domínios, e então impedindo a sua movimentação (DUPRÉ et al., 2002; SABLİK, 2001; HEMMATI; MADAAH HOSSEINI; KIANVASH, 2006). Por exemplo, com uma pequena quantidade de deformação a frio o campo coercivo do ferro puro aumenta de 2 Oe para 4,5 Oe (HEMMATI; MADAAH HOSSEINI; KIANVASH, 2006).

Considerações teóricas indicam que o campo coercivo (H_C) é proporcional à raiz quadrada da densidade de discordâncias (ρ), Equação 4. O campo coercivo é também fortemente afetado pelo tamanho de grão do material (d), sendo dado pela Equação 5 (MARTÍNEZ-DE-GUERENU et al., 2004). Nas equações 4 e 5 k_1 e k_2 são constantes, respectivamente.

$$H_C \approx k_1 \rho^{\frac{1}{2}} \quad (4)$$

$$H_C \approx \frac{k_2}{d} \quad (5)$$

Com relação a um material ferromagnético monocristalino, a curva de magnetização é diferente dependendo da direção em que o campo magnético é aplicado. Ou seja, a magnetização de um material cristalino tende a orientar-se preferencialmente ao longo de direções cristalográficas definidas. Materiais como o ferro que apresentam simetria cúbica possuem três diferentes tipos de eixos de alta simetria, os eixos $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$. A magnetização ao longo do eixo $\langle 100 \rangle$ é a maior e alcança o valor máximo em baixos campos, sendo esta a direção de fácil magnetização. Entretanto, para os eixos $\langle 110 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$ o valor máximo para a magnetização será alcançado em campos mais altos. Este comportamento da magnetização pode ser observado nas curvas de magnetização para o ferro monocristalino apresentadas na Figura 7 (LACHEISSERIE; GIGNOUX; SCHLENKER, 2005; CHEN, 1986).

Figura 7. Curva de magnetização para o ferro puro monocristalino quando o campo é aplicado ao longo das três direções de alta simetria. M, magnetização e H campo (LACHEISSERIE; GIGNOUX; SCHLENKER, 2005).

Com relação à deformação plástica severa, a ênfase dos trabalhos reportados na literatura recai sobre as propriedades mecânicas desses materiais. Em termos comparativos, quando se trata de materiais ferromagnéticos poucos trabalhos reportam sobre a relação entre a microestrutura e as propriedades magnéticas desses materiais, na maioria ligas à base de ferro (STOLYAROV; VALIEV, 1999; STOLYAROV et al., 2001; BITKULOV et al., 2006; KORZNIKOVA et al., 2004). Quando se trata de materiais ferromagnéticos puros esse número é ainda menor (KORZNIKOVA et al., 1999; MULYUKOV; VALEEV; AKHMADEEV, 1995; KORZNIKOVA et al., 1994). Estes trabalhos reportam sobre um aumento considerável do campo coercivo para uma estrutura ultrafina de grãos.

2.3 TEXTURA

A orientação cristalográfica refere-se a como um plano atômico está posicionado no volume de um cristal com relação a uma referência fixa. Esta característica é válida para todos os sólidos que possuem estrutura cristalina. Alguns materiais estão propensos à concentração de certas orientações cristalográficas, desta forma, apresentam orientação preferencial ou textura. A obtenção de textura pode ser feita diretamente por difração de raios-X, nêutrons e elétrons. Ela é mais comumente representada por: figura de pólo, figura de pólo inversa e função de distribuição de orientações (do inglês – ODF) (REED-HILL, 1982; PADILHA; SICILIANO Jr., 2005; KOCKS; TOMÉ; WENK, 1998).

A figura de pólo é uma projeção estereográfica que mostra a distribuição de pólos, ou normais aos planos, de um determinado plano (hkl). Ela é obtida centrando-se uma esfera de raio arbitrário na origem de um sistema de coordenadas. A Figura 8 (a) mostra o pólo {100} de um cristal cúbico em uma projeção estereográfica. Normais ao plano são traçadas até a superfície da esfera. Os pontos formados na superfície são projetados até o ponto A, mostrado na Figura 8 (b). O cruzamento das projeções no plano DL-DT, onde DL é a direção de laminação, dão origem à figura de pólo, Figura 8 (c). A distribuição das normais de muitos planos cristalinos diferentes (hkl) é indicada pela figura de pólo inversa (REED-HILL, 1982; PADILHA; SICILIANO Jr., 2005; KOCKS; TOMÉ; WENK, 1998; RANDLE; ENGLER, 2000).

Figura 8. Apresentação do pólo {100} de um cristal cúbico em uma projeção estereográfica. (a) cristal no centro da esfera de referência e as normais dos planos {100}; (b) projeção das normais no ponto A; (c) figura de pólo (100). DN, DT e DL são as direções normal, transversal e de laminação, respectivamente. Esses são os eixos de referência adotados para a laminação (adaptado de RANDLE; ENGLER, 2000).

A partir de figuras de pólo pode-se obter uma ODF, pois esta não pode ser medida diretamente. A ODF é uma função que especifica a frequência de ocorrência de determinadas orientações em um espaço tridimensional. Este espaço é definido por três ângulos de Euler (φ_1 , ϕ , φ_2), os quais apresentam as rotações necessárias para que o sistema de coordenadas da amostra coincida com o eixo cristalográfico (REED-HILL, 1982; PADILHA; SICILIANO Jr., 2005; KOCKS; TOMÉ; WENK, 1998; RANDLE; ENGLER, 2000).

O termo textura será utilizado neste trabalho de Mestrado para a macrotextura, que é a orientação de dezenas de milhares de grãos. A medida da orientação de cada grão ou de poucos grãos é denominada de microtextura. A mesotextura é dada pela diferença de orientação entre cada grão e seus vizinhos e os contornos de grãos e interfaces entre eles são caracterizados cristalograficamente (PADILHA; SICILIANO Jr., 2005).

Com relação aos estudos com materiais altamente deformados por laminação a frio, sabe-se que um aumento nos contornos de alto ângulo resultando da subdivisão dos grãos é geralmente acompanhado de uma forte evolução da textura. Portanto, considerando-se uma deformação plástica severa, como o ECAE, pode-se esperar uma forte dependência entre a evolução microestrutural e da textura. Então, uma investigação simultânea da evolução da microestrutura e da textura é importante no desenvolvimento da melhor rota de ECAE. Com este propósito, muitos trabalhos têm se dedicado a materiais cúbicos de face centrada (cfc) e poucos têm se dedicado ao estudo de materiais cúbicos de corpo centrado (ccc) (LI et al., 2006). Poucos trabalhos também têm reportado a evolução da textura em um material policristalino deformado por ECAE em um processo interrompido (GAZDER et al., 2006).

O desenvolvimento da textura, responsável pela anisotropia mecânica e física do material, é muito complexo e depende da forma de processamento e das propriedades dos materiais, tais como a estrutura do cristal e a energia de defeito de empilhamento (EDE) (LI et al., 2005). Outros fatores como o atrito e a temperatura podem influenciar a textura do material (PADILHA; SICILIANO Jr., 2005).

2.4 MOTIVAÇÃO DESSE TRABALHO

No presente trabalho investigou-se a estabilidade microestrutural durante o recozimento e sua influência nas propriedades magnéticas do ferro puro deformado por ECAE. Também investigou-se a evolução da textura cristalográfica em uma barra de ferro puro durante a extrusão por canal angular. O ferro é o quarto elemento mais abundante na crosta terrestre, o segundo mais abundante entre os metais e é o metal mais empregado pelo homem (LEE, 1999). Dependendo da temperatura e da pressão, o ferro pode apresentar diferentes fases alotrópicas: α , γ , δ e ϵ . Para as diferentes fases a estrutura cristalina muda: fases α e δ , cúbica de corpo centrado; fase γ , cúbica de face centrada e fase ϵ , hexagonal compacta (CUBBERLY, 1979). Algumas das propriedades do ferro- α estão listadas na Tabela 1:

Tabela 1 - Algumas propriedades do ferro- α .

Parâmetro de rede (20°C)	$2,8665 \cdot 10^{-10} \text{ m}$
Peso atômico	$55,8 \cdot 10^{-3} \text{ kg/mol}$
Densidade (20°C)	7870 kg/m^3
Ponto de fusão	1538°C
Temperatura de transformação de fase α para γ	912°C
Temperatura de transformação de fase γ para δ	1394°C
Energia de Defeito de Empilhamento	320 mJ/m^2

(CUBBERLY, 1979; NILLES; OLSON, 1970)

A motivação para o desenvolvimento desse trabalho é baseada em diversos fatores:

- Em comparação com outros materiais como, por exemplo, alumínio (GHOLINIA; PRANGNELL; MARKUSHEV, 2000; VALIEV; ISLAMGALIEV; ALEXANDROV, 2000;

FURUNO et al., 2004) há poucos dados na literatura sobre o comportamento de ferro puro deformado por ECAE;

- A maioria dos trabalhos que estudam o processo de recristalização em materiais deformados por ECAE tem como foco a microestrutura do material totalmente recristalizado (BELYAKOV; KIMURA; TSUZAKI, 2005). Um dos objetivos desse trabalho é acompanhar o desenvolvimento microestrutural do ferro puro deformado por ECAE desde o processo de recuperação;
- Os processos de recuperação e recristalização causam mudanças na microestrutura dos materiais que, no caso de materiais ferromagnéticos, podem ser estudadas a partir de suas propriedades magnéticas. Em baixas temperaturas de recozimento (recuperação incipiente) e em algumas situações onde a variação da dureza é pequena, pode-se obter informações sobre a evolução microestrutural do material com melhor resolução utilizando-se métodos magnéticos do que testes de microdureza (MARTÍNEZ-DE-GUERENU et al., 2004). Isto decorre do fato de que as propriedades magnéticas dos materiais ferromagnéticos, tais como coercividade e remanência, são influenciadas pela forma como o material foi processado e sua microestrutura (LO; KINSER; JILES, 2003; DUPRÉ et al., 2002; SABLİK; YONAMINE; LANDGRAF, 2004);
- Existe um crescente interesse em aços baixo carbono com grãos ultrafinos processados por ECAE. Este interesse tem sido motivado pelo fato dos aços baixo carbono poderem ser utilizados em muitas aplicações como material estrutural. O comportamento quanto ao mecanismo de deformação dessas ligas não é totalmente entendido, devido à complexidade associada com sua composição química. Então, para uma melhor compreensão do processo de deformação que dá origem a grãos ultrafinos em aços é importante estudar o comportamento do ferro puro (HAN; LAVERNIA; MOHAMED, 2004). Assim, as informações decorrentes do presente trabalho podem ser utilizadas em investigações futuras de aço com grãos

ultrafinos para identificar o efeito da presença de elementos de liga na cinética de recuperação e recristalização do ferro.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

O material utilizado neste trabalho foi ferro de alta pureza, o qual foi fundido pelo processo de fusão sob vácuo e forjado a quente. A microestrutura do material de partida foi caracterizada via microscopia ótica e está descrita no item 4. A composição química do material utilizado encontra-se na Tabela 2. A dureza inicial do material em escala Vickers foi de 86 ± 4 HV-10.

Tabela 2 - Composição química do ferro de alta pureza utilizado neste trabalho.

Composição (% peso)								
C	Mn	P	S	Si	Al	B	N	O
0,0041	0,094	0,0020	0,0015	0,016	0,0020	0,0004	0,0013	0,0165

3.2 EXTRUSÃO EM CANAL ANGULAR (ECAE) A FRIO

3.2.1 Extrusão de 8 passes via rota Bc

O material foi extrudado em uma matriz com canal angular tendo um ângulo de intersecção (ϕ) de 90° e o ângulo de curvatura (ψ) de 0° instalada no Departamento de Engenharia Mecânica da Texas A&M University (Texas - USA). Este foi processado em temperatura ambiente, com 8 passes consecutivos via rota B_C, sem tratamentos térmicos intermediários, sendo a velocidade de extrusão 2,5 mm/s. Para tanto, o material foi usinado mecanicamente apresentando uma seção quadrada de $25 \times 25 \text{ mm}^2$ e comprimento de 170 mm e foi lubrificado com uma graxa à base de MoS₂. Ao final do processo de deformação (8 passes de ECAE), a deformação equivalente do material, ϵ_N , obtida a partir da Equação 1 é $8 \times 1,15$. A Figura 9 mostra a barra metálica ao final do processo.

Figura 9. Barra de ferro processada por ECAE após 8 passes via rota B_C. Material antes de ser usinado para retirada de 2 mm de cada face.

Após a extrusão o material foi novamente usinado, sendo retirado 2 mm de cada uma de suas faces e teve uma de suas extremidades removida devido ao seu aspecto irregular.

3.2.2 Extrusão de 1 passe

Duas barras de ferro puro foram usinadas mecanicamente até ficarem com seção quadrada de 14 x 14 mm² e comprimento de 70 mm. Estas barras foram tratadas termicamente em 600°C por 2 h. Uma das barras foi extrudada em temperatura ambiente até 1 passe completo. A outra teve o ensaio interrompido durante o primeiro passe e a matriz foi desmontada para a retirada da mesma. O material do ensaio interrompido e do ensaio não interrompido serão referenciados no texto como EI e ENI, respectivamente. O ângulo de intersecção do canal e o ângulo de curvatura são ambos iguais a 120°, a velocidade de extrusão foi de 5 mm/min, o raio 8 mm e as barras foram lubrificadas com uma graxa à base de MoS₂. A extrusão foi realizada no Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar). A deformação equivalente do material, ϵ_N , obtida a partir da Equação 2 é 0,67. A Figura 10 mostra as barras de ferro puro após o ensaio

interrompido e o ensaio não-interrompido. A barra EI teve a face perpendicular à direção transversal usinada de 2 mm. A barra ENI foi usinada sendo retirado 2 mm de cada uma de suas faces e teve suas extremidades que se apresentavam irregulares removidas.

3.3 RECOZIMENTO DAS AMOSTRAS

Após usinagem da barra deformada até 8 passes, de sua parte central foram retiradas amostras na forma de cubos com aresta de 5 mm. Para isso foi utilizada uma cortadeira ISOMET 1000 da Buehler com baixa velocidade e disco diamantado. Os cubos foram decapados com ácido nítrico, submetidos à ação do ultra-som por 5 min e, em seguida, encapsulados à vácuo em tubos de quartzo. Após encapsulamento, os cubos foram tratados de forma isócrona durante 15 min nas temperaturas de 100, 200, 300, 400, 450, 500, 600, 700 e 800°C, em um forno resistivo tubular da Lindberg-Blue. Para as temperaturas de 300, 400, 450, 500 e 600°C foram também realizados tratamentos térmicos para tempos de recozimento variando entre 1 e 120 min. Nesse caso, para os tratamentos em tempos curtos, as amostras foram decapadas e tratadas em uma barca de alumínio para garantir uma melhor homogeneidade da temperatura em todo seu volume. Para os demais tempos, as amostras foram decapadas e encapsuladas em tubos de quartzo.

Amostras da barra ENI foram tratadas termicamente de forma isócrona durante 15 min nas temperaturas de 300, 400, 500, 600, 700 e 800°C, em um forno resistivo tubular da Lindberg-Blue. As amostras foram retiradas da seção longitudinal (parte central) da barra com a utilização de uma cortadeira ISOMET 1000 da Buehler com baixa velocidade e disco diamantado. Os procedimentos que precederam o tratamento térmico foram análogos aos descritos para o tratamento isócrono da barra deformada por 8 passes.

Figura 10. Barras de ferro puro processadas por ECAE antes de serem usinadas. A barra na parte superior da figura teve o ensaio interrompido durante o primeiro passe e a barra inferior foi extrudada até um passe completo.

3.4 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

Como dito anteriormente, da barra deformada até 8 passes de ECAE foram retiradas amostras na forma de cubos. Desta barra também foi retirada uma amostra de sua seção transversal ($\sim 22 \times 22 \text{ mm}^2$). As amostras na forma de cubo do estado deformado, bem como as amostras recozidas foram embutidas a quente em resina fenólica. Em seguida, as amostras embutidas e a amostra da seção transversal foram lixadas e polidas. Para a etapa de polimento, utilizou-se um feltro OPCHEM e solução de polimento OP-S (Struers). É válido salientar que as amostras tratadas em uma barca de alumínio tiveram aproximadamente 1 mm de espessura retirada na etapa de lixamento. Isso foi feito para garantir a remoção da região oxidada durante o tratamento térmico. Durante o embutimento das amostras teve-se o cuidado de diferenciar as faces perpendiculares às direções de extrusão, normal e transversal. Para melhor revelar a microestrutura do material, as amostras foram submetidas a um ataque químico

(nital 3%) utilizando-se 50 ml de álcool etílico comercial e 1,5 ml de ácido nítrico (Merk). A duração do ataque químico variou de 5 a 10 s, dependendo da amostra. Após o ataque as amostras foram lavadas em água corrente e posteriormente submetidas à ação do ultra-som com álcool etílico comercial por 10 min.

A barra EI teve uma das faces perpendiculares à direção transversal usinada de 2 mm e em seguida esta face foi lixada. Posteriormente, essa barra foi seccionada em 7 partes perpendicularmente à direção de extrusão, como mostrado na Figura 11. As direções marcadas na figura como DN, DE e DT correspondem às direções normal, de extrusão e transversal, respectivamente. As faces perpendiculares às direções de extrusão e transversal das amostras, marcadas de 1 a 5 na Figura 11, foram lixadas e polidas. Medidas de textura foram obtidas a partir das faces perpendiculares à DE. As faces perpendiculares à direção transversal foram utilizadas para obtenção de micrografias.

Com relação à barra ENI, amostras do estado deformado e recozidas de forma isócrona foram preparadas metalograficamente de modo a se analisar a face perpendicular à DT. Da mesma barra também foi retirada uma amostra da seção transversal ($\sim 10 \times 10 \text{ mm}^2$). Essas amostras foram lixadas e polidas conforme procedimento descrito para as amostras obtidas a partir da barra de 8 passes.

Figura 11. Barra de ferro do ensaio interrompido seccionada após a extrusão em canal angular. DE, DN e DT correspondem às direções de extrusão, normal e transversal, respectivamente.

3.5 MEDIDAS DE DUREZA E MICRODUREZA VICKERS

Após a preparação metalográfica foram feitas medidas de microdureza Vickers nas amostras obtidas do material deformado por 8 passes. Nas amostras em forma de cubo foram realizadas 10 medidas de microdureza com uma carga de 200 g durante 30 s, na face do cubo perpendicular à DN. Na amostra da seção transversal foram realizadas 256 medidas de microdureza com as condições descritas acima. As medidas de microdureza foram obtidas utilizando-se um microdurômetro Buhler modelo Micromet 2004. Um total de 225 medidas de microdureza Vickers também foram realizadas na amostra da seção transversal da barra ENI. Para as amostras retiradas dessa barra e tratadas de forma isócrona foram realizadas 10 medidas de microdureza.

Com relação à barra EI, antes da barra ser seccionada em 7 partes foram feitas medidas de dureza Vickers ao longo do seu comprimento (em uma das faces perpendiculares à direção transversal). Neste caso foi utilizado um durômetro Reicherter tipo BVR 187,5 H.

3.6. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

A caracterização microestrutural da amostra no estado deformado por 8 passes foi realizada usando-se um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução JEOL modelo JSM-6500F. Este microscópio está equipado com um canhão de emissão de campo (*field emission gun*) e encontra-se instalado no Max-Planck-Institut für Eisenforschung (MPI-E) em Düsseldorf na Alemanha. As imagens foram obtidas das faces perpendiculares à DE, DN e DT utilizando-se um detector de elétrons retroespalhados e tensão de aceleração de 15 kV.

As amostras da barra deformada por 8 passes no estado recozido tiveram sua microestrutura caracterizada com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura LEO

modelo 1450VP instalado no DEMAR/EEL-USP. As imagens foram geradas no modo de elétrons retroespalhados (BSE) com resolução de 1024 x 768 *pixels*. Este microscópio possui filamento de tungstênio e a tensão de aceleração utilizada foi de 20 kV. Amostras da barra do ensaio não-interrompido nos estados deformado e recozido também foram caracterizadas via MEV.

3.7 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD)

A determinação da microtextura e mesotextura das amostras deformada e recozida a 400°C por 15 min, ambas do ensaio de 8 passes, foram determinadas com o auxílio da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD – *Electron Backscatter Diffraction*). Para tanto, foi utilizado um sistema de EBSD acoplado a um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução JEOL modelo JSM-6500F equipado com um canhão de emissão de campo. Os dados das medidas de EBSD foram indexados e analisados com o auxílio de um software da TSL versão 5.0.

3.8 MICROSCOPIA ÓTICA (MO)

As amostras do ensaio interrompido foram caracterizadas via microscopia ótica. Foram obtidas imagens das faces perpendiculares à DE e DT de algumas das amostras, marcadas de 1 a 5 na Figura 11. Uma amostra do ensaio não interrompido no estado deformado também teve a face perpendicular à DT caracterizada. Para tanto, utilizou-se um microscópio ótico Leica modelo DM IRM com uma câmera analógica Samsung modelo SCC 131 acoplada a um analisador de imagem Leica Qwin. Para a aquisição e o processamento das imagens foi utilizado o *software* QWin 2.3.

3.9 MEDIDAS DE TEXTURA

Inicialmente foi obtida a textura do material de partida da barra deformada por 8 passes via rota B_C. A textura para o material após a deformação por ECAE foi obtida nos estados deformado e recozido, para a face perpendicular à DE. Para o material do ensaio interrompido foi analisada a evolução da textura nas amostras marcadas de 1 a 5 na Figura 11. Uma amostra totalmente recristalizada do ensaio não interrompido também foi avaliada. As figuras de pólo foram obtidas por difração de raio-X em um equipamento MPD Philips, instalado no Instituto de Física de Rosário, Argentina. Para tanto foi utilizada radiação CuK_α (40 kV, 20 mA) com passo de 5°. Para o processamento das figuras de pólo foi utilizado o *software* popLA.

3.10 MEDIDAS DE MAGNETIZAÇÃO

Amostras representativas do material deformado por 8 passes foram cortadas na forma de um disco com diâmetro 3,0 mm e comprimento 0,9 mm, aproximadamente. Os discos foram cortados de modo a serem coincidentes o eixo longitudinal do disco e a direção de extrusão. Para estas amostras foram obtidas curvas de magnetização para campo aplicado paralelamente ao eixo longitudinal do disco de até 9,0 T, em temperatura ambiente. Essas medidas foram realizadas utilizando-se um sistema PPMS (*Physical Properties Measurement System*) da Quantum Design, instalado no Instituto de Física da UFRJ.

3.11 FLUXOGRAMA SIMPLIFICADO DOS MÉTODOS EXPERIMENTAIS

Os procedimentos experimentais realizados neste trabalho estão sumarizados nos fluxogramas mostrados nas Figuras 12 e 13. A Figura 12 é um fluxograma referente aos métodos utilizados para a barra deformada por 8 passes. Na Figura 13 estão simplificados os métodos utilizados no EI e ENI.

Figura 12. Fluxograma simplificado dos métodos experimentais utilizados para a barra deformada de 8 passes.

Figura 13. Fluxograma simplificado dos métodos experimentais utilizados para as barras do EI e ENI.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 MATERIAL DE PARTIDA DA BARRA DEFORMADA POR 8 PASSES VIA ROTA

B_C

4.1.1 Caracterização microestrutural

O material de partida da barra deformada por 8 passes de ECAE via rota B_C (ECAE-8-B_C) apresentou uma estrutura de grãos bastante heterogênea. As regiões marcadas com A, B e C na Figura 14, obtida utilizando-se um *scanner*, possuem estruturas diferentes entre si. Estas regiões foram caracterizadas separadamente com a utilização de um microscópio ótico, como mostrado nas Figuras 15-17. Essas figuras mostram como a estrutura de grãos é heterogênea, a qual é constituída de grãos recristalizados da ordem de 300-500 µm e também de grãos alongados amolecidos por recuperação. Para o cálculo do tamanho de grão foi utilizado o método do intercepto linear seguindo a norma da ASTM E-112.

Figura 14. Imagem do material de partida da barra 8-B_C obtida utilizando-se um *scanner*, DT-DN.

Figura 15. Micrografia da região A (Figura 14) do material de partida da barra deformada por 8 passes via rota B_C (MO).

Figura 16. Micrografia da região B (Figura 14) do material de partida da barra deformada por 8 passes via rota B_C (MO).

Figura 17. Micrografia da região C (Figura 14) do material de partida da barra deformada por 8 passes via rota B_C (MO).

4.1.2 Textura

Foram obtidas figuras de pólo (110), (112) e (100) do material de partida da barra deformada por ECAE-8- B_C . A textura do material é fraca, como pode ser observado na Figura 18. Para a análise da textura é necessário fazer uma normalização da intensidade de orientações. Esta normalização é feita com um padrão que possui textura aleatória à qual é atribuída intensidade 1,00. Assim, as intensidades menores que 1,00 devem ser desconsideradas dos resultados obtidos experimentalmente.

Figura 18. Figuras de pólo (110), (112) e (100) obtidas da seção longitudinal do material de partida da barra deformada por 8 passes.

4.2 FERRO PURO DEFORMADO POR ECAE, 8 PASSES VIA ROTA B_C

4.2.1 Material no estado deformado

4.2.1.1 Microdureza Vickers

A Figura 19 ilustra de forma esquemática os pontos da amostra, retirada da seção transversal da barra de ferro puro deformada por ECAE-8-B_C, onde foram efetuadas as medidas de microdureza Vickers. A distância entre um ponto e outro é de aproximadamente 1,3 mm. A Tabela 3 contém esses valores de microdureza Vickers. O valor médio de microdureza encontrado foi 251 ± 6 HV e os valores máximo e mínimo foram 262 HV e 236 HV, respectivamente.

Com os valores da Tabela 3, gerou-se um mapa de distribuição de microdureza na face perpendicular à DE, como pode ser observado na Figura 20. Analisando-se a Tabela 3 e a Figura 20 observou-se que não há uma grande variação nos valores de microdureza.

Figura 19. Representação esquemática dos pontos da amostra onde foram realizadas as medidas de microdureza Vickers. DN, direção normal; DT, direção transversal.

Tabela 3 - Valores individuais de microdureza Vickers medidos na face perpendicular à direção de extrusão (DE).

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
1	243	255	255	259	241	242	254	259	246	252	248	254	252	246	246	243
2	241	243	257	250	256	251	240	248	245	243	241	240	250	239	240	243
3	247	255	256	257	245	257	250	249	252	245	240	249	257	245	240	246
4	253	249	257	250	245	246	246	251	251	250	248	245	252	242	254	241
5	256	247	257	259	250	246	249	259	256	243	247	240	251	248	240	241
6	259	261	253	258	254	256	245	255	255	252	258	256	251	250	246	250
7	245	256	259	254	258	250	250	259	254	249	261	250	248	249	255	248
8	243	242	253	250	258	255	257	252	255	256	247	251	250	255	255	250
9	245	251	258	258	260	250	253	246	257	248	248	261	252	256	250	251
10	256	259	257	250	254	253	257	255	246	249	261	248	258	251	250	248
11	253	256	248	254	256	247	255	248	255	259	252	262	256	250	246	250
12	256	257	252	253	243	248	250	248	245	248	250	248	247	246	246	254
13	255	245	252	250	250	253	247	259	258	256	251	250	250	259	256	240
14	246	250	252	250	248	254	254	253	241	253	254	252	247	249	240	246
15	249	250	251	251	248	255	254	250	256	248	253	248	243	246	249	242
16	251	250	243	253	256	243	240	254	254	254	261	257	241	240	243	236

Figura 20. Mapa de distribuição de microdureza Vickers gerado a partir dos valores obtidos para a amostra da seção transversal da barra (vide Tabela 3).

É válido salientar que a amostra original foi usinada mecanicamente retirando-se 2 mm de cada lado com o intuito de reduzir o efeito do atrito com o canal da matriz sobre as medidas efetuadas.

Medidas de microdureza Vickers também foram realizadas nas amostras em forma de cubo retiradas da região central da barra deformada. As medidas foram realizadas nas faces perpendiculares à DE, DN e DT, e os valores encontrados foram 250 ± 4 HV, 248 ± 4 HV e 249 ± 4 HV, respectivamente. O valor médio das medidas de microdureza nessas amostras é de 249 ± 4 HV e, portanto, não há uma diferença significativa entre os mesmos e o valor médio da microdureza da amostra de seção transversal da barra (251 ± 6 HV).

Com base nos resultados de microdureza obtidos inferiu-se que o material analisado neste trabalho apresenta uma estrutura relativamente homogênea. Neste ponto da discussão é interessante comparar esse resultado com o que é reportado na literatura.

Li et al. (2006) através de simulações de ECAE em um aço IF, utilizando o método de elementos finitos (FE), mostraram a distribuição da deformação plástica de von Mises. A Figura 21 mostra a distribuição da deformação plástica na barra após um passe pelo canal. Ela indica que as extremidades da barra (regiões A, B e C na Figura 21) deformam plasticamente menos que a região central (regiões D e E na Figura 21). Com base nessas informações, as extremidades da barra investigada neste trabalho foram descartadas. Na Figura 21, observa-se também que a deformação na região central, ao longo da linha X-X', é mais ou menos uniforme. Porém, uma variação ao longo da espessura, linha Y-Y', é mais significativa. Isto ocorre porque na região de intersecção dos canais da matriz a distribuição da deformação plástica equivalente não é uniforme. Ela é mais intensa no canto interno (região F na Figura 21) do que no externo.

Xu et al. (2005) estudaram o comportamento do alumínio puro e suas ligas deformados por ECAE via rota B_C após 1 a 8 passes. Eles avaliaram a homogeneidade da microestrutura na seção transversal das barras utilizando medidas de microdureza Vickers. Como resultado, obtiveram um material com uma microestrutura heterogênea após um passe pelo canal e um material mais homogêneo conforme aumentava o número de passes. O material deformado por um passe apresentou menores valores de microdureza na região externa de intersecção dos canais conhecidos como zona morta (*dead zone*). A zona morta ocorre quando $\psi = 0$, e é caracterizada pela falta de contato da barra com as paredes dos canais (XU et al., 2005). Em suma, os resultados relativos às características microestruturais da região central de materiais deformados por ECAE reportados nas referências (LI et al., 2006; XU et al., 2005) são compatíveis com os obtidos nesse trabalho.

Figura 21. Distribuição da deformação plástica equivalente em uma barra próximo ao fim de um passe pela matriz. Comportamento determinado por simulação com o método de elementos finitos (adaptado de LI et al., 2006).

4.2.1.2 Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG)

A Figura 22 mostra a microestrutura do ferro puro após o processo de deformação. As micrografias foram obtidas das faces perpendiculares às direções de extrusão, normal e transversal utilizando-se MEV de alta resolução. A rota B_C, utilizada neste trabalho, consiste em girar 90° a barra em torno do seu eixo longitudinal após cada passe. Assim, na Figura 22 o cubo representa a barra no final de 8 passes de ECAE. Nas Figuras 23-25 são mostradas separadamente as micrografias das faces do cubo (Figura 22). Analisando-se a face perpendicular à DE, Figura 23, foi possível observar que grande parte dos grãos possuem morfologia equiaxial. Por outro lado, a face perpendicular à DT, mostrada na Figura 24, possui grãos alongados e orientados aproximadamente a 45° com a DE. A orientação dos grãos com a DE coincide com a orientação do cisalhamento, que para uma matriz com $\phi = 90^\circ$ é de 45° (ver revisão da literatura). Grãos com morfologia equiaxial e alongada foram observados na face perpendicular à DN, com mostrado na Figura 25.

Figura 22. Micrografias obtidas das faces perpendiculares à DE, DN e DT da barra de ferro após a deformação por 8 passes de ECAE (MEV-FEG).

Figura 23. Micrografia da face perpendicular à DE da barra de ferro após a deformação por 8 passes de ECAE (MEV-FEG).

Figura 24. Micrografia da face perpendicular à DT da barra de ferro após a deformação por 8 passes de ECAE. Em destaque está a orientação dos grãos com relação à DE (MEV-FEG).

Figura 25. Micrografia da face perpendicular à DN da barra de ferro após a deformação por 8 passes de ECAE (MEV-FEG).

4.2.1.3 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

A mesotextura da face perpendicular à DN do ferro puro após a deformação por ECAE-8- B_C está representada na Figura 26 (a). Os contornos de alto ângulo ($\geq 15^\circ$) estão marcados em preto na figura e os de baixo ângulo ($<15^\circ$) em vermelho. A média do espaçamento entre os contornos de alto ângulo medido pelo método do intercepto linear é de aproximadamente 650 ± 120 nm. Entretanto, o material apresenta regiões mais fragmentadas onde os grãos são um pouco maiores que 200 nm. Estes resultados são compatíveis com os obtidos na literatura por Han, Lavernia e Mohamed (2004) que investigaram o ferro puro deformado por ECAE-8- B_C . Eles relataram a presença de alguns grãos alongados que excediam o comprimento de 500 nm juntamente com a presença de grãos menores. Na Figura 26 (a) também é possível observar que os contornos de baixo ângulo são mais frequentes dentro dos grãos alongados. De acordo com Hughes e Hansen (1997), em altas deformações as estruturas alongadas contêm algumas células, que estão dispostas principalmente ao longo de seu comprimento.

A partir da mesotextura também é possível determinar a fração dos contornos de baixo e alto ângulo. Embora a técnica de EBSD apresente uma limitação da resolução angular (diferenças de orientação menores que 2° não são computadas (SANDIM et al., 2007)), a literatura (MISHIN; JUUL JENSEN; HANSEN, 2003) tem reportado uma boa concordância entre os resultados obtidos por esta técnica e por microscopia eletrônica de transmissão (MET). Na Figura 26 (b) é apresentado um histograma contendo a distribuição dos contornos em termos do ângulo de orientação. A fração de contornos de alto ângulo obtida para o ferro deformado por ECAE-8- B_C foi de 56%. De acordo com o proposto por Prangnell, Bowen e Gholinia (2001), para um material ser considerado submicrométrico a fração de contornos de alto ângulo deve ser maior que 70%.

(a)

(b)

Figura 26. (a) Mesotextura da face perpendicular à DN do ferro puro deformado por 8 passes de ECAE. Os contornos de alto ângulo estão marcados em preto e os de baixo ângulo em vermelho. (b) histograma da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação.

Este é o valor necessário para que o material durante tratamento térmico recristalize de forma contínua. Considerando-se o tamanho de grão e a fração de contornos de alto ângulo obtida neste trabalho e o proposto por Prangnell, Bowen e Gholinia (2001) foi possível concluir que

Figura 27. Resultados do mapeamento de EBSD da amostra de ferro deformado por ECAE, (a) mapeamento das orientações – OM (do inglês *orientation map*), (b) figuras de pólo do grão destacado em (a).

o ferro puro deformado por ECAE-8- B_C usando-se rota B_C não apresenta uma estrutura com grãos submicrométricos.

Ainda com relação à face perpendicular à DN, foram obtidos dados relativos à microtextura. As diferentes cores na Figura 27 (a) indicam áreas com diferentes orientações cristalográficas. Utilizando-se o triângulo de orientações da figura pode-se observar que, para um dado grão existe certa variação em torno de uma direção específica. Como exemplo, a Figura 27 (b) mostra as figuras de pólo (001), (111) e (011) obtidas para o grão em destaque

na Figura 27 (a). Esta mudança gradual de orientação está relacionada com a subdivisão dos grãos durante o processo de deformação. A subdivisão dos grãos é um dos mecanismos responsáveis pela geração de contornos de alto ângulo (HANSEN; HUGHES, 1997).

4.2.1.4 Textura

Em materiais que possuem estrutura cúbica de corpo centrado (ccc), a deformação plástica é acomodada através da ativação de sistemas de deslizamento típicos $\{110\}\langle 111 \rangle$ e $\{112\}\langle 111 \rangle$ (LI et al., 2006). Com base nesta informação, foram obtidas figuras de pólo (110), (112) e (100) para o material deformado por 8 passes, como pode ser observado na Figura 28. A textura obtida para o material deformado é fraca, estando de acordo com o que foi reportado por Li e Beyerlein (2005) em seus trabalhos com materiais de estrutura ccc deformados por ECAE via rota B_C. A Figura 29 é uma simulação realizada por Li e Beyerlein (2005) utilizando-se o modelo VPSC. Nela está apresentada a figura de pólo (110) que apresenta uma boa concordância com a correspondente figura de pólo obtida experimentalmente nesta Dissertação.

A partir das figuras de pólo gerou-se a função de distribuição de orientações (ODF) utilizando-se o *software* MTM-FHM, desenvolvido por P. Van Houtte. A ODF foi obtida para valores constantes de ϕ_2 , Figura 30. Para comparação, as Figuras 31 (a) e (b) mostram a ODF para $\phi = 45^\circ$ obtida: (a) experimentalmente e (b) por simulação por Li e Beyerlein (2005), para um material de estrutura ccc após deformação por 8 passes de ECAE, via rota B_C. As componentes de textura identificadas estão listadas na Figura 31 (c). A partir das Figuras 31 (a) e (b) observou-se novamente uma boa concordância entre os resultados obtidos por simulação por Li e Beyerlein (2005) e os obtidos neste trabalho.

Figura 28. Figuras de pólo (110), (112) e (100) medidas na face perpendicular à direção normal de ferro deformado por ECAE.

Figura 29. Figura de pólo (110) simulada via VPSC para material ccc deformado por ECAE-8-B_c (adaptado de LI; BEYERLEIN, 2005).

Figura 30. Função de distribuição de orientações (ODF) para o ferro puro deformado por 8 passes de ECAP.

(a)

(b)

Notação	Ângulo de Euler			Índices de Miller			Orientação das fibras
	φ_1	ϕ	φ_2	DN (aproximado)	DE (aproximado)	DT	
D_{10}	99.74/279.74	45	0	$[\bar{8}\bar{1}1]$	$[1\bar{4}4]$	$[1\bar{1}0]$	$\langle 111 \rangle_\theta$
	9.74/189.74	90	45				
D_{20}	170.26/350.26	45	0	$[1\bar{4}4]$	$[\bar{8}\bar{1}1]$	$[1\bar{1}0]$	$\langle 111 \rangle_\theta$
	80.26/260.26	90	45				
E_θ	135	35.26	45	$[914]$	$[\bar{1}\bar{1}1\bar{5}]$	$[\bar{1}12]$	$\langle 111 \rangle_\theta, \langle 110 \rangle_\theta$
$\bar{E}_\theta$	315	35.26	45	$[\bar{1}\bar{1}1\bar{5}]$	$[914]$	$[\bar{1}12]$	$\langle 111 \rangle_\theta, \langle 110 \rangle_\theta$
J_θ	15/135/255	54.74	45	$[413]$	$[\bar{2}\bar{7}5]$	$[\bar{1}11]$	$\{110\}_\theta$
$\bar{J}_\theta$	75/195/315	54.74	45	$[\bar{2}\bar{7}5]$	$[413]$	$[\bar{1}11]$	$\{110\}_\theta$
F_θ	45/225	45	0	$[334]$	$[\bar{2}\bar{2}3]$	$[\bar{1}10]$	$\{110\}_\theta$
	135/315	90	45				

(c)

Figura 31. Dados obtidos para material ccc deformado por ECAE: (a) resultado experimental, sem as linhas de intensidades 0,80 e 1,00 (b) ODF simulada por VPSC para o material deformado por 8 passes de ECAE via rota B_C (c) ábaco das componentes de textura (adaptado de LI; BEYERLEIN., 2005).

Com base nessa comparação, com relação à textura do material deformado identificou-se a presença de fibras que possuem direções paralelas à $\langle 110 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$.

4.2.2 Material no estado recozido

4.2.2.1 Microdureza Vickers e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Amostras retiradas da barra deformada por ECAE-8-B_C foram tratadas termicamente em temperaturas variando de 100 a 800°C durante 15 min a fim de avaliar a estabilidade da microestrutura e o comportamento frente ao amolecimento. Após cada recozimento foram realizadas medidas de microdureza Vickers e cálculo do tamanho de grão e esses valores são mostrados na Figura 32. A partir dessa figura observou-se um amolecimento significativo do material acima de 300°C. Em torno de 700°C observou-se a saturação dos valores de microdureza. Para temperaturas inferiores a 300°C nenhum amolecimento apreciável foi evidenciado, o que caracteriza o processo de recuperação. Para temperaturas entre 300 e 700°C os dados sugerem que o processo de recristalização é predominante em relação ao processo de recuperação e crescimento de grão.

De acordo com Belyakov, Kimura e Tsuzaki (2005) a fração volumétrica recristalizada de um dado material é dada pela seguinte equação:

$$X = \frac{H_D - H}{H_D - H_o} \quad (4)$$

Sendo:

H_D ... microdureza do material no estado deformado;

H ... microdureza da amostra tratada na temperatura e tempo em questão;

H_o ... microdureza da amostra totalmente recristalizada.

Figura 32. Curvas de amolecimento (microdureza Vickers) e tamanho de grão para as amostras da barra deformada em 8 passes de ECAE, recozidas entre 100 e 800°C por 15 min.

Com os dados da Figura 32 e utilizando-se a Equação 4, foi calculada a fração volumétrica recristalizada do material investigado, a qual é mostrada na Figura 33. No nosso caso, $H_D = 249$ HV e $H_0 = 85$ HV (valor de microdureza da amostra tratada em 800°C). Como pode ser observado a partir da Figura 33, houve um significativo aumento da fração recristalizada para temperaturas de recozimento superiores a 300°C.

Com relação aos valores de tamanho de grão apresentados na Figura 32, é possível observar um aumento destes com o aumento da temperatura. A grande variação no tamanho de grão com o aumento da temperatura (3,3 μm em 500°C aumentando para 16 μm em 600°C) é típica de recristalização primária (BELYAKOV; KIMURA; TSUZAKI, 2005).

Com base nos dados da curva de amolecimento mostrada na Figura 32, foram escolhidas algumas temperaturas para tratamentos térmicos adicionais visando o estudo da recristalização no material no intervalo entre 300 e 600°C.

Figura 33. Fração recristalizada do ferro deformado por ECAE tratado em temperaturas entre 100 e 800°C durante 15 min.

Amostras da barra de ferro deformada por 8 passes foram tratadas em temperaturas entre 300 e 600°C com tempos variando de 1 a 120 min. Medidas de microdureza Vickers foram realizadas após cada tratamento térmico. A Figura 34 mostra os valores de microdureza Vickers obtidas para os vários tempos e temperaturas. É possível observar que quanto maior a temperatura, menor é o tempo necessário para que a recristalização ocorra. Ou seja, para a amostra tratada em 300°C por 120 min o material não se encontra totalmente recristalizado. Entretanto, as amostras tratadas em 600°C apresentam-se totalmente recristalizadas já nos primeiros minutos de recozimento.

Nas Figuras 35-37 são mostradas as micrografias das amostras recozidas em 400, 500 e 600°C, respectivamente. A partir das Figuras 35 (a) e 36 observou-se que as amostras tratadas em 400°C por 15 min e 500°C por 1 min já apresentam regiões recristalizadas, algumas destas regiões estão destacadas nas figuras.

Figura 34. Curvas de amolecimento das amostras de ferro tratadas is termicamente em 300, 400, 450, 500 e 600°C.

Para a amostra tratada em 400°C por tempos mais longos, 1 h, por exemplo, a partir da Figura 35 (b) observou-se um aumento da fração de regiões recristalizadas. A Figura 37 mostra a microestrutura do material recozido em 600°C por 1 min. Neste caso, a microestrutura aparenta estar totalmente recristalizada. Nota-se também que, embora sendo equiaxiais, os grãos diferem entre si com relação ao tamanho. Este resultado indica que o processo de recristalização não ocorre de forma contínua. A ocorrência de uma recristalização descontínua era esperado devido ao resultado da fração de contornos de alto ângulo (item 4.2.1.3) no material deformado. De um modo geral, materiais provenientes de deformação plástica severa apresentam uma fração significativa de contornos de alto ângulo induzidos por deformação. Entretanto, para estes materiais sofrerem recristalização contínua a fração de contornos de alto ângulo deve ser maior que 70 % (PRANGNELL et al., 2004).

(a)

(b)

Figura 35. Micrografias das amostras de ferro tratadas em 400°C: (a) 15 min e (b) 60 min. A seção analisada corresponde à face DE-DN (MEV – BSE).

Figura 36. Micrografia da amostra de ferro tratada em 500°C por 1 min. A seção analisada corresponde à face DE-DN (MEV-BSE).

Figura 37. Micrografia da amostra de ferro tratada em 600°C por 1 min. A seção analisada corresponde à face DE-DN (MEV – BSE).

4.2.2.2 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

Uma amostra do ferro deformado por ECAE-8-B_C no estado recozido foi mapeada utilizando-se a técnica de EBSD. Para o mapeamento foi escolhida a amostra tratada em 400°C por 15 min. A amostra em questão foi escolhida por apresentar regiões recristalizadas e não recristalizadas. Para esta condição de tratamento a fração de recristalização encontrada foi de aproximadamente 50 % (Figura 33).

Na Figura 38 (a) é apresentado o resultado de mesotextura do material recozido. Através da distribuição dos contornos de baixo e alto ângulo é possível identificar as regiões recristalizadas e não recristalizadas. Na figura estão marcados em preto os contornos de alto ângulo e em vermelho os de baixo ângulo. Regiões recristalizadas não apresentam contornos de baixo ângulo em seu interior enquanto que as regiões não recristalizadas apresentam uma quantidade considerável dos mesmos. A distribuição da diferença de orientação para a amostra pode ser observada na Figura 38 (b). A fração de contornos de alto ângulo obtida para o material recozido em 400°C por 15 min foi 71%. O aumento significativo na fração de contornos de alto ângulo (56% para o material deformado aumentando para 71% no recozido) é característico de recristalização descontínua (JAZAERI; HUMPHREYS, 2004).

As regiões recristalizadas e não recristalizadas também podem ser caracterizadas por resultados de microtextura como está apresentado na Figura 39. Marcadas na figura estão algumas regiões recristalizadas. As regiões recristalizadas são caracterizadas por não apresentarem um gradiente de coloração. Entretanto, as regiões não recristalizadas apresentam este gradiente, evidenciando a presença de subgrãos.

(a)

(b)

Figura 38. (a) Mesotextura do ferro puro deformado por 8 passes de ECAE e recozido em 400°C por 15 min. Os contornos de alto ângulo estão marcados em preto e os de baixo ângulo em vermelho. (b) histograma da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação.

Figura 39. Mapeamento das orientações (OM) da amostra de ferro deformado por 8 passes de ECAE e recozido em 400°C por 15 min.

4.2.2.3 Textura

A Figura 40 mostra as figuras de pólo (110), (112) e (100) obtidas para o ferro puro deformado por ECAE e recozido em 600°C por 15 min. Em comparação com o estado deformado (vide Figura 28) observou-se uma mudança nas principais componentes de textura, entretanto, a textura continua fraca.

Figura 40. Figuras de pólo (110), (112) e (100) medidas na face perpendicular à direção normal de ferro deformado por ECAE e tratada termicamente em 600°C por 5 min.

4.2.3 Medidas de magnetização

Curvas de magnetização em função do campo aplicado ($M \times H$) foram obtidas para amostras do material deformado por ECAE-8- B_C nos estados deformado e recozido, como mostrado nas Figuras 41 e 42, respectivamente. Sabe-se que o campo coercivo é influenciado pelas discordâncias geradas na deformação a frio e pelo tamanho de grão (ELOOT et al., 1996; MARTÍNEZ-DE-GUERENU et al., 2004). No que se refere às medidas de magnetização, a idéia inicial deste trabalho consistia em estudar a recuperação e a recristalização do ferro puro deformado por ECAE através de valores do campo coercivo medidos para amostras nos estados deformado e recozido. Contudo, como evidenciado nas Figuras 41 e 42, o equipamento utilizado para as medidas de magnetização não apresentou sensibilidade para valores de campo coercivo tão baixos como os que são encontrados para o ferro (HEMMATI.; MADAHAH HOSSEINI; KIANVASH, 2006). Assim, nas Figuras 41 e 42 são mostradas as curvas de $M \times H$ das amostras investigadas com respeito ao aumento do campo até 9 T, seguido de uma diminuição até zero.

Na Figura 41 são mostradas as curvas de $M \times H$ do material deformado. A partir dessa curva observou-se um comportamento histerético da curva de magnetização do material abaixo de ~ 20000 Oe. Entretanto, a partir da Figura 42, observou-se que esse comportamento desaparece para as amostras recozidas em várias temperaturas. Essa diferença de comportamento certamente está relacionada à menor mobilidade das paredes dos domínios para a amostra deformada, em função de sua maior densidade de discordâncias e menor tamanho de grão.

Outra diferença interessante entre as amostras surge quando são comparados os ramos ascendentes das curvas de $M \times H$, para baixos valores de campo aplicado, como mostrado na Figura 43.

Figura 41. Curvas de $M \times H$ obtidas em $T = 300^\circ\text{C}$ para o ferro puro deformado por ECAE (8 passes via rota B_C).

Figura 42. Curvas de $M \times H$ obtidas para as amostras de ferro puro recozidas. Para comparação, a curva de $M \times H$ para a amostra deformada também é mostrada.

Figura 43. Ramo ascendente das curvas de $M \times H$ no intervalo de campo aplicado (a) $0 < H < 25000$ Oe e (b) $3000 \text{ Oe} < H < 15000 \text{ Oe}$ para as amostras recozidas em diversas temperaturas até 700°C (por 15 min) e também para a amostra no estado deformado.

Nessa figura somente são mostradas as curvas de magnetização com respeito ao aumento do campo. A partir dessa figura, é nítido que existe uma separação entre as curvas no intervalo de campo aplicado entre 3000 e 15000 Oe, aproximadamente. Atribuindo-se uma maior mobilidade das paredes dos domínios para as amostras recozidas, seria esperado uma maior permeabilidade magnética para essas amostras, em comparação ao estado deformado. Entretanto, em geral isso não se verificou. Além disso, a separação entre as curvas não ocorre de forma sistemática com a temperatura de recozimento.

Segundo a literatura (PARKS, 1969) o fator de desmagnetização para um cilindro com relação $L/D < 1$, para campo aplicado paralelo ao eixo longitudinal do mesmo é dado por:

$$N = 1 - \left(\frac{\pi L}{2D} \right) \quad (5)$$

sendo L o comprimento do cilindro e D o seu diâmetro. Utilizando-se a Equação (5) foram calculados os fatores de desmagnetização das amostras investigadas, os quais são apresentados na Tabela 4. Levando-se em conta o efeito de desmagnetização, o valor do campo corrigido (H_{corr}) é dado por:

$$H_{\text{corr}} = H_0 - NM \quad (6)$$

onde H_0 é o campo aplicado, M é o correspondente valor de magnetização obtido e N é o fator de desmagnetização. Levando-se em conta as Equações (5) e (6) as curvas de magnetização mostradas nas Figuras 41 e 42 foram corrigidas com relação ao efeito de desmagnetização e, mesmo assim, não se verificou um comportamento sistemático da permeabilidade magnética das amostras em função da temperatura de recozimento.

Como um último comentário com relação às medidas de magnetização, em princípio o intrigante comportamento da permeabilidade magnética das amostras no estado recozido não pode ser atribuído a efeitos de textura, uma vez que o material é policristalino e tanto para o estado deformado como para o recozido, verificou-se que a textura, em ambos os casos, é fraca.

Tabela 4 - Dimensões e fator de desmagnetização das amostras.

Amostra	L (cm)	D (cm)	N
8Bc	0,106	0,314	0,47
150°C/15 min	0,092	0,314	0,54
200°C/15 min	0,098	0,320	0,52
250°C/15 min	0,058	0,320	0,72
300°C/15 min	0,102	0,314	0,49
400°C/15 min	0,092	0,314	0,54
700°C/15 min	0,078	0,314	0,61

4.3 FERRO PURO DEFORMADO POR 1 PASSE DE ECAE: ENSAIOS INTERROMPIDO E NÃO-INTERROMPIDO

4.3.1 Ensaio não-interrompido

4.3.1.1 Material no estado deformado

A microestrutura do material de partida consiste de grãos grosseiros, típico de materiais forjados a quente. A microestrutura do material deformado apresenta estruturas bandeadas, como pode ser observado na Figura 44. As heterogeneidades de deformação, como as bandas de transição, tendem a ocorrer mais freqüentemente em materiais com grãos grosseiros. Elas são geradas quando a deformação de um grão se dá pela ativação de diferentes sistemas de deslizamento (PADILHA; SICILIANO Jr., 2005).

Na Figura 45 é mostrada uma micrografia da face perpendicular à direção transversal com relação ao ENI. A partir dessa figura é nítido que as estruturas bandeadas do material deformado apresentam-se com um ângulo de aproximadamente 60° com a direção de extrusão.

Figura 44. Micrografia da amostra de ferro deformada por 1 passe, ENI. A seção analisada corresponde à face DN-DE. A seta mostra um grão que apresenta bandas de transição.

Figura 45. Micrografia da amostra de ferro deformada por 1 passe, ENI. A seção analisada corresponde à face DE-DN (MEV-EBS).

Figura 46. Micrografia da amostra de ferro deformada por 1 passe, ENI. A seção analisada corresponde à face perpendicular à DT. A região marcada representa um grão que se deformou de formas distintas (MEV-EBS).

Em materiais policristalinos, a deformação de um grão é influenciada pelos grãos vizinhos. Para materiais com grãos grosseiros, como é o caso do presente material, a deformação dentro de um mesmo grão pode ocorrer de formas diferentes. Esta diferença está associada ao número de sistemas de deslizamento ativados e que depende das restrições impostas pelos grãos vizinhos (PADILHA; SICILIANO Jr., 2005). Na Figura 46 é destacado um grão, com evidência de gradientes de orientação dentro do mesmo. Isto pode ser notado pela diferença na escala de cinza do grão.

Com relação às medidas de microdureza Vickers, seguindo procedimento análogo ao descrito na seção 4.2.1.1, foram obtidas medidas de microdureza Vickers para a amostra retirada da seção transversal da barra (perpendicular à direção de extrusão). Nesse caso, a distância entre os pontos na amostra onde foram tomadas as medidas é de aproximadamente 0,6 mm. Esses valores encontram-se na Tabela 5. O valor médio de microdureza encontrado foi 161 ± 13 e os valores máximo e mínimo foram 203 e 132, respectivamente (HV-0,2). Na

Figura 47 observa-se a distribuição destes valores de microdureza. Observou-se que na região superior do mapa predominam os maiores valores de microdureza, o que contrasta com a região inferior onde há predominância dos menores valores. A região superior foi a parte da barra que esteve em contato com o canto interno da matriz de ECAE, que segundo a literatura (LI et al., 2006), é a região que sofre uma maior deformação plástica verdadeira.

Outro fator importante a se analisar é a divergência entre os valores máximo e mínimo da microdureza Vickers e, conseqüentemente, o desvio padrão encontrado (± 13 HV). Este fator está relacionado com a ocorrência de um refinamento microestrutural mais heterogêneo após um passe pelo canal. Na literatura (XU et al., 2005; WU; CHANG; KAO, 2004) encontram-se resultados semelhantes que demonstram que a maior parcela do refinamento microestrutural ocorre no primeiro passe pelo canal, entretanto este não ocorre de forma uniforme.

Figura 47. Mapa de distribuição de microdureza Vickers gerado a partir dos valores da amostra da seção transversal ENI.

Tabela 5 - Valores de microdureza Vickers da amostra do ensaio não-interrompido.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	152	155	169	152	164	152	167	153	157	161	160	165	186	170	203
2	148	137	156	153	165	160	142	137	149	145	150	189	161	201	169
3	163	179	156	153	147	144	153	161	160	147	162	159	143	181	176
4	173	146	145	156	143	151	155	155	156	153	155	170	153	155	181
5	140	146	162	158	165	161	160	154	167	147	154	177	173	171	173
6	166	137	167	182	187	137	150	147	171	173	170	158	170	171	179
7	140	143	146	149	141	152	158	138	172	179	180	152	164	184	177
8	152	161	159	149	163	156	165	156	143	187	159	166	179	160	153
9	149	140	153	143	161	159	154	156	166	173	173	168	165	167	176
10	151	154	189	153	162	164	154	161	165	159	171	160	165	165	175
11	158	143	162	154	150	158	149	155	170	175	187	158	164	169	163
12	149	133	176	142	146	177	177	173	157	184	176	178	200	172	176
13	146	149	146	149	149	167	167	167	155	156	164	180	177	184	166
14	142	151	163	177	140	156	151	148	132	158	148	162	164	178	171
15	141	147	164	161	143	163	151	156	154	165	158	172	171	156	165

4.3.1.2 Material no estado recozido

Amostras retiradas da barra do ensaio não interrompido foram tratadas termicamente em temperaturas variando de 300 a 800°C durante 15 min a fim de avaliar a estabilidade da microestrutura e o comportamento frente ao amolecimento. Após cada recozimento foram realizadas medidas de microdureza Vickers e esses valores são mostrados na Figura 48. A partir dessa figura observou-se um amolecimento significativo do material acima de 400°C. Também foi possível observar a saturação dos valores de microdureza Vickers em torno de 700°C. Os dados da Figura 48 sugerem que o processo de recristalização é predominante em relação ao de recuperação para temperaturas acima de 400°C.

Figura 48. Curva de amolecimento para as amostras da barra ENI, recozidas entre 300 e 800°C por 15 min.

Nas Figuras 49 e 50 são mostradas as micrografias das amostras do ENI tratadas em 500 e 800°C por 15 min, respectivamente. A partir da Figura 49 observou-se que a amostra tratada em 500°C por 15 min apresenta regiões que marcam o início do processo de recristalização (núcleo de recristalização), como a destacada na figura. As características desses núcleos de recristalização sugerem que a recristalização que ocorre no material deformado por 1 passe de ECAE é a recristalização primária ou descontínua. Esta é dividida em dois regimes, a nucleação que é o aparecimento de novos grãos na microestrutura e o crescimento desses novos grãos sobre o material deformado. A nucleação e o crescimento ocorrem de forma consecutiva para um dado grão, em diferentes regiões da amostra (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). A amostra tratada em 800°C por 15 min, cuja micrografia está apresentada na Figura 50, encontra-se totalmente recristalizada.

Figura 49. Micrografia da amostra de ferro tratada em 500°C por 15 min. A seção analisada corresponde à face perpendicular à DT. A região marcada representa o início do processo de recristalização (MEV-EBS).

Figura 50. Micrografia da amostra de ferro tratada em 800°C por 15 min. A seção analisada corresponde à face perpendicular à DT (MEV-EBS).

Figura 51. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da barra ENI tratada em 800°C por 15 min. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.

Com relação à textura, uma amostra do ENI no estado recozido teve sua textura investigada e o resultado está apresentado na Figura 51. Essa figura mostra as figuras de pólo (110), (112) e (100) da barra ENI tratada em 800°C por 15 min. Essa temperatura de recozimento corresponde a uma estrutura totalmente recristalizada, como pode ser observado nas Figuras 48 e 50. Pela análise da escala de intensidades, a textura apresentada pela amostra recozida é fraca. A partir da análise da figura de pólo (110) nota-se a presença de planos {110} paralelos ao plano DE-DN da amostra.

4.3.2 Ensaio interrompido

4.3.2.1 Microscopia ótica (MO) e dureza

O material de partida da barra EI também apresenta uma estrutura bastante heterogênea com grãos grosseiros, como pode ser observado na Figura 52. Essa figura mostra uma micrografia da amostra da seção 1 da barra do ensaio interrompido (Figura 11). Essa amostra foi considerada como a amostra do material de partida por ser a região da barra que não passou pela intersecção dos canais da matriz.

A microestrutura do material após a passagem pela intersecção dos canais da matriz pode ser observada na Figura 53. A micrografia foi obtida da face perpendicular à direção de extrusão. O alongamento dos grãos após a deformação pode ser observado a partir da face perpendicular à direção transversal, como mostrado na Figura 54. Nesta figura está marcada a direção de extrusão e é possível observar que as estruturas de deformação do material apresentam-se em um ângulo de 60° com a mesma. Este ângulo coincide com o que é formado pelo principal plano cisalhante de uma matriz com os ângulos de intersecção interno e externo iguais a 120° (SIGNORELLI et al., 2006).

Os valores de dureza Vickers (HV-10) do material do ensaio interrompido foram obtidos ao longo do comprimento da barra. A partir desse resultado, que se encontra na Figura 55, observou-se o encruamento progressivo do material à medida que ele avança em direção à intersecção dos canais da matriz. Este perfil de encruamento é devido à concentração da deformação neste ponto da matriz de ECAE. O valor de dureza da extremidade da barra, 136 HV-10, está bem abaixo do correspondente valor encontrado próximo à intersecção dos canais. Isto ocorre porque este ponto está localizado na extremidade da barra onde a deformação é menor, conforme reportado na literatura (LI et al., 2006), vide Figura 21.

Figura 52. Micrografia da seção 1 da amostra EI (vide Figura 11) obtida da face DT-DN.

Figura 53. Micrografia da seção 5 da amostra EI (vide Figura 11) obtida da face DT-DN.

Figura 54. Micrografia da seção 5 da amostra EI (vide Figura 11) obtida no plano DE-DN. Bandas fazendo um ângulo de 60° com a direção de extrusão podem ser observadas.

Figura 55. Barra de ferro do ensaio interrompido com valores de dureza Vickers obtidos ao longo de seu comprimento.

4.3.2.2 Textura

O material de partida do ensaio interrompido apresenta uma textura fraca, como mostram as figuras de pólo (110), (112) e (100) da Figura 56. Essas figuras de pólo são referentes ao material da seção 1 e foram obtidas na face perpendicular à DT. Após a passagem do material pela intersecção dos canais da matriz, a textura do material se modifica, como mostra a Figura 57. Entretanto, a textura resultante é relativamente fraca. As figuras de pólo mostradas na Figura 57 são referentes ao material da seção 5 e foram obtidas da face perpendicular à DT.

A textura do material após a passagem pelo canal é similar a que foi reportada por Gibbs et al. (1998). Esses autores investigaram a textura do ferro puro deformado por ECAE em uma matriz com ângulo de intersecção interno dos canais de 90° , sendo a deformação equivalente aplicada $\epsilon_N = 1,15$. A Figura 58 mostra a figura de pólo (110) obtida por Gibbs et al. (1998) referente à face DE-DN de uma barra de ferro deformada por 1 passe de ECAE. Uma característica comum ao trabalho reportado por Gibbs et al. (1998) e o presente é o fato de que o material de partida apresenta textura fraca. Entretanto, a deformação equivalente do material investigado nesse trabalho foi de $\epsilon_N = 0,67$, devido ao fato do ângulo de intersecção entre os canais ser de 120° . Apesar disso, a partir das Figura 57 e 58 observou-se uma similaridade entre as figuras de pólo (110) obtidas nessa trabalho e a obtida por Gibbs et al. (1998).

Figura 56. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 1 do material de partida utilizado no ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal do ferro deformado por ECAE.

Figura 57. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 5 do ensaio interrompido (após a passagem pelo canal) obtida da face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.

Figura 58. Figura de pólo (110) da face DE-DN de uma barra de ferro deformada por 1 passe de ECAE. Ângulo de intersecção dos canais de 90° (adaptado de GIBBS et al., 1998).

Figura 59. Barra de ferro EI seccionada após a extrusão em canal angular, juntamente com o corte do cotovelo. DE, DN e DT correspondem à direção de extrusão, normal e transversal, respectivamente.

Uma análise da evolução da textura na intersecção dos canais da matriz de ECAE foi realizada utilizando-se a seção 3 (cotovelo) da barra EI (vide Figura 11). Esta seção foi cortada em 5 partes iguais, sendo enumeradas de 1B, 2B, 3B, 4B e 5B, como pode ser observado na Figura 59. Nas Figuras 60 – 64 são apresentadas às figuras de pólo (110), (100) e (112) das secções 1B, 2B, 3B, 4B e 5B, respectivamente. A partir dessas figuras é possível observar um fortalecimento das componentes de textura resultantes deste processo de ECAE. Isso pode ser melhor observado na Figura 65, onde foram agrupadas as figuras de pólo (110) das secções 2, 3 (cotovelo seccionado) e 5.

Figura 60. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 1B do cotovelo do ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.

Figura 61. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 2B do cotovelo do ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.

Figura 62. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 3B do cotovelo do ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.

Figura 63. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 4B do cotovelo do ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.

Figura 64. Figuras de pólo (110), (112) e (100) da seção 5B do cotovelo do ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.

Figura 65. Figuras de pólo (110) das secções 2, 3 (cotovelo seccionado) e 5, resultantes da deformação do ensaio interrompido. Os dados referem-se à face perpendicular à direção transversal de ferro deformado por ECAE.

Figura 66. Simulação via modelo VPSC para a deformação por 1 passe de ECAE em materiais ccc. Figura de pólo (110) mostrando as orientações ideais (símbolos) e as fibras parciais (linhas sólidas), listadas na Figura 31 (adaptado de LI et al., 2006).

Na literatura é comum encontrar dados de textura simulados pelo modelo VPSC. Este modelo tem tido bastante sucesso em prever a evolução da textura em materiais com estrutura cúbica de corpo centrado deformados por ECAE (LI et al., 2006; LI; BEYERLEIN, 2005). Para fins de comparação, um resultado de textura obtido por simulação reportado na literatura (LI et al., 2006; LI; BEYERLEIN, 2005) é apresentados na Figura 66. Essa figura mostra a figura de pólo (110) obtida por simulação via modelo VPSC para a deformação por 1 passe de ECAE em materiais ccc (LI et al., 2006). Comparando-se a figura de pólo (110) para o material deformado (região 5, vide Figura 65) com a Figura 66 observou-se a presença de fibras que possuem direções paralelas a $\langle 110 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$. Deve-se ressaltar que os resultados encontrados na literatura referem-se às amostras deformadas em matrizes com $\Phi = 90^\circ$. Para uma melhor elucidação das componentes de textura, a figura de pólo (110) obtida e a simulada foram sobrepostas, como mostradas na Figura 67. A partir desta figura é possível observar um pequeno deslocamento das componentes de textura dos dados simulados e dos obtidos experimentalmente. Como descrito anteriormente, este resultado pode estar relacionado com a geometria da matriz de ECAE.

Figura 67. Superposição da figura de pólo (110) do ferro deformado por 1 passe de ECAE juntamente com a simulada pelo modelo VPSC (adaptado de LI et al., 2006).

Ainda com relação ao modelo VPSC, foram obtidas simulações da textura para o ferro puro deformado nas mesmas condições descritas para o ensaio interrompido realizado nesta Dissertação. As simulações foram realizadas em cooperação com um grupo de pesquisa do Instituto de Física de Rosário - Universidade Nacional de Rosário – Argentina, coordenado pelo Dr. Raúl E. Bolmaro. As texturas simuladas foram obtidas para as cinco partes nas quais o cotovelo foi seccionado (vide Figura 59). As Figuras 68 e 69 mostram, respectivamente, as figuras de pólo (100) simuladas e obtidas experimentalmente. Comparando-se as figuras, é possível observar uma boa concordância dos resultados das seções 3B, 4B e 5B. Estas seções durante a deformação estavam muito próximas à intersecção dos canais da matriz ou já haviam passado por ela, conseqüentemente, adquiriram a textura típica para este processo. Como dito anteriormente, é na intersecção dos canais da matriz que o material sofre os maiores esforços cisalhantes (FURUKAWA et al., 2001; GIBBS et al., 1998; VINOGRADOV et al., 2002). As seções 1B e 2B estavam mais distantes da intersecção e apresentaram uma textura um pouco diferenciada das demais. É válido salientar que não é objetivo deste trabalho de Mestrado explicar o procedimento para a obtenção de texturas simuladas utilizando-se o modelo VPSC. Ou seja, foram feitas apenas comparações da textura simulada com a obtida experimentalmente.

Figura 68. Simulação via modelo VPSC para o ensaio interrompido de ECAE com ângulo de intersecção dos canais de 120° . As figuras de pólo (100) foram simuladas para o ferro puro.

Figura 69. Figuras de pólo (100) obtidas experimentalmente para o ensaio interrompido de ECAE com ângulo de intersecção dos canais de 120° .

5 CONCLUSÕES

A partir da caracterização microestrutural e magnética de amostras de ferro puro deformadas por ECAE e recozidas em diversas temperaturas até 800°C, os principais resultados obtidos foram:

1. Barra de ferro deformada por 8 passes de ECAE via rota B_c:

- A barra de ferro deformada por 8 passes de ECAE apresentou no estado deformado uma distribuição homogênea dos valores de microdureza Vickers.
- A média do espaçamento entre os contornos de alto ângulo encontrado foi de aproximadamente 650 ± 120 nm. Entretanto, o material apresentou regiões mais fragmentadas onde os grãos eram um pouco maiores que 200 nm. A fração de contornos de alto ângulo obtida para o material deformado foi de 56%.
- A curva de amolecimento das amostras retiradas da barra deformada em 8 passes e tratadas termicamente de forma isócrona sugere que a recristalização ocorre em temperaturas acima de 300°C. A análise das micrografias obtidas via microscopia eletrônica de varredura e os dados de mesotextura obtidos via EBSD para as amostras tratadas isotermicamente indicaram que a recristalização é descontínua. Outro fator que indicou que a recristalização é descontínua foi o aumento acentuado na fração de contornos de alto ângulo, o qual aumentou de 56% para o material deformado para 71% para o material no estado recozido.

- As curvas de magnetização em função do campo aplicado mostraram que o material no estado deformado apresenta um comportamento histerético muito mais acentuado do que os apresentados para o material no estado recozido. Essa diferença de comportamento foi atribuída à menor mobilidade das paredes dos domínios para a amostra deformada, em função de sua maior densidade de discordâncias e menor tamanho de grão. Entretanto, utilizando-se o sistema PPMS não foi possível detectar variações sistemáticas no comportamento das curvas de $M \times H$ para amostras tratadas em diferentes temperaturas, como seria esperado.
- A textura do material após o processo de deformação plástica severa é fraca e constatou-se a presença de fibras ao longo das direções $\langle 110 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$. A textura obtida para uma amostra totalmente recristalizada também é fraca.

2. Barra de ferro deformada por 1 passe de ECAE:

Ensaio Interrompido

- A textura obtida para o material do ensaio interrompido após a passagem pelo canal da matriz de ECAE é fraca. Durante a passagem da barra pela intersecção dos canais observou-se uma evolução para a textura característica de metais e ligas com estrutura cúbica de corpo centrado deformadas por cisalhamento simples. Estes resultados experimentais e os obtidos por simulação via modelo VPSC apresentaram uma boa concordância.
- Os resultados das medidas de dureza Vickers evidenciaram um significativo encruamento do material durante a passagem do material pelo canal da matriz.

Ensaio não-interrompido

- A distribuição dos valores de microdureza Vickers na face perpendicular à direção de extrusão indicou um maior encruamento na região superior da barra. Esta região esteve em contato com o canto interno da matriz de ECAE, onde é observada uma maior deformação plástica verdadeira no material.
- A microestrutura do material deformado apresenta estruturas bandeadas que formam um ângulo de 60° com a direção de extrusão.
- A curva de amolecimento das amostras retiradas da barra ENI e tratadas termicamente de forma isócrona sugere que a recristalização ocorre em temperaturas acima de 400°C . A análise das micrografias obtidas via microscopia eletrônica de varredura para as amostras tratadas isotermicamente indicaram que a recristalização é descontínua.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

De acordo com os resultados obtidos nesta Dissertação de Mestrado e os mais comumente reportados na literatura, a seguir são apresentadas algumas sugestões para trabalhos futuros:

- Medidas de magnetização. Realizar medidas de magnetização para a obtenção de campo coercivo em um equipamento altamente sensível ao valor de H_C tão baixo. Estes resultados certamente trarão informações úteis sobre as modificações microestruturais que ocorrem no processo de recuperação.
- Obtenção de imagens via microscopia eletrônica de transmissão (MET). Com relação a materiais deformados por ECAE, os resultados de MET apresentados são principalmente para alumínio e suas ligas.
- Fazer estudos comparativos com aços deformados por ECAE nas mesmas condições do ferro puro. Dessa forma poderia ser avaliada a influência da composição do material no processo de deformação e, posteriormente, no seu recozimento.

REFERÊNCIAS

AIDA, T.; MATSUKI, K.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Estimating the equivalent strain in equal channel angular pressing. **Scripta Materialia**, v. 44, p. 575–579, 2001.

BELYAKOV, A.; KIMURA, Y.; TSUZAKI, K. Recovery and recrystallization in ferritic stainless steel after large strain deformation. **Materials Science and Engineering A**, v. 403 p. 249–259, 2005.

BITKULOV, I. K.; BURKHANOV, A. M.; KAZANTSEV, V. A.; MULYUKOV, R. R.; SAFAROV, I. M. Effect of severe plastic deformation on the properties of the Fe-36%Ni invar alloy. **Physics of Metals and Metallography**. v. 102, p. 91-96, 2006.

CHEN, C. W. **Magnetism and metallurgy of soft magnetic material**. 2. ed. New York: Dover publications, 1986.

CUBBERLY, W. H.. **Metals Handbook: Properties and selections: nonferrous alloys and pure metals**. 9th. ed. Ohio: Metals Park ASM, 1979.

DIETER, G. E. **Metalurgia mecânica**. 2 ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan S. A., 1981.

DUPRÉ, L.; SABLİK, M. J.; VAN KEER, R.; MELKEBEEK, J. Modelling of microstructural effects on magnetic hysteresis properties. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 35, p. 2086–2090, 2002.

ELOOT, K.; PAEPE, A. DE; DILEWIJNS, J.; STANDAERT, C. Relation between magnetic properties and changes in dislocation and cell structure due to cold deformation. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 157/158, p. 459-460, 1996.

FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Review Processing of metals by equal-channel angular pressing. **Journal of Materials Science**, v. 36, p. 2835–2843, 2001.

FURUKAWA, M.; IWAHASHI, Y.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON T. G. The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, v. 257, p. 328–332, 1998.

FURUNO, K.; AKAMATSU, H.; OH-ISHI, K.; FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Microstructural development in equal-channel angular pressing using a 60° die. **Acta Materialia**, v. 52, p. 2497-2507, 2004.

GAZDER, A. A.; LI, S.; DALLA TORRE, F. H.; BEYERLEIN, I. J.; GU, C. F.; DAVIES, C. H. J.; PERELOMA, E. V. Progressive texture evolution during equal channel angular extrusion. **Materials Science and Engineering A**, v. 437, p. 259-267, 2006.

GHOLINIA, A.; PRANGNELL, P. B.; MARKUSHEV, M. V. The effect of strain path on the development of deformation structures in severely deformed aluminium alloys processed by ECAE. **Acta Materialia**, v. 48, p. 1115-1130, 2000.

GIBBS, M. A.; HARTWIG, K. T.; CORNWELL, L. R.; GOFORTH, R. E.; PAYZANT, E. A. Texture formation in bulk iron processed by simple shear. **Scripta Materialia**, v. 39, n. 12, p. 1699–1704, 1998.

HAN, B Q.; LAVERNIA, E J.; MOHAMED, F A. Dislocation structure and deformation in iron processed by equal-channel-angular pressing. **Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 35A, p. 1343-1350, 2004.

HEMMATI, I.; MADAAH HOSSEINI, H.R.; KIANVASH, A. The correlations between processing parameters and magnetic properties of an iron–resin soft magnetic composite. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 305, p. 147–151, 2006.

HUGHES, D. A.; HANSEN, N. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. **Acta Materialia**, v. 45, no. 9, p. 3871-3886, 1997.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. 2. ed., Elsevier Ltd, 2004.

IWAHASHI, Y.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. The process of grain refinement in equal-channel angular pressing. **Acta Materialia**, v. 46, n. 9, p. 3317-3331, 1998.

IWAHASHI, Y.; WANG, J.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Principle of equal-channel angular peessing for the processing of ultra-fine grained materials. **Scripta Materialia**, v. 35, n. 2, p. 143-146, 1996.

JAZAERI, H.; HUMPHREYS, F.J. Quantifying recrystallization by electron backscatter diffraction. **Journal of Microscopy**, v. 213, p. 241-246 2004.

KOCKS, U. F.; TOMÉ, C. N.; WENK, H.-R. **Texture and anisotropy**: preferred orientations in polycrystals and effect on materials properties. Cambridge University Press, 1998.

KORZNIKOVA, G. F; KORZNOKOV, A. V.; SYUTINA, L. A.; Mulyukov, Kh. Ya. Magnetic hysteric properties and saturation magnetization of nanocrystalline iron. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 196-197, p. 207-208, 1999.

KORZNIKOVA, G. F; Mulyukov, Kh. Ya.; TIMOFEYEV, V. N.; VALIEV, R. Z. Study of the domain structure of submicron-grained nickel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 135, p. 46-50, 1994.

KORZNIKOVA, G. F; NOSKOVA, N. I.; KORNEVA, A. V.; KORZNOKOV, A. V. Mechanical and magnetic properties of Fe-Cr-Co hard magnetic alloys subjected to severe plastic deformation. **Physics of Metals and Metallography**, v. 98, p. 107-114, 2004.

LACHEISSERIE, É du T.; GIGNOUX, D.; SCHLENKER, M. **Magnetism – fundamentals**. 1st. ed. New York: Springer Science and Business Media, 2005.

LEE, J. D. **Química inorgânica não tão concisa**. 3. ed. São Paulo: Edgard Blücher Ltda, 1999.

LI, S.; BEYERLEIN, I. J. Modelling texture evolution in equal channel angular extrusion of bcc materials: effects of processing route and initial texture. **Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering**, v. 13, p. 509–530, 2005.

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

LO, C. C. H.; KINSER, E.; JILES, D. C. Modeling the interrelating effects of plastic deformation and stress on magnetic properties of materials. **Journal of Applied Physics**, v. 93, n. 10, p. 6626-6628, 2003.

MARTÍNEZ-DE-GUERENU, A.; ARIZTI, F.; DÍAZ-FUENTES, M.; GUTIÉRREZ, I. Recovery during annealing in a cold rolled low carbon steel. Part I: Kinetics and microstructural characterization. **Acta Materialia**, v. 52, p. 3657–3664, 2004.

MISHIN, O. V.; JUUL JENSEN, D.; HANSEN, N. microstructures and boundary populations in materials produced by equal channel angular extrusion. **Materials Science and Engineering A**, v. 342, p. 320-328, 2003.

MULYUKOV, Kh. Y.; VALEEV, K. A.; AKHMADEEV, N. A. Influence of the deformation method on nickel's coercivity and structure. **NanoStructured Materials**, v. 5, p. 449-455, 1995.

NILLES, J. L.; OLSON, D. L. Energy of a bcc iron deformation twin boundary. **Journal of Applied Physics**, v. 14, n. 2, p. 531-532, 1970.

PADILHA, A. F. **Materiais de engenharia**. São Paulo: Hemus, 1997.

PADILHA, A. F.; SICILIANO Jr, F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. 3. ed. São Paulo. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.

PARKS, R. D. **Superconductivity**. New York: Marcel Dekker, 1969. v.2.

PRANGNELL, P. B.; BOWEN, J. R.; GHOLINIA, A. The formation of submicron and nanocrystalline grain structures by severe deformation. In Dinesen, A. R. Et al. (ed.). In: **RISØ INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON MATERIALS SCIENCE: Science of metastable and nanocrystalline alloys- structure, properties and modelling**, 22., 2001, Roskilde, Denmark, **Proceedings**, p. 105-126.

PRANGNELL, P.B.; HAYES, J.S.; BOWEN, J.R.; APPS, P.J; BATE, P.S. Continuous recrystallisation of lamellar deformation structures produced by severe deformation. **Acta Materialia**, v. 52, p. 3193–3206, 2004.

RANDLE, V.; ENGLER, O. **Texture analysis: macrotexture, microtexture and Orientation Mapping**. Boca Raton: CRC Press, 2000.

REED-HILL, R. E. **Princípios de metalurgia física**, 2. ed. Rio de Janeiro: Guanabara dois, 1982.

SABLIK, M. J. Modeling the effect of grain size and dislocation density on hysteretic magnetic properties in steels. **Journal of Applied Physics**, v. 89, n. 10, p. 5610-5613, 2001.

SABLIK M. J.; S. RIOS; LANDGRAF, F. J. G; YONAMINE, T.; CAMPOS M. F de. Modeling of sharp change in magnetic hysteresis behavior of electrical steel at small plastic deformation **Journal of Applied Physics**, v. 97, p. 10E518-1/10E518-3, 2005.

SABLIK, M. J.; YONAMINE, T.; LANDGRAF, F. J. G. Modeling plastic deformation effects in steel on hysteresis loops with the same maximum flux density. **IEEE Transactions on Magnetism**, v. 40, n. 5, p. 3219-3226, 2004.

SANDIM, H.R.Z.; BERNARDI, H.H.; VERLINDEN, B.; RAABE, D. Equal channel angular extrusion of niobium single crystals. **Materials Science and Engineering: A**, v. 467, p. 44-52, 2007.

SIGNORELLI, J.W.; TURNER, P.A.; SORDI, V.; FERRANTE, M.; VIEIRA, E.A.; BOLMARO, R.E. Computational modeling of texture and microstructure evolution in Al alloys deformed by ECAE. **Scripta Materialia** v. 55, p. 1099-1102, 2006.

STOLYAROV, V. V.; GUNDEROV, D. V.; POPOV, A. G.; GAVIKO, V. S.; VALIEV, R. Z. High-coercive state in alloys processed by severe plastic deformation technique. **Physics of Metals and Metallography**. v. 91, p. S273-S277, 2001.

STOLYAROV, V. V.; VALIEV, R. Z. Bulk nanostructured metastable alloys prepared by severe plastic deformation. **Advances in Nanocrystallization**. v. 307, p. 185-190, 1999.

SUN, P. L.; KAO, P. W.; CHANG, C. P. High angle boundary formation by grain subdivision in equal channel angular extrusion. **Scripta Materialia**, v. 51 p. 565-570, 2004.

VALIEV, R. Z. Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. **Nature Materials**, v. 3, p. 511-516, 2004.

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

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

VINOGRADOV, A.; PATLAN, V.; SUZUKI, Y.; KITAGAWA, K.; KOPYLOV, V. I. Structure and properties of ultra-fine grain Cu-Cr-Zr alloy produced by equal-channel angular pressing. **Acta Materialia**, v. 50, p. 1639-1651, 2002.

WU, P.C.; CHANG, C.P.; KAO, P.W. The distribution of dislocation walls in the early processing stage of equal channel angular extrusion. **Materials Science and Engineering A**, v. 374, p. 196-203, 2004.

XU, C.; FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. The evolution of homogeneity and grain refinement during equal-channel angular pressing: A model for grain refinement in ECAP. **Materials Science and Engineering A**, v. 398, p. 66–76, 2005.

YAMASHITA, A.; YAMAGUCHI, D.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, v. 287, p. 100–106, 2000.

ZHILYAEV, A. P.; OH-ISHI, K.; RAAB, G. I.; MCNELLEY, T.R. Influence of ECAP processing parameters on texture and microstructure of commercially pure aluminum. **Materials Science and Engineering A**, v. 441, p. 245–252, 2006.

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

APÊNDICE I

Dedução da Equação 2 – item 2

De acordo com Iwahashi et al. (1996) a deformação equivalente, ε_N , sofrida por um material após N passes de extrusão por canal angular é dada por:

$$\varepsilon_N = \frac{N \left[2 \left(\varepsilon_X + \varepsilon_Y + \varepsilon_Z \right) + \left(\frac{\gamma_{XY}^2 + \gamma_{YZ}^2 + \gamma_{XZ}^2}{2} \right) \right]^{\frac{1}{2}}}{\sqrt{3}} \quad (7)$$

sendo, ε_X , ε_Y e ε_Z as deformações principais com relação aos eixos x, y e z, respectivamente, e γ_{XY} , γ_{YZ} e γ_{XZ} as deformações cisalhantes. As deformações cisalhantes são definidas por (DIETER, 1981):

$$\gamma_{XY} = \frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \quad (8)$$

$$\gamma_{YZ} = \frac{\partial w}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial z} \quad (9)$$

$$\gamma_{XZ} = \frac{\partial w}{\partial x} + \frac{\partial u}{\partial z} \quad (10)$$

onde, u, v e w são componentes de deslocamento de um ponto Q para Q', considerando-se um corpo sólido em coordenadas fixas x, y, e z como ilustrado na Figura 70.

Considerando-se que a deformação no ECAE é uma consequência do intenso cisalhamento simples que o material sofre na intersecção dos canais da matriz, temos que:

a-) $\varepsilon_X = \varepsilon_Y = \varepsilon_Z = 0$;

b-) com relação às deformações cisalhantes, somente o termo $\gamma_{XY} \neq 0$.

Portanto, a Equação 7 se reduz à:

$$\varepsilon_N = N \frac{\left[\gamma_{XY}^2 \right]^{\frac{1}{2}}}{\sqrt{3}} \quad (11)$$

Figura 70. Deslocamento do ponto Q. Uma combinação de deformação e movimento desloca o ponto Q para Q', cujas novas coordenadas são: $x + u$, $y + v$ e $z + w$ (DIETER, 1981).

Um exemplo de deslocamento para o cisalhamento simples pode ser observado na Figura 71. De acordo com o exemplo, $\gamma_{xy} = \partial u / \partial y = AA' / AC$ e, portanto:

$$\epsilon_N = N \frac{\left(\frac{\partial u}{\partial y} \right)}{\sqrt{3}} \quad (12)$$

De acordo com a Figura 72, que representa a distorção do material durante o processo de deformação por ECAE em uma matriz com $\Psi = 0$, a deformação cisalhante é dada por $a'q/d'q$. Da figura temos que: $d'q = ad$ e $ab' = c'd = a'p = pq = ad \cot(\phi/2)$. Assim, $a'q = 2ad \cot(\phi/2)$ e a deformação equivalente obtida é dada por:

$$\epsilon_N = N \frac{2 \cot\left(\frac{\phi}{2}\right)}{\sqrt{3}} \quad (13)$$

sendo esta a Equação 2 apresentada no item 2 para a deformação equivalente.

Figura 71. Exemplo de deslocamento para o cisalhamento simples.

Figura 72. Representação da distorção de um material antes e após a passagem por uma matriz de ECAE (adaptado de VALIEV; LANGDON, 2006).

ANEXO I

EVOLUÇÃO DA TEXTURA EM FERRO PURO DURANTE A PRENSAGEM EM CANAL ANGULAR (PCA)

R.A. Renzetti⁽¹⁾, R. E. Bolmaro⁽²⁾, M. Ferrante⁽³⁾, M.J.R. Sandim⁽¹⁾ e H.R.Z. Sandim⁽¹⁾

(1) Departamento de Engenharia de Materiais – Escola de Engenharia de Lorena - EEL
Universidade de São Paulo
12600-970, Lorena, Brasil.

(2) Instituto de Física Rosario - Facultad de Ciencias Exactas, Ingeniería y Agrimensura
CONICET - Universidad Nacional de Rosario
2000, Rosario, Argentina.

(3) Departamento de Engenharia de Materiais – Universidade Federal de São Carlos
13565-905, São Carlos, Brasil.
E-mail: reny@ppgem.eel.usp.br
E-mail: msandim@demar.eel.usp.br

RESUMO

Neste trabalho investigou-se a evolução da textura cristalográfica no ferro puro (40 ppm-p C, 940 ppm-p Mn e 160 ppm-p Si) durante a prensagem em canal angular. Uma barra de ferro puro com seção quadrada e dimensões de 14 x 14 x 70 mm³ foi introduzida em uma matriz rígida com um ângulo de 120° e prensada com uma velocidade de 5 mm/min em temperatura ambiente. O ensaio foi interrompido após a passagem de cerca de metade da barra. O material de partida foi obtido a partir de uma barra forjada a quente com tamanho médio de grão da ordem de 250 µm. A microestrutura de partida é heterogênea, alternando regiões recuperadas e outras recristalizadas. O ensaio foi interrompido de modo a facilitar a análise da textura antes, durante e após a passagem no canal. As texturas correspondentes às faces perpendiculares à direção de prensagem de cada um dos segmentos foram medidas utilizando-se um goniômetro de texturas (difração de raios X). A textura do material de partida é fraca, característica de materiais com grãos grosseiros e deformados a quente. A textura após a passagem pelo canal apresenta as componentes de textura encontradas em metais com estrutura cúbica de corpo centrado.

Palavras chave: Prensagem por canal angular (PCA), Ferro, Textura, Microestrutura.

1. INTRODUÇÃO

A resistência mecânica dos metais pode ser aumentada pela aplicação de deformação plástica severa, mediante a fragmentação e conseqüente refinamento microestrutural [1]. Dentre as diversas técnicas de deformação plástica severa disponíveis atualmente, a prensagem em canal angular (PCA) é uma das mais simples e que demanda menores custos operacionais. Esta técnica baseia-se na deformação plástica por cisalhamento simples durante a passagem do metal em canais de mesma seção transversal que se interceptam em ângulos de interseção $\Phi = 90^\circ$, 120° ou outro ângulo qualquer, dependendo da configuração desejada [2]. Além disso, possibilita a obtenção de amostras sem redução da seção transversal e com dimensões suficientes para permitir a realização de ensaios de tração ou compressão. Dependendo da rota de prensagem adotada (com ou sem rotação da amostra) e do número de passes aplicados, a interseção de bandas de cisalhamento na estrutura é intensificada, propiciando um maior grau de refinamento da estrutura, geralmente levando à formação de cristalitos com dimensões submicrométricas [3-7].

O aumento na fração de contornos de alto ângulo é conseqüência da subdivisão de grãos e é usualmente acompanhada de forte evolução na textura do material [8]. Além disso, a evolução da textura depende da rota de processamento e das propriedades dos materiais, tal como a estrutura do material e a sua energia de defeito de empilhamento (EDE) [9-11]. Poucos trabalhos têm reportado a evolução da textura em um material policristalino processado por PCA interrompido [10]. Esta técnica tem a vantagem de permitir o acompanhamento da variação da textura ao longo do canal. Neste trabalho investigou-se a evolução da textura cristalográfica em uma barra de ferro puro durante a prensagem em canal angular. O ensaio foi interrompido no primeiro passe, de modo a facilitar a análise da textura antes e após a passagem no canal. Os resultados experimentais foram comparados com aqueles previstos com o uso do modelo VPSC (*viscoplastic self-consistent*), o qual tem-se mostrado eficiente em prever a evolução da textura em materiais com estrutura cúbica de corpo centrado deformados por PCA [12].

2. MATERIAIS E MÉTODOS

A amostra de ferro de alta pureza foi obtida a partir do processamento via forjamento a quente de um lingote (40 ppm-p C, 940 ppm-p Mn e 160 ppm-p Si). Após o forjamento, a barra foi recozida a 600°C por 2 h. Uma amostra com seção quadrada e dimensões de 14 x 14 x 70 mm³ foi retirada para o ensaio de PCA. O tamanho médio de grão do material de partida é da ordem de 250 µm. A amostra foi introduzida em uma matriz rígida de PCA com ângulos Φ e ψ iguais a 120° (vide Figura 1) e prensada com uma velocidade de 5 mm/min em temperatura ambiente. DP, DN e DT são, respectivamente, as direções de prensagem, normal e transversal. O material foi lubrificado utilizando uma graxa à base de MoS₂ para a redução do atrito. O ensaio foi realizado a temperatura ambiente e interrompido após a passagem de cerca de metade da barra pelo canal.

Após o ensaio, a amostra foi cortada conforme mostra a Figura 2. Medidas de dureza Vickers com carga de 10 kg foram realizadas ao longo da barra para avaliar o encruamento do material. As faces perpendiculares à DP das amostras, marcadas de 1 a 5 na Figura 2, foram lixadas e polidas. Imagens da microestrutura foram obtidas por meio de microscopia ótica. A textura foi medida utilizando-se um goniômetro equipado com um anodo de Cu-K α . Figuras de pólo foram obtidas em (110), (112) e (100).

Figura 1: Corte esquemático da matriz de ECAP mostrando detalhes da geometria e o ângulo Φ [6].

Figura 2: Barra de ferro seccionada após a prensagem em canal angular (ensaio interrompido).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A microestrutura de partida consiste de grãos grosseiros com regiões recristalizadas e outras apenas recuperadas, mesmo após o recozimento a 600°C por 2 h, conforme mostra a Figura 3a. Esta microestrutura é a mesma encontrada na seção 2 (Figura 2), ou seja, imediatamente antes da passagem pelo canal. Durante a passagem pelo canal, a amostra se deforma por cisalhamento puro. A seção 5 foi escolhida para se investigar como a textura e a microestrutura se modificaram durante a PCA. Nota-se na Figura 3b a presença de estruturas bandeadas caracterizando a intensa deformação sofrida. Quando a amostra é observada no plano DP-DN, nota-se a presença de bandas de cisalhamento regularmente espaçadas formando um ângulo de $\approx 60^{\circ}$ com DP (Figura 3c). Entretanto, existem regiões entre as bandas nas quais a deformação ocorre de modo distinto. Isto pode ser comprovado pelas medidas de microdureza Vickers nestas regiões. Nas regiões cisalhadas a microdureza foi igual a 158 ± 5 (HV-0,2), enquanto que nas regiões onde o cisalhamento é menos pronunciado este valor cai para 147 ± 4 (HV-0,2).

A variação da dureza Vickers ao longo da barra mostra um encruamento significativo. A dureza inicial do material (seções 1 e 2) era igual a 126 ± 2 HV-10. Nas seções 4 e 5, este valor aumenta para 170 ± 5 HV-10. A textura de partida (seções 1 e 2) é aquela tipicamente encontrada em materiais deformados a quente. Trata-se de uma textura fraca (aleatória) como mostra a Figura 4a. Após a passagem pelo canal, a textura se modifica completamente como indica a Figura 4b. Nela, nota-se que a textura resultante é relativamente fraca e possui componentes típicas de materiais deformados por cisalhamento simples [13]. Texturas relativamente fracas são comumente reportadas em materiais deformados por PCA. Para fins de comparação, os resultados da simulação reportados na literatura foram incluídos (Figura 4c). Estas fibras possuem direções paralelas a $\langle 110 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$. Deve-se ressaltar que os resultados encontrados na literatura referem-se a amostras deformadas em matrizes com $\Phi = 90^{\circ}$ [11].

Figura 3: Microestruturas típicas da amostra de ferro de alta pureza: a) antes da passagem pelo canal (DN-DT); b) após a passagem pelo canal (DN-DT); c) idem a b) (DP-DN).

Figura 4: Figuras de pólo (110), (112) e (100) mostrando os resultados das medidas de textura na amostra de ferro deformada por PCA: a) Seção 2 (antes da passagem pelo canal); b) Seção 5 (após passagem completa pelo canal); c) Figura de pólo (110) esquemática mostrando as componentes ideais de textura em metais com estrutura cúbica de corpo centrado deformados por PCA em matriz com $\Phi = 90^\circ$ [11].

4. CONCLUSÕES

Os resultados da evolução da microestrutura e da textura cristalográfica de ferro policristalino deformado via prensagem em canal angular permitem as seguintes conclusões:

- a) A microestrutura de partida é relativamente não-uniforme alternando regiões recuperadas e recristalizadas.
- b) A microestrutura do material após passagem no canal mostra a presença de regiões onde o cisalhamento não ocorre de modo uniforme. A textura resultante é fraca e característica de metais e ligas com estrutura cúbica de corpo centrado deformadas por PCA (cisalhamento simples). Os resultados das medidas de dureza Vickers evidenciam o significativo encruamento sofrido durante a PCA.
- c) Os resultados da textura final após a passagem pelo canal são bastante similares aos reportados pela literatura a partir de simulações utilizando o modelo VPSC.

REFERÊNCIAS

1. R. Z. Valiev, "Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties", *Nature Materials*, vol. 3 (2004), p. 511-516.
2. R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation", *Prog. Mat. Sci.*, vol. 45 (2000), p.103-189.
3. M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, "The shearing characteristics associated with equal-channel angular pressing"; *Materials Science and Engineering A*, vol. 257 (1998), p.328-332.
4. N. Saito, M. Mabuchi, M. Nakanishi, I. Shigematsu, G. Yamauchi, M. Nakamura, "Application of equal channel angular extrusion on strengthening of ferritic stainless steel"; *Journal of Materials Science*, vol. 36 (2001), p. 3299-3232
5. Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, "An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing"; *Acta Mater.*, Vol. 45(1997), p. 4733-4741.
6. M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, "Review: Processing of metals by equal channel angular pressing"; *Journal of Materials Science*, vol. 36 (2001), p.3229-3232.
7. B. Q. Han, E. J. Lavernia e F. A. Mohamed, "Dislocation structure and deformation in iron processed by equal-channel-angular pressing"; *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol.35A (2004), p. 1343-1350.
8. D. A. Hughes, N. Hansen, "High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms", *Acta Materialia*, vol. 45 (1997), p. 3871-3886.
9. M. A. Gibbs, K. T. Hartwig, L. R. Cornwell, R. E. Goforth, E. A. Payzant, "Texture formation in bulk iron processed by simple shear"; *Scripta Materialia*, vol. 39 (1998), p.1699-1704.
10. A. A. Gazder, S. Li, F. H. Dalla Torre, I. J. Beyerlein, C. F. Gu, C. H. J. Davies, E. V. Pereloma, "Progressive texture evolution during equal channel angular extrusion"; *Materials Science and Engineering A*, vol. 437 (2006) p.259-267.
11. S. Li e I. J. Beyerlein, "Modelling texture evolution in equal channel angular extrusion of bcc materials: effects of processing route and initial texture"; *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 13 (2005), p.509-530.
12. J. W. Signorelli, P.A. Turner, V. Sordi, M. Ferrante, E. A. Vieira, R. E. Bolmaro, "Computational modeling of texture and microstructure evolution in Al alloys deformed by ECAE", *Scripta Materialia*, vol. 55 (2006), p. 1099-1102.
13. S. Li, A. A. Gazder, I. J. Beyerlein, E. V. Pereloma, C. H. J. Davies, "Effect of processing route on microstructure and texture development in equal channel angular extrusion of interstitial-free steel"; *Acta Materialia*, vol. 54 (2006), p.1087-1100.