UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

HEIDE HELOISE BERNARDI

**Processamento e caracterização microestrutural de nióbio deformado plasticamente por
extrusão em canal angular**

Lorena – SP
2009

HEIDE HELOISE BERNARDI

Processamento e caracterização microestrutural de nióbio deformado plasticamente por extrusão em canal angular

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

Área de Concentração: Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos.

Orientador: Hugo Ricardo Zschommler Sandim

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

Bernardi, Heide Heloise

Processamento e caracterização microestrutural de nióbio deformado plasticamente por extrusão em canal angular. / Heide Heloise Bernardi; orientador Hugo Ricardo Zschommler Sandim. -- Lorena, 2009.

194 f.: il.

Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo.

1. Nióbio 2. Deformação plástica severa 3. ECAE 4. EBSD
5. Textura 6. Recristalização I. Título.

CDU 669.018

Dedico este trabalho a meus pais Antonio Bernardi e Celina Consoline Bernardi, que sempre foram meu apoio mais sólido.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, a razão de toda existência.

Sou grata aos meus pais, Antonio e Celina, por tudo que hoje sou.

Aos meus irmãos Emerson e Gláucia e a minha cunhada Sandra, que sempre me acompanharam durante essa jornada e entenderam os momentos em que estive ausente.

Ao Jossano por estar ao meu lado. Obrigado pela paciência e compreensão que possui comigo.

Meus agradecimentos também a muitos colegas e amigos, em especial Ésoly M. B. dos Santos, Gisele A. A. Labat, Reny A. Renzetti, Rosely M. Balestra, Rodrigo P. Siqueira e Frederico A. P. Fernandez que tornaram os dias mais alegres e me ofereceram críticas, encorajamento ou consolo.

Às minhas queridas amigas Flávia L. Braghiroli, Ana Cristina M. S. Pinto e Ana Paula Machado, mesmo sem estarem presentes, sempre participaram da minha vida com uma forma toda especial de ser e incentivar.

Ao Sr. Geraldo U. Guedes, meu amigo e professor, pelas incansáveis aulas de inglês.

À Clara Herrera, por tornar os meus finais de semana menos solitários enquanto estive na Alemanha.

À FAPESP, pela concessão da bolsa de Doutorado Direto.

Ao Prof. Dr. Hugo Ricardo Zschommler Sandim pela orientação durante o desenvolvimento deste trabalho.

Ao Dr. Miguel J. R. Barboza e ao Dr. Carlos Y. Shigue da Escola de Engenharia de Lorena (EEL-USP) pela contribuição.

Meus sinceros agradecimentos a todos os funcionários do Departamento de Engenharia de Materiais (EEL-USP).

À Escola de Engenharia de Lorena (EEL-USP).

Ao Dr. Bert Verlinden do Departamento de Metalurgia e Ciência dos Materiais da *Katholieke Universiteit Leuven* (Bélgica) pela deformação via ECAE nas amostras de nióbio monocristalino.

Ao Dr. Karl T. Hartwig e ao Eng. Robert Barber do Departamento de Engenharia Mecânica da *Texas A&M University* (USA) pela deformação via ECAE nas amostras de nióbio monocristalino e policristalino.

Ao Prof. Dr. Maurizio Ferrante do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) pela deformação de nióbio via ECAE com ensaio interrompido.

Ao Dr. Jefferson Fabrício C. Lins e a Msc. Fabiane Silva da Universidade Federal Fluminense (EEIMVR-UFF) pela deformação via ECAE do bicristal de nióbio.

Ao Prof. Dr. Dierk Raabe do *Max-Planck Institut für Eisenforschung* (Alemanha) pela disponibilização do equipamento de EBSD de alta resolução. A técnica Katja Angenendt e a Dr^a Alice B. S. Fanta pelo auxílio no uso do FEG-SEM-EBSD. Agradeço a várias pessoas que me acolheram e facilitaram o meu trabalho durante minha estadia na Alemanha.

Ao Prof. Dr. Ângelo Fernando Padilha e a Dr^a Clarice Terui Kuniishi do Laboratório de Microscopia Eletrônica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da USP, pela disponibilização do equipamento de EBSD convencional.

Ao Dr. Raúl E. Bolmaro do Instituto de Física de Rosário (Universidade Nacional de Rosário - Argentina) pelas medidas de textura e pela ajuda indispensável nos *software* de análises de dados.

Ao Dr. Luiz Henrique de Almeida e a Msc. Rosmary F. de Moraes da Universidade Federal do Rio de Janeiro (COPPE-UFRJ) pela colaboração em relação às imagens obtidas pelo Microscópio Eletrônico de Transmissão.

Ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) pela disponibilização do Microscópio Eletrônico de Transmissão, em especial ao Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso, do Laboratório de Microscopia Eletrônica, pelo auxílio na preparação das amostras e ao Dr. Jefferson Bettini pelo auxílio no uso do microscópio eletrônico de transmissão.

À Andreia Duarte Menezes Teixeira (CBMM - Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração, Araxá - MG), pelas análises dos intersticiais nas amostras de nióbio.

“Faça o que seu coração acha certo – de qualquer forma você será criticado. Você estará perdido se fizer e perdido se não fizer”.

Eleanor Roosevelt

RESUMO

BERNARDI, H. H. **Processamento e caracterização microestrutural de nióbio deformado plasticamente por extrusão em canal angular**. 2009. 194 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) - Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena, Lorena, 2009.

Amostras de nióbio de alta pureza na forma de monocristais, bicristais e policristais foram retiradas de seções longitudinais de lingotes fundidos por feixe eletrônico. As amostras foram deformadas via extrusão em canal angular (ECAE - *Equal Channel Angular Extrusion*) em temperatura ambiente até 8 passes, utilizando a rota B_c numa matriz com ângulo de intersecção entre os canais de $\phi = 90^\circ$. As amostras foram caracterizadas em termos da evolução microestrutural e da textura de deformação. A caracterização microestrutural foi realizada com o auxílio de microscopias ótica, eletrônica de varredura e eletrônica de transmissão, além de medidas de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) para determinação da microtextura e da mesotextura. Medidas de microdureza Vickers foram realizadas para acompanhar o encruamento e o amolecimento das amostras. Um outro monocristal de nióbio foi deformado em 1 passe via ensaio interrompido, utilizando uma matriz com ângulo $\phi = 120^\circ$, a fim de estudar a evolução da textura durante a passagem pelo canal de ECAE. A textura foi determinada por meio de difração de raios X e comparada com os dados da literatura para materiais deformados via ECAE com estrutura CCC e também com as texturas simuladas pelo modelo VPSC (*visco-plastic self-consistent*). No estudo comparativo numa escala maior (monocristal e policristal), verificou-se que houve um refinamento microestrutural significativo após 8 passes. O espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo medido perpendicular à direção de extrusão foi próximo nos dois casos (500 nm), maior que o observado para o monocristal deformado numa escala menor (440 nm). Os resultados mostram ainda que os grãos do policristal deformado são mais equiaxiais que os do monocristal. Amostras foram recozidas isotermicamente para avaliar o comportamento frente ao engrossamento microestrutural. Os resultados mostram que o engrossamento torna-se apreciável, em geral, a partir de 500°C com a ocorrência de recristalização descontínua. Acima de 700°C , o crescimento normal de grão passa a ser o principal mecanismo de engrossamento microestrutural. Efeitos de orientação importantes foram observados no bicristal nos estados encruado e recozido.

Palavras-chaves: Nióbio. Deformação Plástica Severa. ECAE. EBSD. Textura. Recristalização.

ABSTRACT

BERNARDI, H. H. **Processing and microstructural characterization of niobium deformed by equal channel angular extrusion**. 2009. 194 f. Thesis (Doctoral in Science in Materials Engineering) - Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena, Lorena, 2009.

High-purity niobium single crystals, bicrystals and polycrystals were cut out from longitudinal sections of ingots processed by electron beam melting. Samples were deformed by Equal Angular Channel Extrusion (ECAE) at room temperature up to 8 passes, using the route B_c with a die angle $\theta = 90^\circ$. Samples were characterized in terms of their microstructural evolution and deformation textures. Microstructural characterization was performed using optical, scanning electron, and transmission electron microscopies, as well as electron-backscatter diffraction measurements (EBSD) to determine both microtexture and mesotexture. Vickers microhardness testing was performed to follow hardening and softening behaviors in the samples. Another single crystal was deformed by 1 pass in an interrupted ECAE experiment using a die angle $\theta = 120^\circ$ to follow the changes in texture through the extrusion channel. Texture was determined by X ray diffraction and compared with those reported in the literature for deformed bcc materials and also with those predicted using the viscoplastic self-consistent model (VPSC). A comparative study in a larger scale (single and polycrystals) was also performed. It was observed that there is a significant refinement of the microstructure after 8 passes. The average spacing between high angle boundaries perpendicular to extrusion direction was close in the two cases (500 nm), larger than observed in the single crystal deformed in a smaller scale (440 nm). Results also show that ultrafine grains of the deformed polycrystal are more equiaxial compared to those found in the deformed single crystal. Samples were annealed to evaluate their behavior regarding microstructural coarsening. Results show that coarsening becomes noticeable at temperatures higher than 500°C by means of discontinuous recrystallization. Above 700°C, normal grain growth becomes the main microstructure coarsening mechanism. Important orientation effects were observed in the bicrystal in both deformed and annealed states.

Keywords: Niobium. Severe plastic deformation. ECAE. EBSD. Texture. Recrystallization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Representação esquemática da deformação em torção de alta pressão (HTP). Adaptado de [13, 19].....	30
Figura 2. Representação esquemática da deformação via laminação acumulativa (ARB). Adaptado de [19].....	31
Figura 3. Representação esquemática da deformação via forjamento em múltiplos estágios. Adaptado de [20].....	32
Figura 4. Resistência e ductilidade de alguns metais. As linhas cheias marcam o comportamento do cobre (♦) e do alumínio (●) com estruturas de grãos convencionais após laminação. Adaptado de [16].....	35
Figura 5. Representação esquemática da variação do limite de resistência como função relação do tamanho de grão em metais e ligas. Adaptado de [15].....	36
Figura 6. Limite de escoamento em função da temperatura para nióbio deformado por ECAE [41].....	38
Figura 7. Representação esquemática da matriz para prensagem via ECAE. A direção de extrusão (DE), a direção normal (DN) e a direção transversal (DT) são indicadas. Adaptado de [47].....	39
Figura 8. Representação esquemática da variação das possíveis rotas de processamento para ECAE. Adaptado de [23].....	41
Figura 9. Planos preferenciais para deformação por cisalhamento em amostras deformadas por diversas rotas de ECAE em matrizes com ângulo de intersecção de 90° e 120°. Adaptado de [23].....	42
Figura 10. Representação esquemática do canal de ECAE mostrando o plano de cisalhamento. Os elementos numerados 1 e 2 são transpostos por cisalhamento como indicado na parte de baixo da ilustração. Adaptado de [47].....	43
Figura 11. Características do cisalhamento para a rota B _c . Adaptado de [48].....	44
Figura 12. Sistemas de cisalhamentos vistos sobre as direções DE, DT e DN para consecutivos passes usando a rota B _c . Adaptado de [54].....	44
Figura 13. Geometria do canal de ECAE onde ϕ é o ângulo de intersecção dos dois canais e ψ é o ângulo de curvatura do ponto de intersecção, nas condições de (a) $\psi = 0^\circ$ e (b) $\psi \neq 0^\circ$ [57].....	45
Figura 14. Variação da deformação verdadeira (ϵ) em função de ϕ (45°-180°) e ψ (0°-90°). A deformação verdadeira mostrada é para 1 passe de ECAE (N = 1) [61].....	49

Figura 15. Modelo esquemático da evolução de estrutura de discordâncias durante deformação plástica severa [65].....	50
Figura 16. Desenho esquemático de microestruturas no estado encruado em amostras após: a) deformações intermediárias ($\varepsilon = 0,06-0,80$) e b) grandes deformações ($\varepsilon > 1$). Adaptado de [73].....	52
Figura 17. Modelo para refinamento de grão de uma amostra de alumínio deformado por ECAE: (a) subestruturas visíveis no plano DE depois de 1 e 2 passes; (b) subestruturas visíveis no plano DT depois de 1 e 2 passes e (c) subestruturas visíveis nos planos DE e DT depois de 4 e 8 passes, d indica o tamanho do grão. Adaptado de [11].....	55
Figura 18. (a) Figuras de pólo mostrando a textura simulada pelo modelo de Taylor para materiais CCC e (b) a localização das correspondentes orientações principais [81].....	58
Figura 19. Figuras de pólo (110) simulada a partir de uma textura aleatória e deformada até 8 passes de ECAE via rota (a) A, (b) B _a , (c) B _c e (d) C, com $\phi = 90^\circ$, para uma estrutura CCC [82].....	59
Figura 20. Variação da intensidade de textura com o número de passes para diferentes rotas, a partir de uma textura aleatória [82].....	60
Figura 21. ODF obtida pelo modelo VPSC para materiais com estrutura CCC deformados em 8 passes de ECAE, via rota B _c [82].....	60
Figura 22. Figuras de pólo (110) de um aço IF após 1 passe de ECAE, com $\phi = 120^\circ$ (a) resultado experimental e (b) simulação via VPSC [83].....	61
Figura 23. Figuras de pólo (110) de um aço IF após 4 passe de ECAE via rota B _c , com $\phi = 90^\circ$ (a) resultado experimental; (b) simulação via VPSC e (c) simulação via modelo de Taylor [84].....	62
Figura 24. Morfologia da amostra A (monocristais) de mesma orientação inicial processadas por ECAE após 1, 4 e 8 passes.....	67
Figura 25. Morfologia das amostras de nióbio processadas por ECAE (rota B _c) após 8 passes partindo de um (a) monocristal – amostra B e (b) policristal – amostra C. As amostras da parte superior são aquelas antes da deformação.....	68
Figura 26. Morfologia da amostra D (bicristal) processada por ECAE após 1 passe.....	69
Figura 27. Morfologia da amostra E (monocristal) processada por ECAE com ensaio interrompido antes e depois de ser deformada.....	70
Figura 28. Morfologia da amostra E seccionada após processamento por ECAE com ensaio interrompido. Os números indicam a seqüência de amostragem utilizada.....	72

Figura 29. Representação esquemática do canal de ECAE com ensaio interrompido, mostrando os valores dos raios e do ângulo de intersecção entre os canais. Adaptado de [37].....	78
Figura 30. Medidas de microdureza Vickers (HV) em função do número de passes (N) em amostras de Nb monocristalino, Al puro e Al AA6061 policristalinos, Cu-0,44%p Cr-0,2%p Zr, aço IF policristalino, Cu policristalino, Cu-0,17%pZr e Al-Mg-Mn, processados por ECAE em temperatura ambiente usando a rota B _c com ângulo de intersecção $\phi = 90^\circ$	80
Figura 31. Resultados do mapeamento de EBSD da amostra A inicial: (a) mapeamento das orientações (OIM) e (b) figuras de pólo; (c) triângulo de orientações e (d) representação esquemática mostrando a seção onde o mapeamento foi realizado. A seta indica a direção de extrusão (DE).....	81
Figura 32. Micrografia mostrando a seção longitudinal (DN-DE) da amostra A deformada em 1 passe. A seta indica a direção de extrusão (DE) (MEV - BSE).....	83
Figura 33. Micrografia mostrando a seção transversal (DN-DT) da amostra A deformada em 1 passe (MEV - BSE).....	83
Figura 34. Micrografias mostrando a seção transversal (DN-DT) da amostra A deformada em 1 passe: (a) 500x; (b) 10000x (MEV - BSE - <i>field emission gun</i>). O quadrado indica a região ampliada em 10000x.....	84
Figura 35. Resultados do mapeamento via EBSD da amostra A (região central) deformada em 1 passe, (a) mapeamento das orientações (OIM) das regiões bandeadas; (b) figuras de pólo referentes à região 1 e (c) figuras de pólo referentes à região 2, mostradas na OIM.....	86
Figura 36. Resultados do mapeamento via EBSD da amostra A (região central) deformada em 1 passe: (a) mesotextura; (b) mapeamento das orientações (OIM) com as linhas testes e perfil das orientações das regiões (c) 1; (d) 2 e (e) 3.....	87
Figura 37. Resultados do mapeamento via EBSD da amostra A (região da borda) deformada em 1 passe: (a) mapeamento das orientações (OIM) das regiões bandeadas; (b) mesotextura com a linha teste; (c) perfil das orientações ao longo da linha teste; (d) figuras de pólo referentes à região 1 mostrada na OIM e (e) figuras de pólo referentes à região 2. Os contornos de alto ângulo são indicados em preto e os contornos de baixo ângulo em cinza.....	89
Figura 38. Medidas de microdureza da amostra A deformada em 1 passe e recozida; (a) curva de amolecimento das amostras recozidas até 1000°C/1 h e (b) cinética de recristalização em 550°C.....	91
Figura 39. Micrografias mostrando a seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 1 passe de ECAE e recozida em: (a) 500°C/1 h e (b) 600°C/1 h (MEV - BSE).....	93

Figura 40. Micrografias mostrando a seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 1 passe de ECAE e recozida em 550°C durante (a) 5 e (b) 180 min (MEV - BSE).....	94
Figura 41. Micrografias mostrando a seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 1 passe e recozida em 550°C durante 15 min (a) visão geral da seção transversal; (b) visão aumentada da região quadrada mostrando os grãos recristalizados na estrutura bandeada (MEV - BSE - <i>field emission gun</i>).....	95
Figura 42. Resultado do mapeamento via EBSD da amostra A deformada em 1 passe e recozida em 550°C durante 15 min: (a) mapeamento das orientações (OIM) e (b) histograma da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação.....	97
Figura 43. (a) Dados de mesotextura da seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 1 passe e recozida em 550°C durante 15 min, mostrando os contornos de alto e baixo ângulo; b) mapa correspondente ao <i>Kernel average misorientation</i> útil para avaliar a presença de regiões recristalizadas. Contornos de alto ângulo ($\Psi > 15^\circ$) são representados em preto.....	98
Figura 44. Micrografia mostrando a seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 4 passes (MEV - BSE).....	100
Figura 45. Micrografia mostrando a seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 4 passes (MEV - BSE - <i>field emission gun</i>).....	100
Figura 46. Resultados do mapeamento via EBSD de alta resolução da amostra A deformada em 4 passes, (a) mapeamento das orientações (OIM); (b) figuras de pólo referente a região 1 mostrada na OIM e (c) figuras de pólo referente a região 2. Linhas pretas correspondem aos contornos de alto ângulo ($\Psi > 15^\circ$).....	102
Figura 47. Resultados de mesotextura da amostra A (DT-DN) deformada em 4 passes. Contornos de alto ângulo ($\Psi \geq 15^\circ$) são mostrados em preto e os contornos de baixo ângulo ($\Psi < 15^\circ$) em vermelho.....	103
Figura 48. Micrografias mostrando a seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 8 passes: (a) 10000x e (c) 25000x (MEV - BSE - <i>field emission gun</i>).....	105
Figura 49. Resultado do mapeamento via EBSD da seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 8 passes, (a) mapeamento das orientações (OIM) e (b) figuras de pólo.....	106
Figura 50. Resultado do mapeamento via EBSD da seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 8 passes com o perfil das orientações ao longo da linha teste.....	106
Figura 51. (a) Dados de mesotextura referente à seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada por 8 passes (b) dados de mesotextura porém mantendo apenas a indicação dos contornos de alto ângulo. Linhas tracejadas vermelhas marcam regiões onde a subdivisão ocorreu de modo distinto.....	108

Figura 52. Comparação dos histogramas da distribuição dos contornos da Figura 49a referente ao critério adotado para remoção dos pontos não-indexados: (a) sem limpeza e (b) limpeza mediante simples interação e remoção de clusters com menos de 4 pontos (<i>Grain Dilation</i>). As setas indicam pelo menos três contornos (segmentos) que tiveram sua classificação modificada [100].....	111
Figura 53. (a) Mapeamento de EBSD na seção longitudinal (DE-DN) da amostra A após 8 passes mostrando os resultados de mesotextura em função da diferença de orientação adotada: 1°, 1,5° e 2°; (b) medida do tamanho de grão referente ao mapa mostrado em (a).....	112
Figura 54. Curva de amolecimento para a amostra A deformada em 8 passes de ECAE e recozida entre 400 e 900°C por 1 h em vácuo.....	113
Figura 55. Micrografia mostrando a seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes e recozida em 400°C/1 h (MEV - BSE - <i>field emission gun</i>).....	115
Figura 56. Micrografia mostrando a seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes e recozida em 550°C/1 h (MEV - BSE - <i>field emission gun</i>).....	115
Figura 57. Micrografia mostrando a seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes e recozida em 600°C/1 h (MEV - BSE).....	116
Figura 58. Micrografia mostrando a seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes e recozida em 700°C/1 h (MEV - BSE).....	116
Figura 59. Figuras de pólo referente à seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes: (a) estado deformado e em (b) 550°C/1 h; (c) 600°C/1 h e (d) 700°C/1 h.....	118
Figura 60. (a) Mapa das orientações (OIM) referente à seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes e recozida em 550°C/1 h; e figuras de pólo referente a (b) matriz recuperada e (c) grãos recristalizados.....	119
Figura 61. Dados de mesotextura referente à seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes e recozida em (a) 550°C/1 h; (b) área aumentada do retângulo mostrado em (a); (c) 600°C/1 h e (d) 700°C/1 h.....	121
Figura 62. Comparação entre os histogramas de distribuição dos contornos em função da diferença de orientação da amostra A deformada em 8 passes e após tratamento térmico em 550°C/1 h.....	124
Figura 63. Resultados da medida de orientação da amostra B na condição inicial.....	125
Figura 64. Mapa de distribuição de microdureza Vickers na seção transversal (DT-DN) da amostra B deformada em 8 passes de ECAE.....	127

Figura 65. Numa matriz com $\phi = 90^\circ$: (a) distribuição da deformação plástica equivalente em uma barra próximo ao fim de um passe pela matriz e (b) distribuição da deformação plástica equivalente num estágio intermediário da deformação [84].....	127
Figura 66. Micrografia dos planos de extrusão, transversal e normal da amostra B deformada em 8 passes (MEV - BSE - <i>field emission gun</i>).....	131
Figura 67. Micrografia da seção longitudinal (DE-DN) da amostra B deformada em 8 passes (MEV - BSE - <i>field emission gun</i>).....	131
Figura 68. Micrografia da seção transversal (DT-DN) da amostra B deformada em 8 passes (MET - campo claro).....	132
Figura 69. Resultados de textura da seção longitudinal (DE-DN) da amostra B deformada em 8 passes.....	134
Figura 70. Figura de pólo (110) (a) da amostra B deformada em 8 passes e (b) modelo VPSC para materiais policristalinos com estrutura CCC deformados em 8 passes de ECAE via rota B_c [82].....	134
Figura 71. (a) Seções ($\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$) da ODF da amostra B deformada em 8 passes de ECAE e (b) textura obtida por simulação via modelo VPSC para materiais com estrutura CCC deformados em 8 passes de ECAE via rota B_c [82].....	135
Figura 72. Mapeamento de EBSD de alta resolução da amostra B (DE-DT) deformada em 8 passes, (a) mapeamento das orientações (OIM) e (b) figuras de pólo referentes a OIM. A seta branca indica a direção de extrusão.....	136
Figura 73. Dados de mesotextura referente a seção DE-DT da amostra B deformada por 8 passes: (a) mostrando os contornos de alto ângulo ($\Psi \geq 15^\circ$) em preto e os contornos de baixo ângulo ($\Psi < 15^\circ$) em vermelho e (b) mantendo apenas a indicação dos contornos de alto ângulo.....	138
Figura 74. Histograma da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação da amostra B deformada em 8 passes.....	139
Figura 75. Mapa de distribuição de microdureza Vickers na seção transversal (DT-DN) da amostra C na condição inicial.....	140
Figura 76. Micrografias mostrando a seção transversal (DN-DT) da amostra C inicial em 4 regiões distintas (MEV - BSE).....	141
Figura 77. Resultados de textura da seção longitudinal (DE-DN) da amostra C inicial.....	142
Figura 78. Mapa de distribuição de microdureza Vickers na seção transversal (DT-DN) da amostra C deformada em 8 passes.....	143
Figura 79. Micrografia dos planos de extrusão, transversal e normal da amostra C deformada em 8 passes (MEV - BSE - <i>field emission gun</i>).....	145

Figura 80. Micrografia da seção longitudinal (DE-DN) da amostra C deformada em 8 passes (MEV - BSE - <i>field emission gun</i>).....	145
Figura 81. Resultados de textura da seção longitudinal (DE-DN) da amostra C deformada em 8 passes.....	146
Figura 82. Figura de pólo (110) (a) da amostra C deformada em 8 passes e (b) modelo VPSC para materiais com estrutura CCC deformados em 8 passes de ECAE via rota B _c [82].....	147
Figura 83. (a) ODF da amostra C deformada em 8 passes e (b) modelo VPSC para materiais com estrutura CCC deformados em 8 passes de ECAE via rota B _c [82].....	147
Figura 84. Resultado do mapeamento via EBSD de alta resolução da seção DE-DT na amostra C deformada por 8 passes, (a) mapeamento das orientações (OIM) e (b) figuras de pólo referentes a OIM. A seta indica a DE.....	149
Figura 85. (a) figuras de pólo referente a região 1 e (b) figuras de pólo referente a região 2 mostrada na OIM da Figura 84a.....	150
Figura 86. Dados de mesotextura referente a seção DE-DT da amostra C deformada por 8 passes: (a) mostrando os contornos de alto ângulo ($\Psi \geq 15^\circ$) em preto e os contornos de baixo ângulo ($\Psi < 15^\circ$) em vermelho e (b) mantendo apenas a indicação dos contornos de alto ângulo.....	152
Figura 87. Histograma da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação da amostra C deformada em 8 passes.....	153
Figura 88. Curva de amolecimento para as amostras B e C deformadas em 8 passes e recozidas entre 200 e 1100°C por 1 h em vácuo.....	155
Figura 89. Micrografias mostrando a seção DE-DT da amostra B recozida em (a) 500°C/1 h e (b) 550°C/1 h e da amostra C recozida em (c) 500°C/1 h e (d) 550°C/1 h (MEV - BSE - <i>field emission gun</i>). As setas brancas indicam a direção de extrusão.....	157
Figura 90. Mapeamento das orientações (OIM) da amostra B após recozimento em (a) 500°C/1 h e (b) 550°C/1 h.....	159
Figura 91. Figuras de pólo do plano normal (DE-DT) da amostra B deformada em 8 passes (a) estado deformado e em (b) 500°C/1 h e (c) 550°C/1 h.....	159
Figura 92. Mesotextura da amostra B após recozimento em (a) 500°C/1 h e (b) 550°C/1 h e histogramas da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação da amostra recozida em (c) 500°C/1 h e (d) 550°C/1 h.....	160
Figura 93. Mapeamento das orientações (OIM) da amostra C deformada em 8 passes e recozida em (a) 500°C/1 h e (b) 550°C/1 h.....	162
Figura 94. Figuras de pólo do plano normal (DE-DT) da amostra C deformada em 8 passes (a) estado deformado e em (b) 500°C/1 h e (c) 550°C/1 h.....	162

Figura 95. Mesotextura da amostra C após recozimento em (a) 500°C/1 h e (b) 550°C/1 h, e histogramas da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação da amostra recozida em (c) 500°C/1 h e (d) 550°C/1 h.....	164
Figura 96. (a) Mesotextura da amostra C após recozimento em 550°C/1 h destacando as regiões (b) 1, (c) 2 e (d) 3.....	165
Figura 97. Resultados da medida de orientação da amostra D inicial (a) grão 1 e (b) grão 2.....	166
Figura 98. Micrografia dos planos de (a) extrusão, (b) normal e (c) transversal da amostra D deformada em 1 passe (MEV - BSE). A seta branca indica o contorno de grão (CG).....	169
Figura 99. Resultados de textura da amostra D deformada em 1 passe (a) grão 1 e (b) grão 2.....	170
Figura 100. Curvas de amolecimento para a amostra D deformada em 1 passe e recozida entre 400 e 700°C por 1 h em vácuo.....	171
Figura 101. Micrografia da seção transversal (DT-DN) da amostra D deformada em 1 passe e recozida em (a) 400°C; (b) 500°C; (c) 600°C e (d) 700°C durante 1 h (MO). A seta branca indica o contorno de grão (CG).....	173
Figura 102. Micrografia da seção transversal (DT-DN) da amostra D deformada em 1 passe e recozida em 500°C/1 h mostrando o (a) grão 1; (b) contorno e (c) grão 2 e recozida em 600°C/1 h mostrando (d) grão 1; (e) contorno e (f) grão 2 (MEV - BSE).....	174
Figura 103. (a) Morfologia da amostra E processada por ECAE com ensaio interrompido e (b) medidas de dureza Vickers obtidas ao longo do comprimento da amostra E.....	175
Figura 104. Morfologia da amostra E deformada por ECAE com ensaio interrompido.....	177
Figura 105. Micrografias mostrando a microestrutura da amostra E deformada por ECAE com ensaio interrompido nas regiões: (a) 1, (b) 2, (c) 3 e (d) 4 indicadas na Figura 104 (MO).....	177
Figura 106. Detalhe de uma matriz de ECAE com $\phi = 120^\circ$: (a) distribuição da deformação plástica equivalente em uma barra próximo ao fim de um passe pela matriz e (b) distribuição da deformação plástica equivalente em um estágio intermediário da deformação [83].....	178
Figura 107. Resultados de textura da amostra E deformada por ECAE com ensaio interrompido mostrando a evolução da textura ao longo do canal.....	179
Figura 108. Localização das correspondentes orientações para materiais CCC na figura de pólo (110) para 1 passe de ECAE com $\theta = 120^\circ$ [81, 83].....	180

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Algumas propriedades do nióbio puro [4-6].....	28
Tabela 2 - Orientações principais de materiais com estrutura CCC deformados por cisalhamento simples [82].....	61
Tabela 3 - Resultados individuais das análises de intersticiais nas amostras iniciais do monocristal e policristal deformados em 8 passes de ECAE.....	66
Tabela 4 - Nomenclatura das amostras de nióbio.....	66
Tabela 5 - Parâmetros utilizados para as medidas de microdureza Vickers nas amostras B e C.....	73
Tabela 6 - Parâmetros da deformação para as amostras A, B e C.....	77
Tabela 7 - Parâmetros da deformação para a amostra D.....	78
Tabela 8 - Parâmetros da deformação para a amostra E.....	78
Tabela 9 - Fração de contornos de alto ângulo (HAB) da amostra A deformada em 8 passes e recozidas.....	123
Tabela 10 - Espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo da amostra A deformada em 8 passes e recozidas.....	123
Tabela 11 - Valores comparativos de parâmetros microestruturais entre as amostras B e C.....	152
Tabela 12 - Microdureza Vickers dos grãos 1 e 2 presentes na amostra D antes e após a deformação por ECAE (1 passe).....	167
Tabela 13 - Orientações principais para materiais com estrutura CCC deformados em 1 passe de ECAE via rota B _c usando $\phi = 120^\circ$ [83], mostrados na Figura 108.....	180

SUMÁRIO

<u>1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVAS</u>	25
<u>2 REVISÃO DA LITERATURA</u>	27
2.1 MATERIAL	27
2.2 MÉTODOS DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA (DPS)	28
2.3 PROPRIEDADES DOS MATERIAIS PROCESSADOS POR DPS	32
2.4 EXTRUSÃO EM CANAL ANGULAR (ECAE)	39
2.5 REFINAMENTO DE GRÃO EM ECAE	49
2.6 TEXTURAS EM ECAE	57
2.7 APLICAÇÕES	63
<u>3 MATERIAIS E MÉTODOS</u>	65
3.1 MATERIAIS	65
3.2 NOMENCLATURA DAS AMOSTRAS DE NIÓBIO	66
3.3 EXTRUSÃO A FRIO EM CANAL ANGULAR (ECAE)	67
3.3.1 EXTRUSÃO DA AMOSTRA A	67
3.3.2 EXTRUSÃO DAS AMOSTRAS B E C	68
3.3.3 EXTRUSÃO DA AMOSTRA D	69
3.3.4 EXTRUSÃO DA AMOSTRA E	69
3.4 RECOZIMENTO ISOTÉRMICO DAS AMOSTRAS	70
3.5 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA DAS AMOSTRAS	71
3.6 MEDIDAS DE MICRODUREZA VICKERS	73
3.7 MEDIDAS DE DUREZA VICKERS	73
3.8 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL	74
3.8.1 MICROSCOPIA ÓTICA	74
3.8.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	74
3.8.3 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS	75

3.8.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO	75
3.8.5 MEDIDAS DE TEXTURA	76
<u>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO</u>	77
4.1 PROCESSAMENTO VIA ECAE	77
4.2 CURVA DE ENCRUAMENTO DA AMOSTRA A	78
4.3 AMOSTRA A DEFORMADA EM 1, 4, 8 PASSES	81
4.3.1 AMOSTRA A NA CONDIÇÃO INICIAL	81
4.3.2 AMOSTRA A DEFORMADA EM 1 PASSE	82
4.3.2.1 MICROESTRUTURA	82
4.3.2.2 MICROTTEXTURA E MESOTEXTURA	85
4.3.2.3 RECOZIMENTO ISOTÉRMICO	90
4.3.2.3.1 CURVAS DE AMOLECIMENTO	90
4.3.2.3.2 MICROESTRUTURA	91
4.3.2.3.3 MICROTTEXTURA E MESOTEXTURA	96
4.3.3 AMOSTRA A DEFORMADA EM 4 PASSES	98
4.3.3.1 MICROESTRUTURA	98
4.3.3.2 MICROTTEXTURA E MESOTEXTURA	101
4.3.4 AMOSTRA A DEFORMADA EM 8 PASSES	103
4.3.4.1 MICROESTRUTURA	103
4.3.4.2 MICROTTEXTURA E MESOTEXTURA	104
4.3.4.3 RECOZIMENTO ISOTÉRMICO	113
4.3.4.3.1 CURVA DE AMOLECIMENTO	113
4.3.4.3.2 MICROESTRUTURA	114
4.3.4.3.3 MICROTTEXTURA E MESOTEXTURA	117
4.4 AMOSTRAS B E C DEFORMADAS EM 8 PASSES	124
4.4.1 AMOSTRA B DEFORMADA EM 8 PASSES	124
4.4.1.1 AMOSTRA B NA CONDIÇÃO INICIAL	124
4.4.1.1.1 ORIENTAÇÃO INICIAL	124

4.4.1.2 AMOSTRA B DEFORMADA	125
4.4.1.2.1 MICRODUREZA VICKERS	125
4.4.1.2.2 MICROESTRUTURA	128
4.4.1.2.3 TEXTURA	133
4.4.1.2.4 MICROTTEXTURA E MESOTTEXTURA	135
4.4.2 AMOSTRA C DEFORMADA EM 8 PASSES	139
4.4.2.1 AMOSTRA C NA CONDIÇÃO INICIAL	139
4.4.2.1.1 MICRODUREZA VICKERS	139
4.4.2.1.2 MICROESTRUTURA	140
4.4.2.1.3 TEXTURA	141
4.4.2.2 AMOSTRA C DEFORMADA	142
4.4.2.2.1 MICRODUREZA VICKERS	142
4.4.2.2.2 MICROESTRUTURA	144
4.4.2.2.3 TEXTURA	146
4.4.2.2.4 MICROTTEXTURA E MESOTTEXTURA	148
4.4.3 RECOZIMENTO ISOTÉRMICO DAS AMOSTRAS B E C DEFORMADAS EM 8 PASSES	153
4.4.3.1 CURVAS DE AMOLECIMENTO	153
4.4.3.2 MICROESTRUTURA	155
4.4.3.3 MICROTTEXTURA E MESOTTEXTURA	158
4.5 AMOSTRA D DEFORMADA EM 1 PASSE	166
4.5.1 AMOSTRA D NA CONDIÇÃO INICIAL	166
4.5.1.1 TEXTURA	166
4.5.2 AMOSTRA D DEFORMADA	167
4.5.2.1 CURVA DE ENCRUAMENTO	167
4.5.2.2 MICROESTRUTURA	167
4.5.2.3 TEXTURA	170
4.5.3 RECOZIMENTO ISOTÉRMICO DA AMOSTRA D	171
4.5.3.1 CURVAS DE AMOLECIMENTO	171

4.5.3.2 MICROESTRUTURA	172
4.6 AMOSTRA E DEFORMADA EM ECAE COM ENSAIO INTERROMPIDO	175
4.6.1 DUREZA VICKERS	175
4.6.2 MICROESTRUTURA	176
4.6.3 TEXTURA	178
<u>5 CONCLUSÕES</u>	181
5.1 AMOSTRA A DEFORMADA EM 1, 4 E 8 PASSES DE ECAE	181
5.2 AMOSTRAS B E C DEFORMADAS EM 8 PASSES DE ECAE	182
5.3 AMOSTRA D DEFORMADA EM 1 PASSE DE ECAE	184
5.4 AMOSTRA E DEFORMADA EM ECAE COM ENSAIO INTERROMPIDO	184
REFERÊNCIAS	186

1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVAS

Nióbio de alta pureza é um material bastante dúctil cuja utilização em algumas aplicações supercondutoras, ou mesmo na manufatura de componentes estruturais, é limitada devido à sua baixa tensão de escoamento (100-200 MPa). Uma alternativa comumente utilizada para endurecer o nióbio consiste na adição controlada de elementos de liga substitucionais (endurecimento por solução sólida). Neste caso, a resistividade do metal no estado normal aumenta significativamente limitando a aplicação em diversos sistemas supercondutores. Uma alternativa viável é a aplicação de deformação plástica severa (DPS) para promover o aumento dos limites de escoamento e de resistência do nióbio mediante o refinamento microestrutural numa escala abaixo de 1 μm e a conseqüente formação de uma elevada fração de contornos de alto ângulo induzidos por deformação plástica (mecanismo de *Hall-Petch*).

Dentre as diversas técnicas de DPS disponíveis atualmente, a extrusão em canal angular (do inglês, ECAE - *Equal Channel Angular Extrusion*) ou prensagem em canal angular (do inglês, ECAP - *Equal Channel Angular Pressing*), é uma das mais simples e a que demanda menores custos operacionais, além de manter a seção transversal do material inalterada. No processamento via ECAE, a deformação ocorre mediante a passagem do metal em dois canais de mesma seção transversal. Uma outra vantagem desta técnica é a possibilidade de se deformar o nióbio em temperatura ambiente evitando, assim, a pronta recuperação da estrutura e problemas associados à oxidação ou fragilização (absorção de intersticiais durante o processamento). Esta técnica foi desenvolvida por V.M. Segal ainda nos anos 70 na extinta União Soviética; entretanto, o potencial para aplicação na obtenção de materiais com estrutura fina de grãos via DPS é creditado a R.Z. Valiev no início dos anos 90.

A deformação por ECAE foi escolhida para a realização deste trabalho de Doutorado por ser uma técnica apropriada para a obtenção de materiais com estruturas ultrafinas. Os resultados da caracterização microestrutural das amostras de nióbio de alta pureza nas formas de monocristal, bicristal e policristal deformados por ECAE em temperatura ambiente são apresentados e discutidos. As amostras estudadas, portanto, diferem quanto à presença ou não de interfaces (contornos de grão) no estado inicial.

No caso dos monocristais, o objetivo principal foi o de acompanhar a subdivisão do cristal em função do aumento do número de passes. Foi possível também acompanhar a evolução da textura cristalográfica de um outro monocristal durante a passagem pelo canal num ensaio interrompido propositalmente. Para o bicristal, o objetivo foi o de comparar as respectivas subestruturas encontradas em cada um dos grãos e, principalmente, acompanhar o início da recristalização no contorno de grão e os efeitos de orientação associados à recristalização. Por fim, amostras maiores nas formas de um monocristal (sem interfaces) e de um policristal (com interfaces) foram deformadas em condições semelhantes numa escala maior para comparar as subestruturas desenvolvidas (grau de refinamento).

Em todos os casos estudados, amostras representativas foram recozidas isotermicamente para avaliar a resistência destas microestruturas finamente subdivididas frente ao engrossamento promovido pela migração de contornos de alto ângulo (avaliação da estabilidade térmica). Dependendo da faixa de temperatura utilizada, recristalização e crescimento de grão puderam ser observados nas amostras de nióbio processadas por ECAE.

A caracterização microestrutural das amostras incluiu a observação junto aos microscópios eletrônicos de varredura e de transmissão, a realização de medidas de microtextura e mesotextura via difração de elétrons retroespalhados - EBSD (convencional e de alta resolução), medidas de textura via difração de raios X e medidas de microdureza Vickers.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 MATERIAL

Nióbio comercialmente puro é um material bastante macio e dúctil. De um modo geral, seu limite de escoamento oscila na faixa entre 100-200 MPa. No caso de dispositivos supercondutores que exijam maior resistência mecânica, a aplicação de deformação plástica severa (DPS) pode ser bastante eficiente para promover o endurecimento sem afetar as condutividades térmica e elétrica do nióbio [1], tal como ocorre quando o endurecimento se faz por meio de adição de elementos de liga (substitucionais e intersticiais).

Além de sua utilização predominante na forma de ligas-mãe (Fe-Nb e Ni-Nb) para adição em aços e superligas, outros exemplos de sua utilização incluem a confecção de componentes para a indústria química (revestimento para reatores químicos, válvulas e tubos) e na fabricação de dispositivos para uso em altas temperaturas, dentre outras. Uma detalhada descrição da metalurgia extrativa do nióbio e suas aplicações pode ser encontrada nas referências [2, 3].

A escolha do nióbio para este estudo é justificada pelos seguintes motivos: (a) o metal é bastante dúctil; (b) nenhuma transformação de fase ocorre no intervalo entre a temperatura ambiente e o seu elevado ponto de fusão; (c) a influência das impurezas em mecanismos de retardamento da movimentação de contornos de baixo e de alto ângulo é bastante minimizada e (d) nióbio é um metal estratégico e possui aplicações relevantes em engenharia. Algumas propriedades físicas do nióbio são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 - Algumas propriedades do nióbio puro [4-6].

Estrutura cristalina	Cúbica de corpo centrado (CCC)
Parâmetro de rede	0,3294 nm
Peso atômico	92,90
Vetor de Burgers (b)	0,286 nm
Densidade a 20°C	8,57 g/cm ³
Ponto de fusão	2468°C
Módulo de cisalhamento (G)	44,3 GPa
Limite de resistência à tração em:	
20°C	172 MPa
800°C	103 MPa
1200°C	34 MPa
Limite de escoamento em:	
20°C	103 MPa
800°C	69 MPa
1200°C	13 MPa
Módulo de Young em:	
20°C	98,5 MPa
800°C	82,7 MPa
1200°C	75,8 MPa
Coeficiente de Poisson a 25°C	0,38

2.2 MÉTODOS DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA (DPS)

O estudo de materiais processados por meio de DPS tem recebido uma atenção especial devido às grandes mudanças que ocorrem nas propriedades e na microestrutura dos materiais. Este interesse surgiu porque as técnicas de DPS promovem grandes deformações no material sem alterar a seção transversal das amostras. A elevada densidade de discordâncias tende a se rearranjar levando à formação de uma microestrutura de granulação fina [7]. Há duas grandes vantagens de se processar materiais via DPS. Em primeiro lugar, algumas técnicas têm um potencial para produção de amostras relativamente grande sem que ocorra a redução da seção transversal, tal como ocorre nas técnicas convencionais [8]. Em segundo

lugar, pode-se aplicar a DPS em uma vasta gama de ligas metálicas (a frio ou a quente), desde que o ferramental disponível seja suficientemente resistente para processá-las [9-11]. Além disso, o material deve possuir uma ductilidade mínima para assegurar o êxito do processamento [11]. A aplicação de técnicas de DPS em metais e ligas convencionais tem permitido a produção de materiais ultrafinos e até mesmo nanocristalinos com elevada fração de contornos de alto ângulo ($\Psi \geq 15^\circ$, onde Ψ é a diferença de orientação) [12-17].

As vantagens que resultam do intenso processo de refinamento microestrutural são as combinações únicas de propriedades mecânicas exibidas por esta nova classe de materiais avançados. Nos materiais deformados por processos convencionais tais como laminação, forjamento e trefilação, a deformação plástica real (ϵ) imposta é geralmente menor que 2. Para maiores deformações, as espessuras dos materiais tornam-se pequenas inviabilizando as aplicações em partes estruturais. Para impor uma deformação extremamente alta, sem mudar as dimensões do material deformado, muitos processos de DPS foram desenvolvidos.

Há diversas técnicas de DPS disponíveis atualmente para se processar materiais metálicos. As mais utilizadas são: (a) torção em alta pressão (HTP), (b) laminação acumulativa (ARB), (c) forjamento em múltiplos estágios e (d) extrusão em canal angular (ECAE ou ECAP).

A torção em alta pressão (do inglês, HTP - *High Pressure Torsion*) é um dos métodos de DPS que tem sido amplamente usado, não só para o refinamento da microestrutura do material, mas também como para consolidação de pó. Nesta técnica, a amostra na forma de um disco fino é colocada em um canal fechado (Figura 1). O torque do punção provido pela aplicação de uma alta pressão hidrostática promove a fricção entre o punção e a amostra, assim o material é deformado por torção [13, 18, 19]. As desvantagens deste método são: (a) o tamanho das amostras (discos relativamente pequeno) e (b) a

microestrutura produzida é dependente da pressão aplicada e da localização dentro do disco (varia ao longo de r) [19].

Figura 1. Representação esquemática da deformação em torção de alta pressão (HTP). Adaptado de [13, 19].

Outra técnica utilizada para refinamento da microestrutura é a laminação acumulativa (do inglês, ARB - *Accumulative Roll Bonding*). A deformação via ARB consiste basicamente da junção de duas chapas do material e posterior laminação convencional. Primeiramente, duas chapas do metal de dimensões iguais são desengraxadas (limpeza superficial) e escovadas a fim de facilitar a junção. As placas são unidas, tratadas termicamente abaixo da temperatura de recristalização do material e laminadas. O material laminado é seccionado em duas partes iguais e o processo é repetido várias vezes até atingir a deformação desejada (Figura 2) [18, 19].

A deformação por ARB é um dos processos de DPS que pode ser facilmente ajustado às necessidades industriais, pois é uma adaptação de um processo de deformação convencional já existente. O processo ARB tem a vantagem de produzir grandes chapas do material com uma espessura uniforme e uma microestrutura de grãos finos, entretanto alguns

problemas podem surgir durante o processo, como trincas ou introdução de óxidos nas interfaces [18].

Figura 2. Representação esquemática da deformação via laminação acumulativa (ARB). Adaptado de [19].

O forjamento em múltiplos estágios (do inglês, *Multiple Forging*) foi desenvolvido a partir do forjamento convencional. Esta técnica consiste em comprimir uma barra do metal, seguido de rotação e subsequente compressão, como mostra a Figura 3. A deformação deve ser feita em altas temperaturas para prevenir trincas. O processo é repetido em todas as faces do material de tal maneira que as dimensões cúbicas são restauradas na terceira compressão. A formação de uma microestrutura com grãos finos provem da repetição no processo de forjamento. Esta técnica de DPS não é tão efetiva para refinamento de grãos como as outras técnicas citadas anteriormente (ECAE e HTP, por exemplo) [13, 18].

Figura 3. Representação esquemática da deformação via forjamento em múltiplos estágios. Adaptado de [20].

Uma das técnicas mais estudadas de DPS é a deformação em extrusão angular (ECAE). Esta técnica tem sido aprimorada nos últimos anos, mas, de um modo geral, o processo convencional consiste em pressionar um tarugo (cilíndrico ou barra com seção quadrada) por dois canais de mesma seção transversal que se encontram formando um ângulo ϕ qualquer (ângulo de intersecção) [21-23]. O ECAE foi a técnica de DPS escolhida para deformar amostras de nióbio nas formas de monocristal, bicristal e policristal, e será mais bem detalhado no item 2.4.

2.3 PROPRIEDADES DOS MATERIAIS PROCESSADOS POR DPS

O interesse em materiais com estrutura de grãos ultrafinos e nanoestruturados se deve principalmente às novas propriedades físicas e mecânicas encontradas em materiais com este tipo de estrutura. Propriedades fundamentais sofrem significantes mudanças em materiais

nanocristalinos processados por métodos de DPS. Estes materiais podem exibir um elevado limite de resistência sem a perda significativa da ductilidade e, em outros casos, elevados valores de vida em fadiga e ainda manter uma considerável tenacidade [16]. Outras mudanças importantes reportadas em metais e ligas convencionais incluem ainda o aumento do módulo de elasticidade [24] e das temperaturas de Debye [25] e Curie [26].

Entretanto, alguns estudos [27, 28] mostraram que embora materiais nanocristalinos demonstrem alta resistência ou dureza, eles possuem baixa ductilidade ou até mesmo alta fragilidade, produzindo problemas para futuras aplicações estruturais [16, 29, 30]. Uma razão para este comportamento é que os mecanismos de deformação plástica associados com a geração e movimentação das discordâncias podem não ser ativados em materiais nanoestruturados [16].

O refinamento de grão, como se sabe, promove o aumento da resistência mecânica de acordo com o clássico mecanismo de *Hall-Petch*. Entretanto, este ganho na resistência contribui para a diminuição da ductilidade do material. É importante notar que processamentos via DPS podem conduzir a uma redução na ductilidade, que é geralmente menor que a observada em materiais processados por técnicas convencionais [31]. Resistência e ductilidade são propriedades mecânicas fundamentais de qualquer material. Materiais podem ser resistentes ou dúcteis, mas raramente ambos. Recentes estudos, entretanto, mostraram que materiais nanoestruturados (titânio e cobre processados via DPS) podem conduzir a uma combinação sem igual de alta resistência e ductilidade, como é mostrado na Figura 4 [16].

Uma solução para obter resistência e ductilidade foi sugerida por Wang e colaboradores [30], que estudaram cobre nanocristalino produzido através de uma combinação de ECAE e laminação em baixas temperaturas e subsequente recozimento em torno de 177°C. O resultado foi uma estrutura bimodal de tamanho de grãos (com uma fração

de volume de $\sim 25\%$) em uma matriz de grãos ultrafinos (< 300 nm). O material mostrou alta ductilidade, mas também reteve sua alta resistência. Os autores acreditam que a razão para este comportamento é que, enquanto os grãos ultrafinos asseguram maior resistência, os grãos grosseiros estabilizam a tensão de deformação do material. Portanto, parece ser razoável esperar que deformação plástica severa e os tratamentos térmicos possam ser aplicados a materiais para produzir uma estrutura bimodal e obter, deste modo, materiais nanoestruturados que combinem alta resistência e ductilidade. Assim, torna-se necessário estudar a estabilidade térmica de materiais deformados por DPS, com o propósito de aperfeiçoar a ductilidade do material com uma mínima perda na resistência [32].

Uma segunda alternativa está baseada na possível formação de estruturas de grãos ultrafinos com contornos de alto ângulo capazes de sofrer escorregamento em baixas temperaturas [13]. O escorregamento de contornos de grão (*grain boundary sliding*) é um processo difusional e normalmente ocorre em altas temperaturas. Porém, para materiais produzidos via DPS pode acontecer em temperaturas mais baixas, pois a difusão é mais rápida devido à presença de uma elevada fração de contornos de grão fora de equilíbrio. Deste modo, o escorregamento destes contornos de grão é facilitado nestes materiais levando a um aumento na ductilidade [16, 30].

Figura 4. Resistência e ductilidade de alguns metais. As linhas cheias marcam o comportamento do cobre (♦) e do alumínio (●) com estruturas de grãos convencionais após laminação. Adaptado de [16].

Além das propriedades mecânicas, como alta resistência e boa ductilidade, outro ponto importante é verificar se existe ou não desvio do comportamento frente à relação de *Hall-Petch* [13]. Para um material que possui diâmetro médio de grão $d \geq 1 \mu\text{m}$, uma morfologia equiaxial, sem a presença de precipitados e com textura fraca, a aplicação de uma tensão uniaxial leva à movimentação das discordâncias que se multiplicam e se empilham nas imediações dos contornos de grãos. Os contornos de grão desempenham um papel decisivo durante a deformação plástica de cristais onde o tamanho de grão é maior do que 100 nm [33]. Neste caso, a tensão de escoamento varia com o tamanho de grão obedecendo a relação de *Hall-Petch*:

$$\sigma = \sigma_0 + k \cdot d^{-1/2} \quad (1)$$

onde σ é o tensão de escoamento, σ_0 é a tensão de atrito que se opõe ao movimento das discordâncias, k é a constante que representa uma medida da extensão do empilhamento de discordâncias nos contornos e d o diâmetro médio do grão [34].

Para materiais com granulação fina (> 10 nm), o fortalecimento do material pode ser explicado pelo mecanismo de *Hall-Petch*, onde o empilhamento das discordâncias no contorno de grão é o mecanismo principal para o aumento da resistência [15]. No caso de materiais nanocristalinos, existe uma restrição de tamanho de grão (~ 10 nm) para o qual a partir desta dimensão a resistência diminui, como mostra a Figura 5. Há de se ressaltar que este valor (10 nm) é meramente indicativo, podendo variar de material para material. Materiais que apresentam este comportamento obedecem a chamada *relação inversa de Hall-Petch* [15, 16, 35, 36].

Figura 5. Representação esquemática da variação do limite de resistência como função relação do tamanho de grão em metais e ligas. Adaptado de [15].

Quando o tamanho de grão de materiais processados por DPS torna-se muito pequeno, tipicamente menor que 10 nm, podem ser iniciados novos mecanismos de deformação que tem um papel significativo no comportamento mecânico [37]. A produção de materiais com grãos finos, obtidos por DPS, implica na criação de uma grande quantidade de interfaces, que resulta em estruturas bastante heterogêneas. Dependendo do material

deformado, não se observa somente uma variedade no tamanho e na forma dos grãos, mas também a presença de maclas de deformação [33], poros e precipitados [13, 33].

As contribuições dos mecanismos de deformação intragranular e intergranular são de difícil avaliação em materiais nanocristalinos. É razoável esperar, porém, que a contribuição dos contornos de grãos aumente quando o tamanho de grão diminui. Entretanto, nestes materiais, o mecanismo convencional de deslizamento de discordâncias não ocorre, ou seja, não há o empilhamento de discordâncias quando o tamanho de grão é menor do que um valor crítico [38, 39]. Dessa maneira, a relação de *Hall-Petch* não é válida em situações em que o tamanho dos cristalitos se torna menor que o espaçamento médio entre as discordâncias presentes e/ou o tamanho estável de anéis de discordâncias [35, 36, 40]. Em particular, para entender o comportamento de materiais nanocristalinos em geral, é importante entender como grãos com tamanhos pequenos afetam o processo de emissão/propagação das discordâncias e o deslizamento de contornos de grãos. A emissão de discordâncias parciais em contornos de grão se torna um mecanismo de deformação principal quando o tamanho de grão for menor que 50 - 100 nm [37]. Segundo Farkas e colaboradores [39], que realizaram um estudo atomístico em amostras nanocristalinas de níquel com grãos colunares, a relação inversa de *Hall-Petch* pode ser um fenômeno dependente da temperatura, governado pela competição relativa da taxa de emissão de discordâncias e o fenômeno de escorregamento de contorno de grão que controla a deformação.

Propriedades físicas e mecânicas de materiais nanoestruturados (onde o tamanho de grão é menor do que 100 nm) e ultrafinos (tamanho de grão entre 100 - 1000 nm) são o foco de muitas investigações nos últimos anos. A possibilidade de produção de amostras com grãos ultrafinos via DPS em escala industrial faz com que eles se tornem atrativos para aplicações em engenharia e para criar novas oportunidades para explorar estas propriedades específicas em comparação com materiais de granulação “grosseira” [29]. Uma tarefa importante seria

então identificar e quantificar a inter-relação entre estes mecanismos de deformação alternativos e assim determinar a influência deles no comportamento mecânico de metais de granulação fina.

Smirnov e colaboradores [41] deformaram nióbio policristalino via ECAE em 16 passes utilizando a rota B_c. O tamanho de grão obtido para o nióbio deformado foi menor que 200 nm. Neste material, os autores estudaram as propriedades mecânicas (ensaio de tração) obtidas em baixas temperaturas. O interesse em deformar nióbio em baixas temperaturas é avaliar como sua transição ao estado supercondutor afeta as características da deformação plástica. A temperatura de transição para o nióbio não deformado é próxima a 9,2 K. A Figura 6 mostra um gráfico do limite de escoamento em função da temperatura do ensaio para nióbio deformado por ECAE. Para temperatura ambiente foi obtido um valor em torno de 600 MPa para nióbio deformado [41], sendo que, para nióbio comercialmente puro a tensão de escoamento é em torno de 100-200 MPa. Portanto, este resultado mostra que a DPS é uma alternativa viável para promover o aumento do limite de escoamento do nióbio mediante o refinamento microestrutural. À medida que a temperatura diminui, a resistência mecânica aumenta consideravelmente chegando a cerca de 1,8 GPa numa temperatura de 4,2 K (He líquido).

Figura 6. Limite de escoamento em função da temperatura para nióbio deformado por ECAE [41].

2.4 EXTRUSÃO EM CANAL ANGULAR (ECAE)

Durante a deformação via ECAE, o material na forma cilíndrica ou uma barra com seção quadrada é pressionado ao longo de dois canais de mesma seção transversal que se encontram formando um ângulo ϕ qualquer [42, 43], como mostra a Figura 7. Dependendo do material processado e das propriedades desejadas, este ângulo pode variar entre 90° a $157,5^\circ$ [42, 44, 45]. Deste modo, é possível repetir a prensagem diversas vezes visando alcançar elevados níveis de deformação plástica [13, 22, 43]. Esta é uma característica importante no processo de DPS e que o distingue dos processos convencionais (laminação e trefilação, por exemplo) [37]. Apesar da introdução de grandes tensões, a amostra emerge no final do canal sem experimentar qualquer mudança na seção transversal. A natureza da subestrutura obtida após a extrusão em canal angular praticamente independe do tamanho inicial da amostra, entretanto, as regiões inicial e final das amostras devem ser descartadas em função de apresentarem estruturas menos homogêneas e a existência de possíveis artefatos durante o processamento (atrito canal-amostra) [46].

Figura 7. Representação esquemática da matriz para prensagem via ECAE. A direção de extrusão (DE), a direção normal (DN) e a direção transversal (DT) são indicadas. Adaptado de [47].

A seção transversal (circular ou quadrada) do canal da ferramenta fornece a possibilidade de processar materiais por diversas rotas diferentes, que se distinguem entre si pelas variadas combinações possíveis proporcionadas pela rotação da amostra em torno do seu próprio eixo. Existem quatro rotas clássicas de processamento que são usadas na deformação via ECAE e são classificadas como rotas A, B_a, B_c e C. Na rota A, a amostra é processada sem a rotação entre cada passe, na rota B_a a amostra é girada em 90° entre cada ciclo de extrusão em direções alternadas ($\pm 90^\circ$), na rota B_c a amostra é girada em 90° entre cada ciclo de extrusão sempre na mesma direção (+ 90°) e na rota C a amostra é girada em 180° após cada ciclo de extrusão [48-50]. A Figura 8 mostra as diversas rotas possíveis de ECAE. Segal [42] foi o primeiro a notar a oportunidade de desenvolver diferentes microestruturas em qualquer material girando a amostra entre os passes sucessivos, desde que qualquer rotação muda o plano e a direção de cisalhamento quando a amostra é prensada através do canal.

Zhu e Lowe [23] analisaram os diferentes e contraditórios resultados na literatura para o alumínio e suas ligas processados pelas rotas A, B_a, B_c e C. Eles concluíram que a inconsistência nos dados pesquisados se deve a uma possível relação existente entre a evolução da textura e o plano de cisalhamento ativado por cada uma das rotas de ECAE empregadas. Iwahashi e colaboradores [51, 52] verificaram que a rota B_c é mais efetiva que a rota A e Oh-Ishi e colaboradores [53] compararam as rotas B_a e B_c usando um ângulo $\phi = 90^\circ$ e também verificaram que a rota B_c é a mais efetiva do que a rota B_a em relação ao refinamento microestrutural. Esta é a razão pela qual a rota B_c foi escolhida para o processamento das amostras de nióbio. Furukawa e colaboradores [48] também realizaram análises para as diferentes rotas (A, B_a, B_c e C) e concluíram que as alterações microestruturais ocorrem mais rapidamente quando os materiais são processados via rota B_c.

Para cada rota mencionada e para cada ângulo ϕ usado, os planos de cisalhamento e conseqüentemente as modalidades de deformação são diferentes, como ilustra esquematicamente a Figura 9.

Figura 8. Representação esquemática da variação das possíveis rotas de processamento para ECAE. Adaptado de [23].

Figura 9. Planos preferenciais para deformação por cisalhamento em amostras deformadas por diversas rotas de ECAE em matrizes com ângulo de intersecção de 90° e 120° . Adaptado de [23].

A deformação via ECAE se baseia na aplicação de deformação plástica via cisalhamento simples em múltiplos passes [22, 42, 43, 45]. Deste modo, o cisalhamento simples é imposto no plano de cisalhamento entre a intersecção dos canais, atuando como principal mecanismo de deformação da amostra, como mostra a Figura 10. Para simplificar, é assumido que o ângulo de intersecção entre os dois canais é $\phi = 90^\circ$ [37, 47, 54].

Figura 10. Representação esquemática do canal de ECAE mostrando o plano de cisalhamento. Os elementos numerados 1 e 2 são transpostos por cisalhamento como indicado na parte de baixo da ilustração. Adaptado de [47].

Para entender o cisalhamento associado às diferentes rotas de processamento, é conveniente considerar-se a deformação de um cubo passando através de um canal de ECAE. As representações esquemáticas da Figura 11 descrevem a distorção associada no elemento cúbico quando a amostra é prensada por repetidos passes através do canal, na rota B_c com ângulo de intersecção $\phi = 90^\circ$ e ângulo de curvatura do canal $\psi = 0^\circ$. Assim, a face do cubo é uma seção quadrada inicialmente sem deformação, mas quando deformado através do canal de ECAE o elemento cúbico sofre distorção e isto conduz às configurações mostradas esquematicamente na Figura 11, onde o elemento cúbico é visto em planos da seção cortada nas três direções ortogonais geradas por DE, DT e DN, para um máximo de 8 passes [48]. O segundo passe pelo canal, conduz ao alongamento da microestrutura em cada plano, aumentando as distorções na DE e DN. Na Figura 11 observa-se que a cada 4 passes de ECAE o elemento cúbico é restaurado na rota B_c [37, 48, 54].

Para colocar estas representações em perspectiva, é conveniente considerar os planos de cisalhamento que são ativados dentro do material na rota B_c . Os diferentes sistemas de cisalhamento associados com a rota B_c são mostrados na Figura 12 onde os planos rotulados de 1 a 4 denotam o cisalhamento nos primeiros quatro passes através do canal de ECAE. A Figura 12 demonstra que materiais processados através da rota B_c provocam a intersecção dos planos à 120° e também que esta rota é um processo de tensão redundante porque o escorregamento no primeiro passe é cancelado pelo do terceiro passe e o cisalhamento do segundo passe é cancelado pelo do quarto passe [37, 54]. A deformação via ECAE conduz a uma significativa distorção dos grãos equiaxiais grosseiros que estão presentes no material, pelo menos nas fases iniciais do processo. Esta correlação inclui as distorções dos grãos em nível macroscópico e os sistemas de deslizamentos predominantes dentro dos grãos nos três planos ortogonais [37].

Rota	Plano	Número de Passes								
		0	1	2	3	4	5	6	7	8
B_c	DE
	DT
	DN

Figura 11. Características do cisalhamento para a rota B_c . Adaptado de [48].

Figura 12. Sistemas de cisalhamentos vistos sobre as direções DE, DT e DN para consecutivos passes usando a rota B_c . Adaptado de [54].

Muitas características microestruturais dos materiais processados via ECAE, tais como tamanho e forma de distribuição dos grãos, textura e comportamento frente ao encruamento, são altamente dependentes da rota de processamento escolhida [45]. Entretanto, outros parâmetros do processo de extrusão também devem ser observados tais como a temperatura na qual as amostras são processadas, o número de passes aplicados, a pressão, a velocidade de extrusão e o ângulo entre os canais (ϕ e ψ) [45, 55, 56], além das propriedades dos materiais que serão submetidos à deformação via ECAE, tais como a estrutura cristalina, a energia de defeito de empilhamento (EDE), a microestrutura inicial e a presença ou não de elementos de ligas [45, 56].

A geometria do canal também é um parâmetro muito importante neste processo. Os canais bem produzidos (eletroerosão, retífica e nitretação, por exemplo) proporcionam baixos coeficientes de atrito e, nestas condições, uma deformação cisalhante (γ) homogênea e uniforme dependerá do ângulo da ferramenta, como mostra a Figura 13.

Figura 13. Geometria do canal de ECAE onde ϕ é o ângulo de intersecção dos dois canais e ψ é o ângulo de curvatura do ponto de intersecção, nas condições de (a) $\psi = 0^\circ$ e (b) $\psi \neq 0^\circ$ [57].

A Figura 13a mostra dois canais de ECAE, intersectados num ângulo ϕ qualquer e um ângulo ψ . Um elemento, na forma de um quadrado com as dimensões $abcd$, torna-se deformado por cisalhamento simples através da passagem pelo canal, obtendo uma configuração $a'b'c'd'$. Usando estas notações, a deformação cisalhante (γ) pode ser dada por:

$$\gamma = \frac{a'q}{qd'} \quad (2)$$

Onde $qd' = ad$ e $ab' = dc' = a'p = pq = ad \cot(\phi/2)$ então $a'q = 2ad \cot(\phi/2)$.

Conseqüentemente, para uma condição onde $\psi = 0$ [57-60] tem-se a equação (3):

$$\gamma = 2 \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) \quad (3)$$

A deformação cisalhante depois de múltiplos passes (N) [43] é dada pela equação (4):

$$\gamma = 2N \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) \quad (4)$$

Para a deformação via ECAE, a relação entre deformação cisalhante (γ) e a deformação verdadeira (ϵ) pode ser calculada pelo critério de von Mises, dado pela equação (5):

$$\sigma_{VM} = \frac{1}{\sqrt{2}} \left[(\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + (\sigma_z - \sigma_x)^2 + 6(\tau_{xy}^2 + \tau_{yz}^2 + \tau_{xz}^2) \right]^{1/2} \quad (5)$$

Considerando que as tensões σ_x , σ_y , σ_z , τ_{yz} e τ_{xz} são iguais à zero, pois a deformação em ECAE ocorre por cisalhamento simples, a equação (5) se reduz à:

$$\sigma_{VM} = \tau_{xy} \sqrt{3} \quad (6)$$

A tensão (τ) e a deformação (γ) cisalhante são proporcionais uma a outra, por meio da expressão:

$$\tau_{xy} = \gamma_{xy} \cdot G \quad (7)$$

Onde G (módulo de cisalhamento) pode ser expresso em função de E (módulo de elasticidade) e ν (coeficiente de Poisson) pela equação (8) [34]:

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (8)$$

Substituindo a equação (8) na equação (7) tem-se:

$$\tau_{xy} = \gamma_{xy} \cdot \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (9)$$

Para a deformação via ECAE, pode-se considerar $\nu = 1/2$, pois o volume da amostra durante a deformação permanece constante [34]. A equação (9) torna-se:

$$\tau_{xy} = \gamma_{xy} \cdot \frac{E}{3} \quad (10)$$

Substituindo a equação (10) na equação (6) tem-se:

$$\varepsilon_{VM} = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} \quad (11)$$

Substituindo a equação (11) na equação (4), tem-se a relação da deformação verdadeira (ε) em função do número de passes (N) do processo de ECAE [43], assim:

$$\varepsilon = \frac{2N \cot\left(\frac{\phi}{2}\right)}{\sqrt{3}} \quad (12)$$

Para uma condição de deformação onde $\psi \neq 0$, a deformação verdadeira (ε) pode ser obtida pela equação (13) [57]:

$$\varepsilon = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \right] \quad (13)$$

O ângulo ϕ entre os canais é um dos parâmetros que merece atenção especial. A Figura 14 mostra a variação da deformação verdadeira (ε) em função de ϕ e ψ a fim de entender a influência desses ângulos na deformação via ECAE [61]. O gráfico foi obtido utilizando a equação (13), e observa-se que o ângulo de curvatura (ψ) tem um efeito secundário na deformação verdadeira para valores de $\phi < 90^\circ$. Para baixos valores de ϕ e ψ podem ser alcançados altos valores de deformação verdadeira. Para valores de $\phi > 90^\circ$, os valores de deformação verdadeira são independentes do ângulo ψ [37, 61].

Stolyarov e colaboradores [62] reportaram que o uso de um ângulo $\phi = 90^\circ$ na rota B_c é o mais efetivo para a obtenção de materiais com grãos finos.

Figura 14. Variação da deformação verdadeira (ϵ) em função de ϕ (45° - 180°) e ψ (0° - 90°). A deformação verdadeira mostrada é para 1 passe de ECAE ($N = 1$) [61].

2.5 REFINAMENTO DE GRÃO EM ECAE

Desde que ECAE foi inventado por Segal na década de 70 [21], estruturas de discordâncias em materiais deformados por ECAE e em outras técnicas envolvendo DPS têm sido estudadas enfocando a subdivisão dos grãos por contornos de discordâncias [13, 23, 51]. Para produzir uma estrutura de grãos, paredes de discordâncias são geradas e desenvolvidas a partir de baixas diferenças de orientação para altas diferenças de orientação, transformando em contornos de grão mediante rotações geometricamente necessárias dos cristalitos e aperfeiçoamento dos contornos mediante a recuperação da estrutura. Entender esse processo

durante a deformação via ECAE é uma questão importante que vem sendo discutida nos últimos anos [63, 64].

Valiev e colaboradores [65] propuseram um modelo para a evolução da estrutura de defeitos de materiais deformados por DPS (Figura 15). A idéia principal está baseada na transformação de uma estrutura celular para uma estrutura granular. Depois de vários passes de ECAE, há um aumento no número de discordâncias e as mesmas se concentram em pequenos volumes perto dos contornos (Figura 15a). Quando a densidade de discordâncias nas paredes celulares atinge um valor crítico, uma aniquilação parcial de discordâncias com sinais opostos acontece nos contornos de célula (Figura 15b). Como resultado, um excesso de discordâncias de mesmo sinal permanece na estrutura (Figura 15c).

Além da movimentação das discordâncias no interior dos grãos, a rotação dos grãos e o deslizamento dos contornos de grão devem ser levados em consideração ao se analisar os principais mecanismos envolvidos na deformação plástica de materiais com grãos ultrafinos [66].

Figura 15. Modelo esquemático da evolução de estrutura de discordâncias durante deformação plástica severa [65].

Kuhlmann-Wilsdorf [67] classificou contornos de discordâncias desenvolvidos por deformação plástica em dois tipos: contornos geometricamente necessários (GNB - *geometrically necessary boundaries*) e contornos de discordâncias incidentais (IDB - *incidental dislocation boundaries*). A diferença de orientação nos contornos incidentais é tipicamente menor do que a encontrada em contornos geometricamente necessários. Os contornos geometricamente necessários são formados por arranjos complexos de discordâncias. A formação de contornos de discordâncias complexos indica uma operação de sistemas de escorregamento diferente dentro de blocos de células individuais. Como resultado, partes diferentes de um grão podem girar para uma orientação estável, levando à formação de contornos de alto ângulo. Os contornos de alto ângulo podem ser formados também como resultado do escorregamento associado com bandas de cisalhamento [68]. Exemplos de contornos geometricamente necessários são as microbandas (MB - *microbands*) e as densas paredes de discordâncias (DDW - *dense dislocation walls*).

O modelo proposto por Hansen e colaboradores [69-71] tem sido usado para descrever a evolução microestrutural em materiais policristalinos quando submetidos a deformação plástica. Durante a deformação ($\epsilon = 0,06 - 0,80$), inicialmente com a subdivisão dos grãos há a multiplicação das discordâncias e a formação de contornos geometricamente necessários. Microscopicamente, células de discordâncias representam esta subdivisão. Blocos de células são separados por densas paredes de discordâncias e microbandas (Figura 16a). Com o aumento da deformação ($\epsilon > 1$), as células de discordâncias tornam-se alongadas e as densas paredes de discordâncias e microbandas são substituídas por contornos lamelares (LM - *lamellar boundaries*), como mostra a Figura 16b. Uma fração significativa destes contornos possui caráter de alto ângulo. Estudos mostram que durante a deformação plástica severa é formada uma microestrutura com um tamanho estável de subgrãos ou blocos de células, com contornos de alto ângulo predominante [22, 51, 72].

Figura 16. Desenho esquemático de microestruturas no estado encruado em amostras após: a) deformações intermediárias ($\epsilon = 0,06-0,80$) e b) grandes deformações ($\epsilon > 1$). Adaptado de [73].

O mecanismo de refinamento microestrutural em condições de DPS em baixas temperaturas ($T < 0,5 T_m$, onde T_m é a temperatura absoluta de fusão) baseia-se na geração de uma elevada fração de contornos de grão de alto ângulo. Esta geração é o resultado de dois mecanismos que operam simultaneamente: a) aumento da extensão dos contornos pré-existent (contornos permanentes) e b) geração de novos contornos de alto ângulo pela subdivisão dos grãos do material [49]. O primeiro mecanismo resulta em uma extensão dos contornos em função da intensidade das tensões aplicadas e o segundo mecanismo é causado por dois fatores principais: microestrutural e textura. No mecanismo microestrutural, grãos originais são subdivididos por contornos de discordâncias e a diferença de orientação associada a eles aumenta com o aumento da deformação. O mecanismo de textura envolve subdivisão de grãos por blocos de células e a rotação dos grãos subdivididos para diferentes texturas preferenciais durante a deformação [73]. Estes dois mecanismos dependem da orientação do grão, da tensão e do modo de deformação.

Sun e colaboradores [74] mostraram recentemente que os mecanismos responsáveis pela formação de contornos de alto ângulo durante a deformação via ECAE são bastante semelhantes àqueles reportados em [73]. Outro ponto importante mencionado pelos autores é a influência decisiva da orientação inicial nos mecanismos de subdivisão durante a deformação plástica via ECAE.

Durante a deformação plástica promovida pelo ECAE, é comum observar um deslizamento localizado no interior das bandas de cisalhamento e/ou de deformação para facilitar o escoamento plástico do metal. Além disso, nos metais em que o deslizamento, por alguma razão é restrito (baixa EDE, por exemplo), pode-se observar o desenvolvimento de contornos com elevada diferença de orientação por um processo alternativo de maclação mecânica [13, 15, 16, 49]. Para materiais com alta EDE, como o nióbio, pode ocorrer a recuperação dinâmica da microestrutura contribuindo para o aperfeiçoamento dos contornos de grão. Dependendo da rota de extrusão adotada e do número de passes aplicados, a interseção de bandas na estrutura é intensificada, propiciando um maior grau de refinamento da estrutura, geralmente levando à formação de grãos com dimensões submicrométricas.

Muitos estudos propõem modelos de refinamento de grão, portanto é importante analisar os resultados obtidos por outros autores no processamento via ECAE para tentar entender o desenvolvimento desta microestrutura refinada.

Xu e colaboradores [11] deformaram alumínio policristalino via ECAE (rota B_c) com ângulo de intersecção $\phi = 90^\circ$ e ângulo de curvatura $\psi = 20^\circ$. Baseado na caracterização microestrutural de um metal CFC (cúbico de face centrada) deformado por ECAE, propuseram um modelo de refinamento de grão, como mostra a Figura 17. As Figuras 17a e 17b mostram as microestruturas visíveis nos planos DE e DT depois de 1 e 2 passes. Na Figura 17a, uma estrutura alongada na direção DT é formada no primeiro passe. A introdução de uma segunda passagem usando rota B_c conduz, quando analisado o plano DE, a uma rotação na estrutura da ordem de 27° em relação à direção DT. Depois de 4 e 8 passes há o aparecimento de uma microestrutura mais homogênea (Figura 17c). Nos resultados experimentais do alumínio deformado via ECAE, observou o desenvolvimento de novas estruturas paralelas à DT, uma redução na fração de grãos alongados e uma evolução gradual na microestrutura equiaxial com o aparecimento de uma estrutura homogênea nas direções

DE, DT e DN depois de 4 passes. Após 8 passes a microestrutura do alumínio pouco muda. Este equilíbrio da estrutura acontece pelo rearranjo e intersecção das subestruturas nos diferentes passes da amostra pelo canal de ECAE, em uma configuração de baixa energia e pela absorção de discordâncias nos contornos de subgrãos. O modelo proposto por [11] propõe a formação inicial de uma estrutura de subgrãos e o desenvolvimento subsequente de grãos equiaxiais. Uma característica importante deste modelo é que o tamanho dos grãos é ditado pelo tamanho dos subgrãos introduzidos no material no primeiro passe.

(a)

(b)

(c)

Figura 17. Modelo para refinamento de grão de uma amostra de alumínio deformado por ECAE: (a) subestruturas visíveis no plano DE depois de 1 e 2 passes; (b) subestruturas visíveis no plano DT depois de 1 e 2 passes e (c) subestruturas visíveis nos planos DE e DT depois de 4 e 8 passes, d indica o tamanho do grão. Adaptado de [11].

Para Shin e Park [75] que estudaram o refinamento de grão em um aço de baixo carbono processado via ECAE (rota B_c , $\varepsilon = 4$), o refinamento ocorre da seguinte forma: no primeiro passe de ECAE um sistema de escorregamento específico que pertence à família de sistemas de escorregamento típicos de uma estrutura CCC (cúbico de corpo centrado) é ativado, resultando na formação de bandas de deformação alinhadas ao longo da direção correspondente ao escorregamento. Então, no segundo passe, a direção de escorregamento é mudada de acordo com a rota escolhida. Assim, são ativados todos os possíveis sistemas de escorregamento de uma estrutura CCC para acomodar a deformação adicional que é restringida pelas bandas de deformação formadas no primeiro passe. Nesta fase, a microestrutura é formada principalmente por células de discordâncias equiaxiais ultrafinas ou subgrãos. Com o aumento do número de passes, contornos de células ou subgrãos se aperfeiçoam levando à formação de contornos de alto ângulo.

De uma forma geral, o mecanismo de refinamento microestrutural em materiais deformados via DPS ocorre pela subdivisão progressiva dos grãos, gerando uma elevada fração de contornos de alto ângulo [49]. Embora o mecanismo exato do refinamento de grão não seja completamente entendido, a mobilidade dos contornos de grão, incluindo sua rotação, desempenha um papel importante especialmente durante a deformação plástica de materiais ultrafinos [76].

Apesar de muitos trabalhos reportarem a evolução microestrutural em materiais policristalinos, os monocristais têm recebido uma atenção especial para estudar as estruturas de discordâncias em vários modos de DPS, principalmente em ECAE, pois a rotação do cristal e as estruturas de discordâncias podem ser facilmente analisadas com o aumento da deformação aplicada [13, 77, 78].

2.6 TEXTURAS EM ECAE

Há poucas referências abordando um estudo sistemático sobre a evolução da textura cristalográfica desenvolvida em materiais CCC quando submetidos à deformação por ECAE. Texturas desenvolvidas em ECAE são freqüentemente comparadas com texturas de materiais que sofreram testes de cisalhamento simples, como por exemplo, torção. Estudos experimentais realizados [79-83] mostram as principais orientações e as texturas de fibra obtidas a partir do cisalhamento simples em materiais CCC deformados por ECAE.

Para prever o desenvolvimento da textura em materiais deformados por ECAE, vários modelos de simulação baseados na plasticidade cristalina são usados, entre eles o modelo de Taylor (*Full Constraints*) e o VPSC (do inglês *visco-plastic self-consistent*). O modelo de Taylor assume que todos os grãos sofrem a mesma mudança de forma, ou seja, a deformação plástica (microscópica) de cada grão dentro de um policristal é igual a deformação plástica (macroscópica) da amostra. No modelo VPSC, cada grão é tratado como uma inclusão (cristal) elipsoidal visco-plástica, na qual as propriedades do material são as médias das propriedades dos grãos [45, 82, 84]. Este tratamento de cada grão permite satisfazer o equilíbrio local e a compatibilidade, enquanto mantém a eficiência computacional. VPSC também considera a anisotropia plástica de cada grão; cada grão pode se deformar diferentemente dependendo da sua morfologia e orientação cristalográfica. Li e colaboradores [81] com o auxílio do modelo de Taylor simularam a textura para materiais CCC deformados após 1 passe de ECAE a partir de uma textura aleatória. A Figura 18a mostra a figura de pólo (110) para o plano paralelo a direção de extrusão, com as texturas ideais para ECAE com $\phi = 90^\circ$ e 120° , e a Figura 18b a localização das correspondentes orientações principais.

(a)

(b)

Figura 18. (a) Figuras de pólo mostrando a textura simulada pelo modelo de Taylor para materiais CCC e (b) a localização das correspondentes orientações principais [81].

Li e colaboradores [82, 83] através de simulações utilizando o modelo VPSC estudaram a evolução da textura via ECAE em materiais CCC, com ênfase nos efeitos da rota de processamento escolhida e textura inicial. A Figura 19 mostra a figura de pólo projetada no plano paralelo à direção de extrusão via rota A, B_a, B_c e C, com uma textura de partida aleatória. Para a rota B_c (Figura 19c) os vários passes de ECAE não mostram uma simetria

aparente na amostra, devido à rotação de 90° em torno do seu próprio eixo, nas sucessivas passagens da amostra através do canal. As texturas parecem ser similares ambas na característica e na intensidade, entretanto uma mudança gradual, com o aumento do número de passes ainda é evidente [82]. A variação da intensidade de textura (T) em função do número de passes (N) é mostrada na Figura 20 para varias rotas de ECAE. A variação da textura na rota B_c é menos significante em comparação com as outras rotas [82]. A Figura 21, mostra a ODF obtida por simulação VPSC para a rota B_c , após 8 passes de ECAE. A Tabela 2 mostra as orientações para materiais CCC deformados por cisalhamento simples obtidos por esta simulação [82].

Figura 19. Figuras de pólo (110) simulada a partir de uma textura aleatória e deformada até 8 passes de ECAE via rota (a) A, (b) B_a , (c) B_c e (d) C, com $\phi = 90^\circ$, para uma estrutura CCC [82].

Figura 20. Variação da intensidade de textura com o número de passes para diferentes rotas, a partir de uma textura aleatória [82].

Figura 21. ODF obtida pelo modelo VPSC para materiais com estrutura CCC deformados em 8 passes de ECAE, via rota B_c [82].

Tabela 2 - Orientações principais de materiais com estrutura CCC deformados por cisalhamento simples [82].

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

* Mostrado somente nas seções de $\varphi_2 = 0^\circ$ e 45°

As Figuras 22a e 22b mostram as figuras de pólo obtida num aço IF após 1 passe de ECAE via rota B_c , com $\phi = 120^\circ$, para valores experimental e simulado (VPSC), respectivamente. Observa-se que a textura experimental é bem reproduzida pelo modelo VPSC [83].

Figura 22. Figuras de pólo (110) de um aço IF após 1 passe de ECAE, com $\phi = 120^\circ$ (a) resultado experimental e (b) simulação via VPSC [83].

Para simulações em ECAE, o modelo VPSC é escolhido entre outros, pois o agregado policristalino é representado por vários grãos, cada um com uma distinta orientação e uma dada fração volumétrica. Como resultado o modelo fornece o número de possíveis escorregamentos ativos em cada grão, rotação e distorção do grão, com cada incremento na deformação [45].

A Figura 23 mostra a textura de um aço IF deformado em 4 passes de ECAE via rota B_c , com as simulações feitas pelo modelo VPSC e pelo modelo de Taylor [84]. O modelo VPSC apresenta uma textura mais próxima da experimental do que o modelo de Taylor. Com isso o modelo VPSC prevê uma melhor simulação de textura. O modelo de Taylor parece ser inadequado para prever a evolução de textura em vários passes de ECAE, principalmente devido às interações entre os grãos e, conseqüentemente, a heterogeneidade de deformação. Modelos mais sofisticados, como o VPSC, mostraram ser adequado em prever a textura dos materiais [85].

Figura 23. Figuras de pólo (110) de um aço IF após 4 passe de ECAE via rota B_c , com $\phi = 90^\circ$ (a) resultado experimental; (b) simulação via VPSC e (c) simulação via modelo de Taylor [84].

2.7 APLICAÇÕES

Nos últimos anos pesquisas para produção comercial (*scale-up*) de vários materiais com granulação fina obtidos via DPS vêm sendo realizadas com sucesso [16, 86]. Na prática, apesar de um melhoramento nas propriedades mecânicas e físicas dos materiais com granulação fina processados por DPS, o uso destes materiais pela indústria tem sido um processo lento. Uma das razões para isso é o uso de amostras relativamente pequenas para tentativas industriais [19]. Outra razão comumente apontada é a relutância da indústria em implantar processos semi-contínuos. Processos contínuos, tais como a laminação, tendem a ser mais econômicos em geral.

O mercado para materiais nanoestruturados e ultrafinos existe para todo setor produtivo onde as propriedades mecânicas são críticas. No entanto, há algumas aplicações que provavelmente conduzirá a introdução deste material nos mercados comerciais. Entre eles podemos separar as seguintes direções: (a) desenvolvimento de ligas nanoestruturadas (Al, Ti, Mg), por exemplo, ligas comerciais à base de alumínio com alto limite de escoamento, acima de 800-900 MPa para indústria de motores e componentes para aviação; (b) desenvolvimento de metais e ligas com estrutura de grãos ultrafinos para uso em temperaturas criogênicas; (c) desenvolvimento de materiais dúcteis refratários e ligas de TiNi com alta resistência e com avançado efeito memória de forma para aplicações no espaço, medicina e outros [16]. Uma outra aplicação de materiais nanoestruturados deformados via DPS são os implantes médicos. Estes incluem quadril, joelho e implante dentais, assim como, no caso de traumatismos ósseos, placas e parafusos. Outras aplicações incluem a manufatura de parafusos cônicos para fixação de dispositivos para correção da coluna vertebral. Os materiais usados para essa aplicação são geralmente ligas de cobalto-cromo, aços inoxidáveis e ligas de titânio [16, 19]. Estas aplicações de metais ultrafinos são alguns possíveis usos para produção industrial.

Uma das primeiras aplicações industriais de materiais deformados por DPS foi a manufatura de alvos de *sputtering*. Materiais como alumínio, cobre e titânio de alta pureza, com tamanhos de grão submicrométricos deformados por ECAE, estão sendo comercializados na indústria eletrônica como alvos de *sputtering*. As vantagens desses materiais são: (a) redução de descargas de “faíscamento” no alvo (redução do arco); (b) baixo nível de particulados e defeitos sobre o substrato; (c) melhora da uniformidade da espessura do filme e suas características e (d) aumento do grau de colimação da descarga sobre as estruturas submicrométricas (aumento da eficiência) [19, 87, 88].

Parafusos de ligas de titânio processados por ECAE usados na indústria automobilística e na aviação também estão sendo fabricados, assim como parafusos de aço-carbono de alto desempenho [19].

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

Os materiais utilizados diferem principalmente quanto à estrutura de grãos. Amostras de nióbio na forma de monocristais e de bicristais foram retiradas de um lingote de alta pureza obtido a partir de múltiplas fusões (13 no total) num forno de feixe de elétrons modelo Leybold-Heraeus ES - 2/18/30 instalado no DEMAR-EEL-USP. Os teores de oxigênio e nitrogênio encontrados neste lingote são, respectivamente, iguais a 20 ppm-p e 10 ppm-p. A dureza inicial deste lingote varia de 55 a 60 HV-10.

O nióbio policristalino utilizado foi retirado de uma outra placa forjada a frio e submetido a um recozimento em vácuo durante 2 h em uma temperatura de 985°C a fim de obter uma microestrutura completamente recristalizada. Esta amostra provém de um outro lingote de nióbio purificado por apenas três fusões.

Nas amostras do monocristal e do policristal deformadas em ECAE no Departamento de Engenharia Mecânica da *Texas A&M University* também foram feitas análises de intersticiais para quantificar os teores de C, N, O e S. Os resultados individuais das análises da composição química dos materiais estudados são apresentados na Tabela 3. Note que os valores nominais encontrados no monocristal deformado na *Texas A&M University* são próximos daqueles encontrados no lingote de 13 fusões.

Os monocristais de nióbio estudados possuem composição compatível com a denominação “grau reator”, em especial no que tange aos intersticiais (C, N e O). Os teores de oxigênio e carbono no policristal são levemente superiores, enquadrando-se na categoria “comercialmente puro” (ASTM-B-391-99).

Tabela 3 - Resultados individuais das análises de intersticiais nas amostras iniciais do monocristal e policristal deformados em 8 passes de ECAE.

	ppm O ₂	ppm N ₂	% C	% S
Monocristal	41	< 30	0,0066	< 0,002
	47	< 30	0,0083	< 0,002
	-	-	0,0043	< 0,002
Policristal	274	< 30	0,0163	< 0,002
	256	< 30	0,0261	< 0,002
	-	-	0,0283	< 0,002

3.2 NOMENCLATURA DAS AMOSTRAS DE NIÓBIO

As amostras de nióbio deformadas por ECAE são referenciadas no texto de acordo com a nomenclatura mostrada na Tabela 4, a fim de tornar mais fácil a análise comparativa dos resultados.

Tabela 4 - Nomenclatura das amostras de nióbio.

Amostra	Local de processamento	Número de passes	Nomenclatura
Monocristal	<i>Katholieke Universiteit Leuven (Bélgica)</i>	1,4 e 8	A
Monocristal	<i>Texas A&M University (USA)</i>	8	B
Policristal	<i>Texas A&M University (USA)</i>	8	C
Bicristal	<i>Universidade Federal Fluminense (UFF - Volta Redonda)</i>	1	D
Monocristal	<i>Universidade Federal de São Carlos (UFSCar – São Carlos)</i>	1 (interrompido)	E

3.3 EXTRUSÃO A FRIO EM CANAL ANGULAR (ECAE)

3.3.1 EXTRUSÃO DA AMOSTRA A

Monocristais de nióbio (amostra A) com 12 mm de diâmetro e 50 mm de comprimento, orientados próximos à direção [110] em relação à direção de extrusão, foram extrudados em temperatura ambiente numa matriz com um ângulo de intersecção entre os canais de $\phi = 90^\circ$ e ângulo de curvatura de $\psi = 0^\circ$ via rota B_c (Figura 24). Esta orientação foi escolhida ao acaso. Os monocristais de nióbio foram deformados em 1, 4 e 8 passes.

A lubrificação das amostras foi feita mediante o uso de uma graxa à base de bissulfeto de molibdênio (MoS₂) e a velocidade de extrusão foi igual a 5 mm.min⁻¹. Para fins de amostragem e representatividade das regiões deformadas para posterior caracterização microestrutural, as camadas mais próximas da superfície (redução de 50% do diâmetro inicial), bem como as regiões do início (primeiro quarto) e do final (último quarto) das amostras foram removidas mediante usinagem mecânica convencional.

Figura 24. Morfologia da amostra A (monocristais) de mesma orientação inicial processadas por ECAE após 1, 4 e 8 passes.

3.3.2 EXTRUSÃO DAS AMOSTRAS B E C

Amostras nas formas de um monocristal (amostra B) e de um policristal (amostra C) com seção quadrada de $25 \times 25 \text{ mm}^2$ e comprimento de 170 mm foram extrudadas em temperatura ambiente numa matriz com um ângulo de interseção entre os canais de $\phi = 90^\circ$ e o ângulo de curvatura de $\psi = 0^\circ$. As amostras foram deformadas em 8 passes seguindo a rota B_c sem tratamentos térmicos intermediários (Figura 25).

A lubrificação das amostras foi feita mediante o uso de uma graxa à base de MoS_2 e a velocidade de extrusão foi igual a $2,5 \text{ mm.s}^{-1}$. As camadas mais próximas da superfície ($\sim 2 \text{ mm}$), bem como as regiões do início (primeiro quarto) e do final (último quarto) das amostras deformadas foram removidas através de usinagem mecânica convencional.

(a)

(b)

Figura 25. Morfologia das amostras de nióbio processadas por ECAE (rota B_c) após 8 passes partindo de um (a) monocristal – amostra B e (b) policristal – amostra C. As amostras da parte superior são aquelas antes da deformação.

3.3.3 EXTRUSÃO DA AMOSTRA D

Uma amostra de nióbio na forma de bicristal (amostra D) com uma seção quadrada de $10 \times 10 \text{ mm}^2$ e comprimento de 60 mm foi extrudada em temperatura ambiente numa matriz com canal angular com um ângulo de interseção de $\phi = 90^\circ$ e o ângulo de curvatura de $\psi = 37^\circ$. A amostra foi deformada em 1 passe de ECAE (Figura 26).

A lubrificação da amostra foi feita mediante o uso de uma graxa à base de MoS_2 e a velocidade de extrusão foi igual a $0,11 \text{ mm.s}^{-1}$. As regiões do início (primeiro quarto) e do final (último quarto) da amostra deformada foram removidas para posterior caracterização microestrutural.

Figura 26. Morfologia da amostra D (bicristal) processada por ECAE após 1 passe.

3.3.4 EXTRUSÃO DA AMOSTRA E

Uma amostra de nióbio na forma de monocristal (amostra E) com uma seção quadrada de $14 \times 14 \text{ mm}^2$ e comprimento de 70 mm foi extrudada em temperatura ambiente numa matriz com canal angular com um ângulo de interseção de $\phi = 120^\circ$ e o ângulo de curvatura de $\psi = 0^\circ$. A deformação da amostra E foi interrompida durante o primeiro passe e a matriz foi desmontada para a retirada da amostra.

A lubrificação da amostra foi feita mediante o uso de uma graxa à base de MoS_2 e a velocidade de extrusão foi igual a $5 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. A Figura 27 mostra a barra de nióbio antes e após o ensaio interrompido. A barra teve a face paralela à direção de extrusão usinada em aproximadamente em 2 mm.

Figura 27. Morfologia da amostra E (monocristal) processada por ECAE com ensaio interrompido antes e depois de ser deformada.

3.4 RECOZIMENTO ISOTÉRMICO DAS AMOSTRAS

O recozimento das amostras de nióbio deformado por ECAE envolveu quatro procedimentos:

(a) A amostra A deformada em 1 passe de ECAE (com diâmetro de 6 mm e espessura de 3 mm) foi recozida em 500, 600, 700, 800 e 1000°C durante 1 h e em 550°C durante 5, 15, 60, 120 e 180 min.

(b) A amostra A deformada em 8 passes de ECAE (com diâmetro de 6 mm e espessura de 3 mm) foi recozida em 400, 500, 550, 600, 700, 800 e 900°C durante 1 h.

(c) As amostras B e C deformadas em 8 passes de ECAE (nas dimensões de 5 x 5 x 5 mm³ da região central) foram recozidas em 200, 400, 450, 500, 550, 600, 700, 800, 900, 1000 e 1100°C durante 1 h.

(d) a amostra D deformada em 1 passe (nas dimensões de 2 x 9 x 2 mm³) foi recozida em 400, 500, 600 e 700°C durante 1 h.

Todas as amostras foram seccionadas numa cortadeira de baixa velocidade modelo ISOMET 1000 da Buehler, decapadas com uma solução ácida contendo 2HNO₃ + 2HF + 1H₂O (em partes) e submetidas à ação do ultra-som durante 10 min em água destilada. Em seguida, foram encapsuladas (a vácuo) em tubos de quartzo em pressão reduzida. Os tratamentos térmicos foram realizados num forno tubular da marca Lindberg com uma zona de uniformidade de temperatura de 150 mm (DEMAR-EEL-USP).

3.5 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA DAS AMOSTRAS

A preparação metalográfica das amostras para análise microestrutural envolveu dois procedimentos:

(a) As amostras A, B, C e D deformadas e recozidas foram inicialmente seccionadas (nas mesmas dimensões citadas no item 3.4) com o auxílio de uma cortadeira com velocidade de 250 rpm, modelo ISOMET 1000 da Buehler, seguido de embutimento a quente em resina fenólica. Após o embutimento, as amostras foram lixadas até 2400 granas e polidas utilizando-se um feltro OP-CHEM (Struers) e uma solução de polimento contendo 260 mL de OP-S (Struers), 40 mL de H₂O₂ 30% P.A. (Merck), 1 mL de HNO₃ (Merck) e 0,5 mL de HF (Merck). Para revelar a microestrutura do material, as amostras foram submetidas a um ataque químico posterior utilizando-se 50 mL de água destilada, 25 mL de HNO₃ (Merck) e 15 mL de HF (Merck) em banho de gelo. A duração do ataque químico variou de 10 a 60 s,

dependendo da amostra. Após o ataque, as amostras embutidas foram neutralizadas com solução de bicarbonato de sódio em água. Finalmente, a fim de retirar pequenas impurezas das amostras, estas foram novamente submetidas à ação do ultra-som durante 10 min em água destilada.

(b) A amostra E deformada em ECAE com ensaio interrompido foi seccionada em 8 partes consecutivas (nomeadas de 1 a 8), com o auxílio de uma cortadeira com velocidade de 250 rpm, modelo ISOMET 1000 da Buehler, como mostrado na Figura 28. As amostras nomeadas de 2 a 6 foram cortadas em 5 partes, a cada 12°. A direção de extrusão (DE) e a direção normal (DN) estão indicadas na figura. As amostras foram lixadas até 2400 granas e polidas utilizando-se um feltro OP-CHEM (Struers) e uma solução de polimento contendo 260 mL de OP-S (Struers), 40 mL de H₂O₂ 30% P.A. (Merck), 1 mL de HNO₃ (Merck) e 0,5 mL de HF (Merck). Para melhor revelar a microestrutura do material, as amostras foram submetidas a um ataque químico posterior utilizando-se 50 mL de água destilada, 25 mL de HNO₃ (Merck) e 15 mL de HF (Merck) em banho de gelo.

Figura 28. Morfologia da amostra E seccionada após processamento por ECAE com ensaio interrompido. Os números indicam a sequência de amostragem utilizada.

3.6 MEDIDAS DE MICRODUREZA VICKERS

Após a preparação metalográfica, foram feitas medidas de microdureza Vickers nas amostras deformadas e recozidas utilizando-se um microdurômetro Buehler modelo Micromet 2004. As medidas foram realizadas com uma carga de 50 g e 100 g durante 30 s. Foram feitos 10 ensaios de microdureza para cada uma das amostras. Devido a maior heterogeneidade microestrutural da amostra A deformada em 1 e 4 passes foram feitos 25 ensaios de microdureza. No caso da amostra D, foram feitos 10 ensaios de microdureza em cada um dos grãos, nas mesmas condições de carga e tempo.

Foram feitos também mapeamentos da distribuição da microdureza Vickers na amostra C (sem deformação), devido à heterogeneidade da microestrutura e também nas amostras B e C deformadas em 8 passes. A Tabela 5 mostra os parâmetros usados para cada amostra. As medidas foram realizadas com uma carga de 50 g durante 30 s.

Tabela 5 - Parâmetros utilizados para as medidas de microdureza Vickers nas amostras B e C.

	Número de ensaios de microdureza	Distância entre as medidas (mm)	Área mapeada (mm ²)
Amostra B deformada	225	1,30	48
Amostra C inicial	144	1,30	32
Amostra C deformada	225	1,30	48

3.7 MEDIDAS DE DUREZA VICKERS

Na amostra E, antes da mesma ser seccionada, foi feita medidas de dureza Vickers ao longo do seu comprimento na direção transversal utilizando um durômetro Reicherter tipo BVR. As medidas foram realizadas com uma carga de 10 kg durante 25 s. Foram feitas 13

medidas individuais ao longo do seu comprimento. Para a amostra inicial (sem deformação) foram feitos 10 ensaios de dureza nas mesmas condições, obtendo um valor médio inicial de 71 ± 4 HV.

3.8 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

3.8.1 MICROSCOPIA ÓTICA

Após preparação metalográfica, amostras deformadas e recozidas foram observadas utilizando-se um microscópio ótico modelo LEICA DM IRM com uma câmera marca Samsung modelo SCC 131 acoplada a um analisador de imagens Leica QWin utilizando o *software* QWin 2.3 Standard instalado no DEMAR-EEL-USP. Todas as imagens foram capturadas com resolução de 640×480 *pixels*.

3.8.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Para a caracterização microestrutural de algumas amostras deformadas e recozidas utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura (MEV) com filamento de tungstênio LEO modelo 1450-VP instalado no DEMAR-EEL-USP. A tensão de aceleração utilizada foi de 20 kV. As imagens foram geradas no modo de elétrons retroespalhados (BSE) com resolução de 1024×768 *pixels*.

Em virtude da escala ultrafina da microestrutura, utilizou-se também para a caracterização microestrutural das amostras de nióbio um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução da JEOL modelo JSM-6500F equipado com um canhão de emissão de campo (*field emission gun*), instalado no *Max-Planck-Institut für Eisenforschung* (MPI-E) em

Düsseldorf na Alemanha. A tensão de aceleração utilizada foi de 15 kV e as imagens foram geradas a partir do contraste obtido com o uso de um detector de elétrons retroespalhados (BSE).

3.8.3 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS

As análises de microtextura e de mesotextura das amostras de nióbio foram determinadas com o auxílio da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD - *Electron Backscatter Diffraction*).

A orientação inicial da amostra A foi determinada utilizando um sistema de EBSD convencional da TSL acoplado a um microscópio eletrônico de varredura Philips XL-30 instalado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica – USP. As análises foram realizadas com o auxílio do *software* OIM 3.5 da TSL (*TexSEM Laboratories Inc.*).

No caso das amostras nas condições encruada e recozida, utilizou-se um sistema de EBSD de alta resolução acoplado a um microscópio eletrônico de varredura da JEOL modelo JSM-6500F (emissão de campo) e a uma câmera CCD de alta resolução instalado no *Max-Planck-Institut für Eisenforschung* (MPI-E) em Düsseldorf na Alemanha. Os dados das medidas de EBSD foram indexados e analisados com o auxílio de um *software* da TSL versão 5.2.

3.8.4 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

A técnica de microscopia eletrônica de transmissão (MET) foi utilizada apenas na caracterização da amostra B deformada em 8 passes de ECAE via rota B_c ($\phi = 90^\circ$). A amostra

foi lixada utilizando lixas de SiC com as seguintes granulometrias: 320, 400, 600, 1200 e 2400, até obter uma espessura de 120-150 μm . A amostra foi cortada em discos com diâmetro de 3 mm, obtidos através de uma estampagem. Em seguida, foi feito um polimento esférico no disco, utilizando o equipamento *Dimple Grinder* modelo 656 da GATAN até obter uma espessura de 20 μm . A amostra foi polida por desbaste iônico, sendo utilizado o equipamento *Precision Ion Polishing System*, modelo 691 da GATAN, com ângulo de incidência de 8° , energia do feixe de 5 keV e rotação de 3 rpm. Após perfurar a amostra, o ângulo de incidência foi diminuído para 5° e a energia do feixe para 3 keV. O desbaste iônico foi mantido por mais 2 min. Estes equipamentos estão instalados no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS, Campinas-SP). A amostra foi observada junto ao HRTEM-JEM 3010 URP, com filamento termo-iônico de LaB_6 , voltagem de aceleração de 300 kV e câmera digital (GATAN 794SC) para aquisição de imagens com 1024×1024 *pixels* de resolução localizado no LNLS. Foram feitas também micrografias utilizando um outro microscópio de transmissão modelo JEM 2000 FX (JEOL), com filamento de tungstênio e tensão de aceleração de 200 kV, instalado na COPPE-UFRJ.

3.8.5 MEDIDAS DE TEXTURA

Foram feitas medidas de textura obtidas por difração de raios X em um equipamento MPD Philips, instalado no Instituto de Física de Rosário, Argentina. Para tanto foi utilizada radiação $\text{Cu-K}\alpha$ (40 kV, 20 mA) com passo angular de 5° . Os resultados foram analisados com o auxílio do *software* desenvolvido no MTM-FHM versão 2 pelo Prof. Van Houtte (*Katholieke Universiteit Leuven*, Bélgica) e do *software* popLA (*Los Alamos National Laboratory*, USA).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 PROCESSAMENTO VIA ECAE

As amostras A, B e C foram processadas em matrizes com ângulo $\phi = 90^\circ$ e ângulo de curvatura de $\psi = 0^\circ$. A amostra A foi deformada em 1, 4 e 8 passes e as amostras B e C em 8 passes de ECAE. A rota escolhida foi a B_c. Os parâmetros de processo, deformação cisalhante (γ) e deformação verdadeira (ϵ), são obtidos a partir das equações 3 e 12 (Item 2.4). Os valores obtidos são mostrados na Tabela 6.

No caso da amostra D, a extrusão foi realizada numa matriz com um ângulo de interseção dos canais $\phi = 90^\circ$ e ângulo de curvatura $\psi = 37^\circ$. Os parâmetros de processo em termos de γ e ϵ são obtidos a partir das equações 3 e 13 (Item 2.4). Os valores obtidos são mostrados na Tabela 7.

A amostra E foi processada numa matriz cujo canal possui um ângulo $\phi = 120^\circ$, como ilustrado na Figura 29. Os parâmetros de processo, γ e ϵ , são obtidos a partir das Equações 3 e 12 (Item 2.4). Segundo Valiev e colaboradores [37], é possível introduzir um raio (de mesmo valor) onde os dois canais se interceptam como mostrado na Figura 29 e, para esta condição, as equações são as mesmas para $\phi = 90^\circ$ e $\psi = 0^\circ$. Os valores obtidos são apresentados na Tabela 8.

Tabela 6 - Parâmetros da deformação para as amostras A, B e C.

Números de passes	Deformação cisalhante (γ)	Deformação verdadeira (ϵ)
1	2	1,15
4	8	4,62
8	16	9,24

Tabela 7 - Parâmetros da deformação para a amostra D.

Números de passes	Deformação cisalhante (γ)	Deformação verdadeira (ϵ)
1	1,72	1

Tabela 8 - Parâmetros da deformação para a amostra E.

Números de passes	Deformação cisalhante (γ)	Deformação verdadeira (ϵ)
1	1,15	0,66

Figura 29. Representação esquemática do canal de ECAE com ensaio interrompido, mostrando os valores dos raios e do ângulo de intersecção entre os canais. Adaptado de [37].

4.2 CURVA DE ENCRUAMENTO DA AMOSTRA A

A Figura 30 mostra a curva de encruamento da amostra A. Os valores de microdureza após 1 passe são significativamente maiores do que o encontrado no estado inicial (não deformado). A dureza da amostra praticamente dobra com apenas 1 passe, variando de 77 ± 1 HV para 130 ± 10 HV. Com o aumento do número de passes a dureza do nióbio praticamente não se altera significativamente. É importante notar que o desvio-padrão

das medidas de microdureza para as amostras deformadas por 1 e 4 passes são relativamente grandes. Isto se deve à presença de regiões com bandas de cisalhamento e de deformação e a presença de uma microestrutura relativamente grosseira. A estrutura nestes dois casos não é uniforme. Existem regiões em que o refinamento microestrutural ocorreu de modo menos intenso do que em outras. Após 8 passes o desvio-padrão é bem menor devido à formação de uma microestrutura bastante fina e razoavelmente uniforme na amostra.

O comportamento mostrado na Figura 30 para o nióbio pode ser explicado pelas mudanças microestruturais que ocorrem durante a deformação plástica do metal. Simultaneamente ocorre geração, movimentação e interação de novas discordâncias levando à formação de subestruturas complexas [18]. O encruamento poderia ter sido maior ainda, entretanto, o nióbio apresenta elevada energia de defeito de empilhamento (EDE), algo em torno de 537 mJ/m^2 [18], o que certamente contribui para a ocorrência de intensa recuperação dinâmica, mesmo que a deformação ocorra em temperatura ambiente. Quando um metal de alta EDE é deformado, suas discordâncias tendem a formar estruturas celulares (ou subgrãos). Neste caso, as discordâncias praticamente não se dissociam, facilitando o escorregamento com desvio e a escalada, aumentando, portanto, a mobilidade das discordâncias e as chances de aniquilação. Deste modo, o metal tende a encruar menos que outros com baixa EDE.

Para fins de comparação, foram incluídas nesta mesma figura outras curvas reportadas na literatura sobre o comportamento de alguns metais e ligas com estrutura CFC e CCC deformados por ECAE, como por exemplo, alumínio policristalino [11], Al AA6061 policristalino [11], Cu-Cr-Zr [29], aço IF policristalino [89], Cu policristalino [90], Cu-Zr [91] e Al-Mg-Mn [91]. Pode-se observar que após um determinado número de passes há uma saturação da dureza nos materiais processados. Todos esses materiais foram deformados via ECAE através da rota B_c .

Outro ponto importante a ser ressaltado é que a maior parcela do encruamento ocorre logo após o primeiro passe, principalmente para o nióbio e o alumínio puro [11]. Como o aumento da resistência mecânica está diretamente associado ao grau de subdivisão do monocristal (refinamento microestrutural), é plausível admitir-se que a maior parte deste refinamento ocorre logo no primeiro passe. Resultado semelhante foi reportado na literatura por Wu e colaboradores [92] que concluíram que a maior parcela do refinamento da estrutura ocorre logo no primeiro passe. Esta conclusão é baseada em simulações computacionais (teoria da plasticidade) admitindo que cisalhamento puro é o principal mecanismo de deformação plástica durante o processamento por ECAE.

Figura 30. Medidas de microdureza Vickers (HV) em função do número de passes (N) em amostras de Nb monocristalino, Al puro e Al AA6061 policristalinos, Cu-0,44%p Cr-0,2%p Zr, aço IF policristalino, Cu policristalino, Cu-0,17%pZr e Al-Mg-Mn, processados por ECAE em temperatura ambiente usando a rota B_c com ângulo de interseção $\phi = 90^\circ$.

4.3 AMOSTRA A DEFORMADA EM 1, 4 E 8 PASSES

4.3.1 AMOSTRA A NA CONDIÇÃO INICIAL

O resultado da medida da orientação inicial da amostra A é apresentado na Figura 31. Nesta figura são mostrados o mapeamento de orientações (OIM - *Orientation Imaging Microscopy*) e as respectivas figuras de pólo. O mapeamento foi realizado na seção transversal da amostra (DT-DN). O monocristal está orientado de tal modo que a direção $[110]$ é praticamente paralela à direção de extrusão (DE).

Figura 31. Resultados do mapeamento de EBSD da amostra A inicial: (a) mapeamento das orientações (OIM); (b) figuras de pólo; (c) triângulo de orientações e (d) representação esquemática mostrando a seção onde o mapeamento foi realizado. A seta indica a direção de extrusão (DE).

4.3.2 AMOSTRA A DEFORMADA EM 1 PASSE

4.3.2.1 MICROESTRUTURA

A amostra A sofreu mudanças microestruturais importante após 1 passe de ECAE devido à formação de uma estrutura bandeada. Estas mudanças promoveram um encruamento significativo do material mesmo após apenas 1 passe, como mostrado na Figura 30.

A micrografia apresentada na Figura 32 mostra o plano transversal (DE-DN) da amostra A após 1 passe. A largura destas bandas varia de 15 a 50 μm e elas são orientadas aproximadamente a 30° em relação à direção de extrusão (DE). A Figura 33 mostra o plano de extrusão (DT-DN), onde é possível observar a presença de bandas em toda a microestrutura. As micrografias das Figuras 34a e 34b mostram o plano de extrusão (DT-DN) desta amostra. A microestrutura exhibe bandas de cisalhamento subdividindo o material. A formação das bandas de cisalhamento ocorre devido ao escorregamento localizado em certos pontos da amostra A. Assim, as bandas de cisalhamento geradas durante a deformação atuam como o mecanismo primário para o refinamento microestrutural [93]. Elas são formadas durante o primeiro passe de ECAE e o refinamento subsequente se intensifica com o aumento do número de passes [92]. Não se descarta a ocorrência simultânea de bandas de deformação em outras regiões do material. Materiais com grãos grosseiros, um monocristal no presente caso, e com certas orientações características, são propensos à formação de bandas de deformação. Entretanto, a microestrutura alongada encontrada no interior das bandas sugere a presença predominante de bandas de cisalhamento. O desenvolvimento de uma estrutura lamelar dentro das bandas de cisalhamento e o refinamento microestrutural após 1 passe é observado na Figura 34b.

Figura 32. Micrografia mostrando a seção longitudinal (DN-DE) da amostra A deformada em 1 passe. A seta indica a direção de extrusão (DE) (MEV - BSE).

Figura 33. Micrografia mostrando a seção transversal (DN-DT) da amostra A deformada em 1 passe (MEV - BSE).

(a)

(b)

Figura 34. Micrografias mostrando a seção transversal (DN-DT) da amostra A deformada em 1 passe: (a) 500x; (b) 10000x (MEV - BSE - *field emission gun*). O quadrado indica a região ampliada em 10000x.

4.3.2.2 MICROTEXTURA E MESOTEXTURA

Os mapeamentos de EBSD foram realizados com o objetivo de determinar as relações de orientação entre as heterogeneidades de deformação (bandas) e a matriz, bem como acompanhar o processo de refinamento microestrutural, em especial o aumento da diferença de orientação entre os elementos da subestrutura (mesotextura) à medida que a deformação aumenta, bem como o surgimento da estrutura de grãos ultrafinos.

O resultado do mapeamento de orientações (OIM) numa região central da amostra A deformada em 1 passe de ECAE é mostrado na Figura 35a. As respectivas figuras de pólo referentes às regiões indicadas por 1 e 2 são apresentadas nas Figuras 35b e 35c, respectivamente. Neste caso, o mais importante é acompanhar as rotações experimentadas entre as bandas e dentro delas, mediante a observação das respectivas figuras de pólo. Nota-se que a área 1 (matriz) possui orientação cristalográfica próxima ao monocristal inicial [110] (Figura 31b). Já o mapeamento realizado na região 2 difere significativamente das orientações desenvolvidas na região 1.

A Figura 36a mostra os resultados das medidas de mesotextura a partir do mapa de orientações (OIM) mostrado na Figura 36b. A Figura 36a mostra os contornos de alto ângulo ($\Psi \geq 15^\circ$) representados em preto e os de baixo ângulo ($\Psi < 15^\circ$) representados em cinza. O espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo (Figura 36a) foi calculado utilizando o método dos interceptos lineares (ASTM E112). O valor médio encontrado para o espaçamento entre os contornos de alto ângulo perpendicular a DT foi de $36 \pm 11 \mu\text{m}$. A diferença de orientação ao longo das linhas-teste mostrada na Figura 36b é apresentada esquematicamente nas Figuras 36c, 36d e 36e, onde a diferença de orientação em geral é menor que 10° , caracterizando uma subestrutura com elevado número de contornos de grãos de baixo ângulo referentes aos contornos de subgrão. De um modo geral, há muito mais contornos de baixo

ângulo no interior das bandas (marcados em cinza) e poucos segmentos com caráter de alto ângulo (marcados em preto), que podem ser visualizados entre as bandas e a matriz. Isto caracteriza um maior grau de subdivisão no interior das bandas em função da deformação localizada. Este resultado deve levar em conta que uma fração significativa de contornos com $\Psi < 2^\circ$ não é identificada por limitações intrínsecas da técnica de EBSD.

Figura 35. Resultados do mapeamento via EBSD da amostra A (região central) deformada em 1 passe, (a) mapeamento das orientações (OIM) das regiões bandeadas; (b) figuras de pólo referentes à região 1 e (c) figuras de pólo referentes à região 2, mostradas na OIM.

Figura 36. Resultados do mapeamento via EBSD da amostra A (região central) deformada em 1 passe: (a) mesotextura; (b) mapeamento das orientações (OIM) com as linhas testes e perfil das orientações das regiões (c) 1; (d) 2 e (e) 3.

A Figura 37 mostra outro mapeamento feito numa região próxima à borda da amostra A deformada por 1 passe. A razão para tal mapeamento foi verificar se as mesmas características de microtextura e mesotextura se repetiam em outras regiões da amostra. O resultado do mapeamento de orientações (OIM) está mostrado na Figura 37a. As figuras de pólo de duas regiões distintas, 1 e 2, indicadas na Figura 37a são mostradas nas Figuras 37d e 37e, respectivamente. Nota-se que há uma diferença entre as microtexturas das áreas 1 e 2 e o grau de espalhamento das orientações (rotações sofridas), mediante a comparação entre as respectivas figuras de pólo, no entanto, a área 1 (matriz) também possui orientação cristalográfica igual ao monocristal inicial [110] (Figura 31) como observado no mapeamento realizado na região central da amostra. No entanto, as regiões 2 (Figura 35c e Figura 37e) diferem entre si.

A Figura 37b mostra os resultados das medidas de mesotextura a partir do mapa de orientações (OIM) mostrado na Figura 37a. O espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo perpendicular a DT (Figura 37b) é $21 \pm 2 \mu\text{m}$. A Figura 37c mostra o perfil de orientações ao longo da linha-teste (Figura 37b) onde a diferença de orientação entre as bandas e a matriz mostra valores bastante elevados (até 55°). Já no interior das bandas, esta diferença é menor, algo em torno de 10° . Resultados similares foram encontrados num monocristal de alumínio deformado por ECAE ($\phi = 90^\circ$) [78]. A evolução da textura em materiais com estrutura CCC deformados via ECAE é bem menos estudada do que em materiais com estrutura CFC, daí a dificuldade de se comparar os resultados obtidos neste trabalho com os poucos encontrados na literatura. Estes resultados mostram que os contornos de alto ângulo induzidos por deformação têm origem no interior das bandas de cisalhamento e nas interfaces com a matriz não-cisalhada. Com o aumento do número de passes, as bandas intersectam-se umas com as outras, evidenciando um dos principais mecanismos envolvidos na formação dos grãos ultrafinos.

Figura 37. Resultados do mapeamento via EBSD da amostra A (região da borda) deformada em 1 passe: (a) mapeamento das orientações (OIM) das regiões bandeadas; (b) mesotextura com a linha teste; (c) perfil das orientações ao longo da linha teste; (d) figuras de pólo referentes à região 1 mostrada na OIM e (e) figuras de pólo referentes à região 2. Os contornos de alto ângulo são indicados em preto e os contornos de baixo ângulo em cinza.

4.3.2.3 RECOZIMENTO ISOTÉRMICO

4.3.2.3.1 CURVAS DE AMOLECIMENTO

As mudanças microestruturais que ocorrem durante o recozimento de um metal levam à diminuição da energia armazenada na deformação plástica. Esta diminuição é causada por mecanismos de rearranjo e aniquilação de defeitos cristalinos. De acordo com Haessner [94], as principais mudanças são: (a) aniquilação de vacâncias em excesso; (b) aniquilação de discordâncias de sinais opostos e encolhimento dos anéis de discordâncias; (c) rearranjo de discordâncias de modo a formar configurações de menor energia; (d) formação de contornos de alto ângulo (estas mudanças a-d referem-se aos mecanismos de recuperação do material), (e) absorção de defeitos puntiformes e discordâncias por contornos de alto ângulo em migração e (f) redução da área total de contornos de grãos, onde estas mudanças são referentes ao mecanismo de recristalização e crescimento de grão do material, respectivamente.

A curva de amolecimento da amostra A deformada em 1 passe é mostrada na Figura 38a. Até 550°C o material não apresenta nenhuma mudança significativa em termos de amolecimento, portanto, acredita-se que o mecanismo principal que está ocorrendo é a recuperação da microestrutura. Um amolecimento pronunciado do material é observado no intervalo entre 550 e 600°C (durante 1 h), indicando que a recristalização ocorre predominantemente neste intervalo de temperatura. A Figura 38b mostra a cinética da recristalização para a amostra deformada em 1 passe e recozida em 550°C. Observa-se que mesmo após um recozimento por 180 min a recristalização ainda não é completa, uma vez que os valores ainda não estabilizaram num dado patamar.

Figura 38. Medidas de microdureza da amostra A deformada em 1 passe e recozida; (a) curva de amolecimento das amostras recozidas até 1000°C/1 h e (b) cinética de recristalização em 550°C.

4.3.2.3.2 MICROESTRUTURA

A amostra A deformada em 1 passe de ECAE foi submetida a tratamentos térmicos entre 500 e 1000°C durante 1 h a fim de avaliar a estabilidade da microestrutura e o comportamento frente ao amolecimento. As Figuras 39a e 39b mostram as micrografias obtidas da amostra A recozida em 500 e 600°C durante 1 h, respectivamente. A Figura 39b mostra que a 600°C os grãos recristalizam preferencialmente nas bandas. Wang e colaboradores [95] observaram em cobre monocristalino deformado por ECAE via rota B_c em 5 passes que a recristalização ocorre principalmente na intersecção nos contornos de bandas de cisalhamento com diferentes orientações. Bandas de cisalhamento são locais preferenciais para início do processo de recristalização. A Figura 39a mostra a micrografia da amostra A recozida em 500°C. Inicialmente não se percebe nenhuma mudança microestrutural nessa temperatura, porém, não se pode visualizar se há ou não formação de uma estrutura de novos grãos nos contornos das bandas de cisalhamento devido à limitação do equipamento (resolução).

Como se observou um amolecimento pronunciado do material entre 500 e 600°C durante 1 h (Figura 38a), decidiu-se avaliar a cinética de amolecimento na amostra A recozida em 550°C durante 5, 15, 60, 120 e 180 min. As Figuras 40a e 40b mostram as respectivas micrografias das amostras recozidas em 550°C durante 5 e 180 min. Após 5 min, nenhuma mudança significativa é observada na microestrutura, no entanto, após 180 min a microestrutura consiste de regiões com grãos recristalizados nos contornos das bandas, porém a recristalização não é completa, existindo regiões apenas recuperadas.

A microestrutura da amostra A recozida em 550°C durante 15 min é mostrada na Figura 41. Observa-se a presença de bandas ao longo da microestrutura. Um aumento maior (Figura 41b) revela a ocorrência de recristalização preferencialmente dentro destas bandas. Observam-se também grãos com tamanhos de cerca de 3 μm agrupados. Em um trabalho recente [96], tântalo comercialmente puro e deformado por ECAE depois de 1 passe e recozido em 990°C durante 90 min demonstrou um comportamento semelhante.

(a)

(b)

Figura 39. Micrografias mostrando a seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 1 passe de ECAE e recozida em: (a) 500°C/1 h e (b) 600°C/1 h (MEV - BSE).

(a)

(b)

Figura 40. Micrografias mostrando a seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 1 passe de ECAE e recozida em 550°C durante (a) 5 e (b) 180 min (MEV - BSE).

(a)

(b)

Figura 41. Micrografias mostrando a seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 1 passe e recozida em 550°C durante 15 min (a) visão geral da seção transversal; (b) visão aumentada da região quadrada mostrando os grãos recristalizados na estrutura bandada (MEV - BSE - *field emission gun*).

4.3.2.3.3 MICROTEXTURA E MESOTEXTURA

Medidas de EBSD (alta resolução) foram feitas na amostra A deformada (1 passe-ECAE) e recozida em 550°C durante 15 min para avaliar a microtextura e a mesotextura deste material. A Figura 42a mostra o mapa de orientações (OIM) e a Figura 42b mostra o histograma da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação referente a esta região. Aproximadamente 38% dos contornos têm caráter de alto ângulo.

A Figura 43a mostra os dados de mesotextura da seção transversal (DT-DN), os contornos de alto ângulo são mostrados em preto e os de baixo ângulo em vermelho. Este mapa torna mais fácil a identificação dos grãos recristalizados (morfologia equiaxial) marcados com círculos. Observa-se a presença de uma significativa fração de contornos com caráter de baixo ângulo circundado por contornos com caráter de alto ângulo, resultantes do cisalhamento. A recristalização ocorre principalmente ao longo dos contornos lamelares (caráter de alto ângulo). Áreas deformadas, recuperadas e recristalizadas em materiais recozidos podem ser distinguidas em análise local de cada grão [97]. Para este propósito nós usamos o mapa das zonas de gradiente *Kernel average misorientation* (Figura 43b). Estes mapas são construídos calculando o *Kernel average misorientation* comum de cada ponto medido até seus mais próximos vizinhos. Esta é uma ferramenta disponível no *software* de análise da TSL. Áreas fortemente deformadas ou recuperadas na microestrutura revelam valores altos de diferença de orientação local (região verde) e áreas recristalizadas são mostradas nas regiões azuis. Na Figura 43b fica evidente que existem regiões recristalizadas alternado-se com regiões ainda recuperadas.

Figura 42. Resultado do mapeamento via EBSD da amostra A deformada em 1 passe e recozida em 550°C durante 15 min: (a) mapeamento das orientações (OIM) e (b) histograma da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação.

Figura 43. (a) Dados de mesotextura da seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 1 passe e recozida em 550°C durante 15 min, mostrando os contornos de alto e baixo ângulo; b) mapa correspondente ao *Kernel average misorientation* útil para avaliar a presença de regiões recristalizadas. Contornos de alto ângulo ($\Psi > 15^\circ$) são representados em preto.

4.3.3 AMOSTRA A DEFORMADA EM 4 PASSES

4.3.3.1 MICROESTRUTURA

A amostra A deformada via ECAE em 4 passes sofreu mudanças microestruturais mais severas. Na micrografia mostrada na Figura 44 são observadas estruturas bandeadas em toda microestrutura. Um aspecto importante é o fato de que estas bandas passam a interceptar-se mutuamente devido à rotação da amostra em 90° após cada passe. Desta forma, novas famílias de bandas de cisalhamento são geradas passando a interagir com as já existentes.

A Figura 45 mostra uma micrografia da amostra feita com MEV equipado com canhão de emissão de campo, onde pode ser mais bem visualizado que após 4 passes a amostra A já apresenta uma microestrutura bastante refinada, não sendo possível distinguir

claramente a diferença entre as bandas de cisalhamento e a matriz. É possível identificar a presença de grãos e subgrãos com tamanho de aproximadamente 1 μm . A cada passe de ECAE, espera-se que a microestrutura seja formada de finas bandas de cisalhamento, orientadas ao longo do plano transversal do canal de ECAE (DE-DN). A evolução dos planos de cisalhamento induzidos no material após cada passe de ECAE, a rotação dos grãos e a deformação acumulada a cada passe contribuem para o refinamento de grão. Em particular, na rota B_c , a intersecção das bandas de cisalhamento é um fator importante para a obtenção de uma estrutura com grãos finos [93].

Para deformações reais de $\varepsilon = 4 - 6$, Prangnell e colaboradores [49] afirmam que o espaçamento entre os contornos de alto ângulo diminui rapidamente. Este comportamento se deve à diminuição do espaçamento entre os contornos lamelares (alto ângulo) uma vez que novos contornos são gerados e devido à formação de novos contornos dentro das próprias lamelas. Segundo Goloborodko [98], uma deformação real $\varepsilon = 4$ resulta no aumento do número de bandas de cisalhamento e na formação de finos cristalitos em toda a amostra. Alguns destes pequenos grãos formados especialmente na intersecção destas bandas são bastante finos, mas, para esta deformação, eles constituem apenas uma pequena fração na microestrutura.

Figura 44. Micrografia mostrando a seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 4 passes (MEV - BSE).

Figura 45. Micrografia mostrando a seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 4 passes (MEV - BSE - *field emission gun*).

4.3.3.2 MICROTTEXTURA E MESOTEXTURA

A Figura 46 mostra os resultados do mapeamento na seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada por 4 passes de ECAE. Os mapeamentos de EBSD de alta resolução foram realizados com o objetivo de verificar a natureza dos finos cristalitos formados especialmente na intersecção das bandas de cisalhamento.

O mapeamento de orientações (OIM) é mostrado na Figura 46a. As figuras de pólo referentes às regiões indicadas são apresentadas nas Figuras 46b e 46c. Nesta figura é possível observar a presença de duas regiões distintas, 1 e 2, como mostram as respectivas figuras de pólo. A região 1 está orientada próximo ao plano (111) enquanto a região 2 está orientada próximo ao plano (100). A diferença de orientações entre as regiões torna-se visível quando comparamos as figuras de pólo (incluindo a intensidade). Quando se analisa a mesotextura desta área mapeada (Figura 47), observa-se que a deformação via ECAE levou a formação de regiões distintas onde o grau de subdivisão varia bastante de uma região para outra. O refinamento de grão é mais efetivo na região de intersecção das bandas de cisalhamento e na região 2, confirmando a existência de importantes efeitos de orientação locais. O refinamento microestrutural já permite a observação de regiões com cristalitos inferiores a 1 μm . Para este mapeamento, a fração volumétrica de contornos de alto ângulo é de aproximadamente 54%.

A intersecção entre as bandas de cisalhamento no decorrer da deformação por ECAE é o principal mecanismo para ocorrer a fragmentação e a formação de novos contornos. Ou seja, a fragmentação ocorre devido ao cruzamento entre as bandas formadas no primeiro passe e assim sucessivamente. Deste modo, a diferença de orientação entre os contornos cresce rapidamente com o aumento da deformação, transformando-se em contornos de grão.

Figura 46. Resultados do mapeamento via EBSD de alta resolução da amostra A deformada em 4 passes, (a) mapeamento das orientações (OIM); (b) figuras de pólo referente a região 1 mostrada na OIM e (c) figuras de pólo referente a região 2. Linhas pretas correspondem aos contornos de alto ângulo ($\Psi > 15^\circ$).

Figura 47. Resultados de mesotextura da amostra A (DT-DN) deformada em 4 passes. Contornos de alto ângulo ($\Psi \geq 15^\circ$) são mostrados em preto e os contornos de baixo ângulo ($\Psi < 15^\circ$) em vermelho.

4.3.4 AMOSTRA A DEFORMADA EM 8 PASSES

4.3.4.1 MICROESTRUTURA

A amostra A de nióbio, quando deformada por 8 passes, apresenta uma microestrutura bem mais uniforme. Ela é formada por cristalinos bem finos, como pode ser observado nas micrografias das Figuras 48a e 48b. Observa-se que a microestrutura consiste de cristalitos menores com tamanhos inferiores a $1 \mu\text{m}$ e com morfologia mais equiaxial coexistindo com outros maiores e mais alongados. Estes resultados permitem concluir que 8 passes de ECAE para nióbio monocristalino não são suficientes para produzir uma microestrutura homogênea formada por grãos equiaxiais.

De acordo com Prangnell e colaboradores [49], esta microestrutura é o estágio final do refinamento do grão para a rota adotada e é caracterizada pela progressiva subdivisão das

estruturas já existentes em pequenos segmentos, até que se forme uma estrutura de grãos submicrométricos relativamente uniforme. Em tese, um número maior de passes não resultaria em novo refinamento microestrutural, mas em uma microestrutura com grãos equiaxiais. Esta hipótese é confirmada no trabalho de Mathaudhu e colaboradores [1] onde nióbio policristalino foi deformado até 24 passes pela rota E. Apesar de ser uma rota distinta da adotada neste Doutorado, observa-se uma clara saturação nos valores de microdureza após 8 passes de ECAE, indicando que o refinamento microestrutural atingiu o estado estacionário.

Dalla Torre e colaboradores [66] analisaram cobre policristalino processado em 8 passes por ECAE via rota B_c, e apesar das diferenças estruturais entre o nióbio e o cobre, depois de 8 passes o cobre deformado apresentou regiões formadas por contornos lamelares e uma fração significativa de grãos equiaxiais, de modo bastante similar ao encontrado para o nióbio.

4.3.4.2 MICROTTEXTURA E MESOTEXTURA

A Figura 49 mostra o mapeamento de orientações (OIM) e a figura de pólo referente à seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 8 passes de ECAE. Estes resultados mostram que a microestrutura após 8 passes não é completamente equiaxial. A estrutura de grãos é ligeiramente alongada em toda a região mapeada, com a presença de alguns grãos com morfologia equiaxial. Subgrãos alongados complementam a estrutura. Em geral, há uma tendência da microestrutura de materiais processados por ECAE (rota B_c), como o cobre de alta pureza, por exemplo, apresentar grãos e subgrãos alongados na direção de cisalhamento induzida no último passe [99].

Quando analisamos algumas regiões deste mapeamento, verificamos que dentro de alguns grãos a orientação varia de modo diferenciado dependendo da região analisada, como

mostra a Figura 50. As duas regiões mostram que a diferença de orientação medida em duas linhas-teste quaisquer traçadas dentro dos grãos mostram que as rotações podem ser pequenas ($< 15^\circ$) ou elevadas ($> 15^\circ$) indicando rotações mais abruptas.

Figura 48. Micrografias mostrando a seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 8 passes: (a) 10000x e (c) 25000x (MEV - BSE - *field emission gun*).

Figura 49. Resultado do mapeamento via EBSD da seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 8 passes, (a) mapeamento das orientações (OIM) e (b) figuras de pólo.

Figura 50. Resultado do mapeamento via EBSD da seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada em 8 passes com o perfil das orientações ao longo da linha teste.

Os resultados de mesotextura desta região são apresentados na Figura 51a. Quando os contornos de baixo ângulo são removidos propositalmente da imagem, fica evidente que existem determinados “corredores” na microestrutura (Figura 51b). Nestes “corredores”, predominam contornos de baixo ângulo que subdividem a estrutura macroscopicamente. Estes “corredores” delimitam regiões maiores onde a estrutura é bem mais refinada e com menor razão de aspecto (tendência à morfologia equiaxial). A propósito, define-se *razão de aspecto* como sendo a razão entre a maior e a menor dimensão numa dada estrutura. Uma provável explicação para o fato reside na ativação de volumes correspondentes às bandas de cisalhamento. Entre estas bandas predominam regiões mais “calmas” onde a deformação ocorre de forma menos localizada.

Com os resultados de mesotextura (Figura 51a) é possível determinar o espaçamento linear médio entre os contornos de alto e de baixo ângulo (norma ASTM E112). Este mapa é representativo desde que tenha um número significativo de contornos. O espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo é de $0,33 \pm 0,03 \mu\text{m}$, enquanto que o espaçamento médio entre os contornos de baixo ângulo é maior, cerca de $0,80 \pm 0,15 \mu\text{m}$. Este último número não leva em consideração a fração de contornos menores que 2° .

Etter e colaboradores [99] investigaram a evolução microestrutural de cobre policristalino de alta pureza deformado via ECAE utilizando rota B_c . Níóbio e cobre possuem diferenças em termos de energia de defeito de empilhamento (EDE), mas há algumas informações semelhantes em relação à estrutura depois de 8 passes de ECAE para ambos. O espaçamento médio dos contornos de alto ângulo em todas as direções para o cobre é $0,4 \mu\text{m}$ e o espaçamento médio dos contornos de baixo ângulo é $0,3 \mu\text{m}$. O resultado de mesotextura (Figura 51a) mostra que a fração de contornos de alto ângulo é predominante na amostra.

Figura 51. (a) Dados de mesotextura referente à seção transversal (DT-DN) da amostra A deformada por 8 passes (b) dados de mesotextura porém mantendo apenas a indicação dos contornos de alto ângulo. Linhas tracejadas vermelhas marcam regiões onde a subdivisão ocorreu de modo distinto.

A análise dos dados obtidos por EBSD precisa ser cuidadosa. Dependendo do procedimento utilizado para remover pontos não indexados no mapeamento, os resultados em termos da fração dos contornos de alto e baixo ângulo podem variar significativamente. Este ponto merece maior importância ainda quando se trata de amostras severamente deformadas.

No caso de amostras severamente deformadas, o número de pontos não-indexados (*dead points*) é relativamente alto, especialmente na região dos contornos. O problema se agrava quando o *step size* diminui. Quando o feixe de elétrons se aproxima do contorno, dependendo ainda da tensão de aceleração e do ângulo que o contorno faz com a superfície, pode ocorrer a geração de linhas de Kikuchi provenientes de dois cristais adjacentes. A projeção de dois padrões de Kikuchi distintos não permite a identificação inequívoca da orientação naquele ponto com auxílio do *software* de análise. Na maioria dos casos, o *software* arbitra uma orientação errada para aquele ponto. Este ponto é considerado inválido (*dead point*) e precisa ser filtrado antes de qualquer análise.

Na análise dos resultados de EBSD presentes, adotou-se o critério de que um grão é formado por um agrupamento de pelo menos 4 pontos, consecutivos ou não, com a mesma

orientação cristalográfica para ser considerado como tal. Os aglomerados de pontos não-indexados podem ser “confundidos” com grãos virtuais, aumentando artificialmente a fração de contornos de alto ângulo no mapa. A Figura 52 mostra dois exemplos de interpretação dos dados de EBSD, estes mapas representam uma pequena região do mapa de orientações (Figura 49a) da amostra A deformada em 8 passes. Duas regiões idênticas do mesmo mapeamento foram ampliadas de modo a facilitar a visualização dos contornos. No entanto, os histogramas se referem à área total da OIM (Figura 49a). Na Figura 52a não foi usada nenhuma limpeza para a remoção de pontos não-indexados. Já no mapa da Figura 52b, foi utilizado a limpeza mediante simples interação e remoção de *clusters* com menos de 4 pontos (*Grain Dilation*). Note que nem todos os pontos são removidos após a limpeza. Quando comparamos os mapas (Figura 52a e 52b) pelo menos três contornos (ou pelo menos três segmentos) indicados pelas setas têm seu caráter modificado de alto ângulo para baixo ângulo, o que pode ser efetivamente confirmado quando as células unitárias esquemáticas de regiões vizinhas são indicadas no mapa (Figura 52b) [100]. A rotação é realmente pequena, confirmando o caráter de baixo ângulo entre estes dois cristalitos. De acordo com os histogramas obtidos para cada mapa da Figura 52, a fração volumétrica de contornos de alto ângulo varia de 48 a 70%. Quando uma limpeza mais criteriosa é aplicada, observa-se que a estrutura possui uma fração de 48% de contornos de alto ângulo. Sem utilizar nenhuma limpeza, este valor chega a quase 70%. Alguns autores propõem que materiais deformados severamente são considerados ultrafinos se possuírem espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo ($\Psi \geq 15^\circ$) menor que 1 μm em todas as direções, e existir uma fração volumétrica superior a 70% de contornos com caráter de alto ângulo [49, 68]. Entretanto, arbitrar uma fração volumétrica qualquer para enquadrar um material nesta ou naquela classe pode levar a distorções. A fração de 70% deve ser adotada como um referencial e não como um valor absoluto.

Uma discussão pertinente com relação às vantagens e às limitações do uso da técnica de EBSD de alta resolução no estudo de materiais com grãos ultrafinos é encontrada em [101]. Baseado nessas análises, a amostra de nióbio após deformação em 8 passes de ECAE possui uma fração de contornos de alto ângulo aproximadamente de 50%.

Os resultados de mesotextura na seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes são mostrados na Figura 53a, onde os contornos de alto ângulo ($\Psi \geq 15^\circ$) estão marcados em azul e os de baixo ângulo ($\Psi < 15^\circ$) estão marcados em amarelo. Independente do critério adotado em termos da diferença de orientação ($\theta \geq 1^\circ, 1,5^\circ$ e 2°) a microestrutura na seção DE-DN consiste predominantemente de grãos e subgrãos alongados. Outra informação importante obtida a partir destas medidas é o tamanho de grão. Dependendo da direção investigada (longitudinal ou transversal), o tamanho médio de grão varia, sendo possível comprovar que a estrutura de grãos é levemente alongada na direção de extrusão (DE). Na Figura 53b é possível comparar as duas distribuições de tamanho. O tamanho médio do grão no sentido longitudinal (paralelo a DE) é igual a $1,19 \pm 1,25 \mu\text{m}$, enquanto que no sentido transversal (perpendicular a DE) este tamanho cai para $0,44 \pm 0,37 \mu\text{m}$.

Figura 52. Comparação dos histogramas da distribuição dos contornos da Figura 49a referente ao critério adotado para remoção dos pontos não-indexados: (a) sem limpeza e (b) limpeza mediante simples interação e remoção de clusters com menos de 4 pontos (*Grain Dilation*). As setas indicam pelo menos três contornos (segmentos) que tiveram sua classificação modificada [100].

Figura 53. (a) Mapeamento de EBSD na seção longitudinal (DE-DN) da amostra A após 8 passes mostrando os resultados de mesotextura em função da diferença de orientação adotada: 1° , $1,5^\circ$ e 2° ; (b) medida do tamanho de grão referente ao mapa mostrado em (a).

4.3.4.3 RECOZIMENTO ISOTÉRMICO

4.3.4.3.1 CURVA DE AMOLECIMENTO

A amostra A deformada em 8 passes de ECAE foi submetida a tratamentos térmicos em 400, 500, 550, 600, 700, 800 e 900°C durante 1 h a fim de avaliar a estabilidade da microestrutura e o comportamento frente ao amolecimento. Foram realizadas medidas de microdureza Vickers na seção longitudinal (DE-DN) após cada recozimento.

Na Figura 54 são mostrados os valores de microdureza em função da temperatura. Observou-se um notável amolecimento do material a partir de 500°C. A recuperação predomina nas amostras recozidas até 400°C. É difícil afirmar com exatidão qual é a temperatura exata para o início da recristalização apenas com os dados apresentados nesta figura, mas ela certamente se encontra na faixa entre 400-500°C. Metais deformados contendo alta fração de contornos de alto ângulo tendem a recristalizar desde que a ativação térmica seja suficiente.

Figura 54. Curva de amolecimento para a amostra A deformada em 8 passes de ECAE e recozida entre 400 e 900°C por 1 h em vácuo.

4.3.4.3.2 MICROESTRUTURA

Nas Figuras 55 e 56 são mostrados os aspectos da microestrutura na seção longitudinal (DE-DN) após recozimento em 400 e 550°C por 1 h. As setas brancas indicam a direção de extrusão. As microestruturas observadas diferem uma da outra. Na amostra tratada em 400°C (Figura 55) não é possível notar nenhum engrossamento significativo. A microestrutura consiste de grãos alongados e alguns equiaxiais, similar a encontrada no estado deformado. Até 400°C pode ter ocorrido apenas o processo de recuperação.

Na amostra tratada em 550°C, por outro lado, a microestrutura apresenta sinais evidentes de engrossamento em algumas regiões. A microestrutura apresenta grãos equiaxiais da ordem de 5 μm e outros da ordem de 2 μm . Ainda é possível distinguir a presença de aspectos característicos da morfologia lamelar presente no estado encruado.

Em temperaturas mais altas, 600 e 700°C, a microestrutura sofre apreciável engrossamento e a estrutura de grãos passa a ser mais próxima da equiaxial, como mostram as Figuras 57 e 58. Nestas duas temperaturas, o crescimento normal de grão parece ser o mecanismo responsável pelo engrossamento microestrutural.

Gholinia e colaboradores [102] mostraram que materiais processados pela rota B_c, quando severamente deformados, estão sujeitos à ocorrência de recristalização descontínua durante o recozimento. Apenas a observação direta da microestrutura não é suficiente para identificar qual é o real mecanismo de engrossamento presente. Este é um ponto importante a ser esclarecido e somente a análise da mesotextura local permite uma conclusão mais precisa. Estes resultados são apresentados no item 4.3.4.3.3.

Figura 55. Micrografia mostrando a seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes e recozida em 400°C/1 h (MEV - BSE - *field emission gun*).

Figura 56. Micrografia mostrando a seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes e recozida em 550°C/1 h (MEV - BSE - *field emission gun*).

Figura 57. Micrografia mostrando a seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes e recozida em 600°C/1 h (MEV - BSE).

Figura 58. Micrografia mostrando a seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes e recozida em 700°C/1 h (MEV - BSE).

4.3.4.3.3 MICROTTEXTURA E MESOTEXTURA

Mapeamentos de EBSD foram feitos na seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes e recozidas entre 400 e 700°C durante 1 h. A evolução da microtextura durante o recozimento pode ser analisada pelas figuras de pólo mostradas na Figura 59. A amostra no estado deformado (Figura 59a) apresenta uma microtextura predominante do tipo $\langle 100 \rangle$. Após o recozimento em 550°C por 1 h, a componente $\langle 100 \rangle$ ainda está presente (Figura 59b). Quando analisamos as figuras de pólo das amostras recozidas em 600 e 700°C (Figuras 59c e 59d) observa-se a intensificação de outros componentes de textura, provavelmente devido ao crescimento de grão.

A Figura 60a mostra o mapa de orientações (OIM) da amostra recozida em 550°C durante 1 h. Nota-se que a amostra possui regiões recuperadas e recristalizadas. Analisando as figuras de pólo dessas regiões distintas (Figura 60b e 60c) observa-se que a componente cubo pertence às regiões não recristalizadas. Analisando a figura de pólo (001) da região recuperada, observa-se que ela está desviada cerca de 10° em relação a componente cubo ideal. Medindo a microtextura das regiões recristalizadas, observa-se que ainda há vestígios da componente cubo, mas outras componentes mais fracas aparecem na figura de pólo, devido ao processo de recristalização. Assim, comparando as duas figuras de pólo observa-se que a microtextura dos grãos recristalizados difere ligeiramente da matrix recuperada.

Figura 59. Figuras de pólo referente à seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes: (a) estado deformado e em (b) 550°C/1 h; (c) 600°C/1 h e (d) 700°C/1 h.

(a)

(b)

(c)

Figura 60. (a) Mapa das orientações (OIM) referente à seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes e recozida em 550°C/1 h; e figuras de pólo referente a (b) matriz recuperada e (c) grãos recristalizados.

Os mapas de mesotextura das amostras recozidas em 550, 600 e 700°C durante 1 h são mostrados na Figura 61, onde os contornos de alto ângulo ($\Psi \geq 15^\circ$) estão marcados em preto e os de baixo ângulo ($\Psi < 15^\circ$) estão marcados em vermelho. O mapa de mesotextura da amostra de 550°C (Figura 61a) mostra os primeiros estágios da recristalização, onde os primeiros grãos recristalizados tornam-se visíveis na microestrutura. O volume de fração recristalizada calculado por metalografia quantitativa é de aproximadamente 40%. A presença de uma estrutura lamelar resultante da deformação é ainda evidente em algumas regiões. A Figura 61b mostra uma região destacada da amostra de 550°C, os círculos mostram grãos se expandindo em áreas onde os contornos de baixo ângulo são predominantes (áreas recuperadas). Esta é uma evidencia notável da ocorrência de **recristalização descontínua** em nióbio deformado por ECAE. Outro ponto que deve ser destacado é a existência de áreas bandeadas onde coexistem regiões recuperadas e recristalizadas. Em 600°C (Figura 61c) a estrutura dos grãos recristalizados não é uniforme. Em 700°C (Figura 61d) a microestrutura apresenta uma estrutura grosseira causado pelo crescimento de grão. Nessa temperatura, o crescimento normal de grão é o mecanismo principal de engrossamento.

Figura 61. Dados de mesotextura referente à seção longitudinal (DE-DN) da amostra A deformada em 8 passes e recozida em (a) 550°C/1 h; (b) área aumentada do retângulo mostrado em (a); (c) 600°C/1 h e (d) 700°C/1 h.

A Tabela 9 mostra a fração de contornos de alto ângulo para a amostra A deformada em 8 passes e para as amostras recozidas. Nota-se que a fração de contornos de alto ângulo aumenta para valores próximos a 85% quando recozida em 600°C. Isso se deve ao processo de recristalização, pois a recristalização envolve movimentação de contornos de alto ângulo consumindo os contornos de baixo ângulo. A fração de contornos de alto ângulo aumenta significativamente com o aumento da temperatura de recozimento quando ocorre recristalização de maneira descontínua [103]. De acordo com Humphreys e colaboradores [68], materiais deformados com fração de contornos de alto ângulo menor que 70% amolecem via recristalização descontínua quando recozidos. O espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo foi calculado (norma ASTM E112) para as amostras recozidas e estão apresentados na Tabela 10. O engrossamento da microestrutura começa a partir de 550°C. Abaixo dessa temperatura o espaçamento entre os contornos não se altera significativamente ($\sim 2 \mu\text{m}$ paralelo a DE). Acima de 700°C a microestrutura apresenta grãos com morfologia equiaxial com razão de aspecto em torno de 1. O material continua a engrossar em temperaturas mais elevadas (até 900°C), entretanto, mantém a razão de aspecto próxima a 1 (estruturas equiaxiais).

A Figura 62 mostra o histograma de distribuição dos contornos em função da diferença de orientação para amostras na condição deformada e também recozida em 550°C por 1 h. Observa-se que há uma sensível diminuição dos contornos de baixo ângulo quando a amostra é tratada termicamente nesta temperatura, o que corrobora a ocorrência de recristalização descontínua.

Tabela 9 - Fração de contornos de alto ângulo (HAB) da amostra A deformada em 8 passes e recozidas.

Temperatura	HAB (%)
deformada	48
400°C/1h	58
500°C/1h	53
550°C/1h	59
600°C/1h	85

Tabela 10 - Espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo da amostra A deformada em 8 passes e recozidas.

Temperatura	Paralelo a DE (μm)	Perpendicular a DE (μm)
400°C/1h	$2,4 \pm 1,6$	$0,4 \pm 0,05$
500°C/1h	$2,1 \pm 0,4$	$0,3 \pm 0,03$
550°C/1h	$3,9 \pm 0,7$	$1,4 \pm 0,12$
600°C/1h	$8,0 \pm 0,7$	$6,8 \pm 0,46$
700°C/1h	$8,2 \pm 1,0$	$8,1 \pm 1,4$
800°C/1h	$19,7 \pm 3,8$	$21,9 \pm 6,0$
900°C/1h	$44,4 \pm 6,9$	$48,6 \pm 8,7$

Figura 62. Comparação entre os histogramas de distribuição dos contornos em função da diferença de orientação da amostra A deformada em 8 passes e após tratamento térmico em 550°C/1 h.

4.4 AMOSTRAS B E C DEFORMADAS EM 8 PASSES

4.4.1 AMOSTRA B DEFORMADA EM 8 PASSES

4.4.1.1 AMOSTRA B NA CONDIÇÃO INICIAL

4.4.1.1.1 ORIENTAÇÃO INICIAL

Os resultados das medidas da orientação inicial do monocristal (amostra B) são apresentados na Figura 63. Foram obtidas figuras de pólo (110), (100) e (112) para a amostra B na condição inicial. As análises foram realizadas no plano transversal (DE-DN), na face paralela à direção de extrusão.

Figura 63. Resultados da medida de orientação da amostra B na condição inicial.

4.4.1.2 AMOSTRA B DEFORMADA

4.4.1.2.1 MICRODUREZA VICKERS

As medidas de microdureza da amostra B deformada em 8 passes de ECAE foram feitas nas faces perpendiculares à direção de extrusão (DE), à direção transversal (DT) e à direção normal (DN). O valor médio das medidas de microdureza nos três planos da amostra é de 181 ± 2 HV.

Comparando-se os valores de microdureza da amostra B antes da deformação (85 ± 2 HV) e após 8 passes de ECAE, observa-se que esses valores são significativamente maiores. Este aumento é resultado das mudanças microestruturais que ocorrem durante a deformação plástica do metal.

Foram realizadas também, medidas de microdureza Vickers somente no plano de extrusão (DT-DN), em uma área de $22 \times 22 \text{ mm}^2$, a fim de obter um mapa de distribuição de microdureza nesta região. Os mapas gerados permitem uma visualização de como o material se encontra em termos de encruamento. A distância média entre cada medida foi de 1,3 mm. O valor médio de microdureza encontrado neste plano foi de 173 ± 8 HV, sendo que o valor

mínimo individual encontrado foi de 137 HV e o valor máximo de 191 HV. Com os valores de microdureza dessa região, gerou-se um mapa de distribuição do plano de extrusão (DT-DN) (Figura 64). Após 8 passes de ECAE a distribuição da microdureza não é homogênea na amostra B. Há um aumento na microdureza da amostra B depois de 8 passes de ECAE com um valor entre 168 e 183 HV cobrindo uma grande área da amostra na região central.

Na maior parte dos estudos reportados na literatura, os valores médios de microdureza reportados eram a média de diversas medidas aleatórias em uma das direções após a deformação por ECAE. No entanto, sabe-se que a dureza pode variar em função da direção da amostra (anisotropia). Xu e colaboradores [11] mapearam a microdureza em amostras de alumínio puro e ligas deformados por ECAE via rota B_c após 1 a 8 passes, a fim de avaliar a homogeneidade da amostra para diferentes níveis de deformação. Como resultado, materiais com uma microestrutura heterogênea após um passe. Com o aumento do número de passes, os valores de microdureza tornavam-se mais uniformes [11].

Li e colaboradores [84] mostraram, através de simulações de ECAE em um aço IF utilizando o método de elementos finitos, a distribuição da deformação plástica de von Mises, após 1 passe de ECAE com $\phi = 90^\circ$. A Figura 65a mostra a distribuição da deformação plástica, para o canal de ECAE, indicando que as extremidades da barra deformam-se menos, em comparação com a região central. A deformação na região central, ao longo da direção longitudinal, é mais ou menos uniforme. Porém, uma variação ao longo da espessura é mais significativa, para ilustrar isso a Figura 65b mostra a taxa da distribuição de deformação plástica equivalente em um estágio intermediário da deformação [84]. Com isso observamos que na região superior do mapa encontram-se maiores valores de microdureza e observa-se também que no canto inferior esquerdo (Figura 64) uma região onde os valores de microdureza variam entre 138 e 153 HV, indicando uma baixa deformação plástica que pode ser resultante das regiões onde a barra deforma plasticamente menos ou devido à formação de

zonas mortas durante a extrusão. A formação de zonas mortas é o fator principal para uma distribuição de tensão não-uniforme em ECAE com $\phi \geq 90^\circ$ [104], ela ocorre quando $\psi = 0$, e é caracterizada pela falta de contato da barra com as paredes dos canais [11].

Figura 64. Mapa de distribuição de microdureza Vickers na seção transversal (DT-DN) da amostra B deformada em 8 passes de ECAE.

Figura 65. Numa matriz com $\phi = 90^\circ$: (a) distribuição da deformação plástica equivalente em uma barra próximo ao fim de um passe pela matriz e (b) distribuição da deformação plástica equivalente num estágio intermediário da deformação [84].

4.4.1.2.2 MICROESTRUTURA

A Figura 66 mostra as micrografias dos três planos (extrusão, transversal e normal) para a amostra B deformada após 8 passes ($\epsilon = 9,2$). Observa-se a presença de bandas de cisalhamento (seta branca) no plano transversal (DN-DE) da amostra B. A Figura 67 mostra essas bandas em uma maior magnificação. Estas bandas correspondem a estreitas regiões de intenso cisalhamento que ocorre independentemente da estrutura de grãos [18]. As bandas de cisalhamento não se limitam a um determinado grão, podendo atravessar vários deles.

A microestrutura resultante da amostra B após 8 passes é formada inicialmente por grãos equiaxiais no plano de extrusão (DT-DN) que se tornam alongados na direção de extrusão no plano transversal (DE-DN). Nos três planos são encontrados cristalitos bem finos (inferiores a $1\ \mu\text{m}$). A formação de uma estrutura com grãos finos durante a deformação via ECAE resulta da fragmentação da estrutura e da interação entre as bandas de cisalhamento com o aumento da deformação aplicada (número de passes) [98].

A microestrutura da amostra B deformada em 8 passes também foi examinada por microscopia eletrônica de transmissão (MET), pois esta técnica permite a observação direta das subestruturas de deformação e de como as discordâncias se distribuem. A Figura 68 mostra a micrografia do plano de extrusão (DT-DN) da amostra B. A densidade e distribuição de discordâncias em um metal são dependentes da EDE (energia de defeito de empilhamento). Metais com alta EDE tendem a apresentar uma distribuição heterogênea de discordâncias. Quando um metal de alta EDE é deformado, suas discordâncias tendem a formar estruturas celulares (ou de subgrãos).

Na Figura 68a, observa-se que a microestrutura após 8 passes possui algumas áreas com contornos lamelares. Esta micrografia mostra que 8 passes de ECAE não foram suficientes para produzir uma microestrutura perfeitamente equiaxial. Nota-se que na Figura

68b a distribuição das discordâncias é heterogênea. Há grãos com baixa densidade de discordâncias em seu interior e outros com alta densidade de discordâncias. Deve-se fazer a ressalva que se trata de uma projeção bidimensional das três dimensões da amostra. Seria necessário inclinar (*tilt*) o suporte da amostra e verificar se ocorre alguma mudança na distribuição de discordâncias. A Figura 68c mostra discordâncias interagindo com o contorno de grão (indicado pela seta branca).

Segundo McElroy e colaboradores (1972 apud [18]), a densidade de discordâncias total, para um material deformado, pode ser estimada pela equação 14:

$$\sigma = c_1 \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_T} \quad (14)$$

Onde σ é a tensão de escoamento, c_1 é uma constante da ordem de 0.5, G é o módulo de cisalhamento do material, b é o vetor de Burgers e ρ_T é a densidade total de discordâncias. Os valores destes parâmetros para o nióbio estão apresentados na Tabela 1. A tensão de escoamento pode ser estimada pelas medidas de dureza Vickers, de acordo com a equação 15 [34]:

$$\sigma = \frac{HV(0.1)^{n'-2}}{3} \quad (15)$$

Onde HV é o valor da dureza do material e n' é o expoente da Lei de Meyer. Para metais totalmente encruados o n' é aproximadamente 2 [34]. Calculando o valor da tensão de escoamento para o amostra B deformada com auxílio das medidas de microdureza Vickers ($HV_{amostra\ B} = 173$) temos que $\sigma_{amostra\ B} = 569$ MPa. Substituindo esses valores na equação 14, temos que a densidade total de discordâncias teóricas para a amostra B deformada em 8

passes seria aproximadamente igual a $8 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$. Este resultado é consistente com o observado em materiais severamente deformados, onde $\rho \approx 10^{12}\text{-}10^{15} \text{ m}^{-2}$. No entanto, estes cálculos não consideram o valor da energia de defeito de empilhamento (EDE) do material, responsável pela ocorrência de recristalização dinâmica, uma variável importante no estudo da deformação plástica dos metais.

Figura 66. Micrografia dos planos de extrusão, transversal e normal da amostra B deformada em 8 passes (MEV - BSE - *field emission gun*).

Figura 67. Micrografia da seção longitudinal (DE-DN) da amostra B deformada em 8 passes (MEV - BSE - *field emission gun*).

(a)

(b)

(c)

Figura 68. Micrografia da seção transversal (DT-DN) da amostra B deformada em 8 passes (MET - campo claro).

4.4.1.2.3 TEXTURA

Foram construídas as figuras de pólo (110), (100) e (112) para a amostra B deformada em 8 passes de ECAE (Figura 69). As análises foram realizadas no plano transversal (DE-DN), na face paralela à direção de extrusão. A textura obtida para o material deformado é similar à simulada usando o modelo VPSC (do inglês *visco-plastic self-consistent*) reportado por Li e Beyerlein [82] em seus trabalhos com materiais de estrutura CCC deformados por ECAE via rota B_c , como mostra a Figura 70b. A textura encontrada para o material deformado é fraca, estando de acordo com [82], que afirma que a textura de materiais processados por 8 passes via rota B_c tendem a apresentar textura fraca ou mesmo ausente.

A Figura 71a mostra as seções da ODF ($\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$) da amostra B deformada. A Figura 71b mostra o resultado obtido a partir da simulação com o auxílio do modelo VPSC reportado por Li e Beyerlein [82] mostrando as respectivas orientações ideais. Observa-se que apenas algumas orientações ideais são encontradas na amostra B após 8 passes. Há similaridade em termos de uma forte orientação denotada por D_{10} e J_0 , e uma orientação fraca denotada por F_0 e D_{20} . Estas notações (Tabela 2) correspondem aos índices de Miller $[1\bar{1}0]$, $[\bar{1}11]$, $[\bar{1}10]$ e $[1\bar{1}0]$ respectivamente, em relação à direção transversal (DT).

Há de se salientar que o modelo VPSC utiliza como microestrutura de partida um policristal com grãos finos, equiaxiais e textura aleatória, bastante diferente da microestrutura de partida no caso da amostra B (monocristal). Messemaeker e colaboradores [80] estudaram um aço IF policristalino deformado por 8 passes de ECAE via rota B_c com $\phi = 90^\circ$ e uma textura similar à reportada em [82] foi obtida, validando os resultados obtidos via simulação para aquele aço.

Figura 69. Resultados de textura da seção longitudinal (DE-DN) da amostra B deformada em 8 passes.

Figura 70. Figura de pólo (110) (a) da amostra B deformada em 8 passes e (b) modelo VPSC para materiais policristalinos com estrutura CCC deformados em 8 passes de ECAE via rota B_c [82].

(a)

(b)

Figura 71. (a) Seções ($\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$) da ODF da amostra B deformada em 8 passes de ECAE e (b) textura obtida por simulação via modelo VPSC para materiais com estrutura CCC deformados em 8 passes de ECAE via rota B_c [82].

4.4.1.2.4 MICROTTEXTURA E MESOTEXTURA

A Figura 72 mostra o mapa de orientações (OIM) e a figura de pólo referentes ao plano normal à direção de extrusão (DE-DT) da amostra B deformada por 8 passes via ECAE. A seta branca indica a direção de extrusão (DE). Os contornos de alto ângulo ($\psi \geq 15^\circ$) estão representados em preto na Figura 72a.

O mapeamento mostra que, mesmo após 8 passes de ECAE, a microestrutura é formada por grãos alongados coexistindo com grãos mais refinados ($< 1 \mu\text{m}$) e com morfologia equiaxial. As setas pretas indicam regiões com grãos alongados que sobrevivem na microestrutura mesmo após uma deformação $\varepsilon = 9,2$. A presença de grãos alongados na amostra B deformada por 8 passes mostra que o processo de refinamento ainda não foi completado, sendo insuficiente para produzir uma microestrutura homogênea formada por grãos equiaxiais.

Figura 72. Mapeamento de EBSD de alta resolução da amostra B (DE-DT) deformada em 8 passes, (a) mapeamento das orientações (OIM) e (b) figuras de pólo referentes a OIM. A seta branca indica a direção de extrusão.

Os resultados de mesotextura desta região estão apresentados na Figura 73, onde os contornos de alto ângulo são marcados em preto e os de baixo ângulo em vermelho. Para este mapeamento, a fração volumétrica de contornos de alto ângulo é de aproximadamente 63%, utilizando a limpeza mediante simples remoção de *clusters* com menos de 4 pontos.

Quando os contornos de baixo ângulo são removidos, observa-se que existem regiões (setas pretas) onde grãos lamelares predominam na microestrutura (Figura 73b). Microestrutura com regiões semelhantes foram observadas na amostra A deformada em 8 passes. Apesar dos monocristais não possuírem a mesma orientação cristalográfica inicial, apresentam microestrutura semelhante após 8 passes de ECAE.

O espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo ($\Psi \geq 15^\circ$) na amostra B deformada por 8 passes também foi determinado com o auxílio dos dados de mesotextura. O espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo perpendiculares à direção de extrusão foi de $0,51 \pm 0,07 \mu\text{m}$ e o espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo paralelos à direção de extrusão foi $1,81 \pm 0,70 \mu\text{m}$. Estes resultados mostram que os grãos possuem morfologia levemente alongada na direção de extrusão. Humphreys e colaboradores [68] estudaram ligas de alumínio AA1050 deformadas por ECAE em temperatura ambiente, com deformação verdadeira $\varepsilon = 10$ e encontram um espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo perpendiculares à direção de extrusão de $0,9 \mu\text{m}$. O espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo paralelos à direção de extrusão foi de $2,3 \mu\text{m}$. A fração de contornos de alto ângulo para o alumínio foi de 65%, valor similar ao encontrado para o nióbio, ainda que menos deformado.

A Figura 74 mostra o histograma das diferenças de orientação correspondente à Figura 73. Estes resultados mostram que a fração de contornos de alto ângulo é predominante na amostra B deformada em 8 passes.

Figura 73. Dados de mesotextura referente a seção DE-DT da amostra B deformada por 8 passes: (a) mostrando os contornos de alto ângulo ($\Psi \geq 15^\circ$) em preto e os contornos de baixo ângulo ($\Psi < 15^\circ$) em vermelho e (b) mantendo apenas a indicação dos contornos de alto ângulo.

Figura 74. Histograma da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação da amostra B deformada em 8 passes.

4.4.2 AMOSTRA C DEFORMADA EM 8 PASSES

4.4.2.1 AMOSTRA C NA CONDIÇÃO INICIAL

4.4.2.1.1 MICRODUREZA VICKERS

Na amostra C inicial foram feitas medidas de microdureza Vickers somente na face perpendicular à DE (Figura 75), em uma área de $18 \times 18 \text{ mm}^2$. A distância entre as medidas foi de aproximadamente 1,3 mm. O valor médio de microdureza encontrado para a amostra C inicial foi de $84 \pm 11 \text{ HV-0,05}$, sendo que o valor mínimo individual encontrado foi 59 HV e o valor máximo individual foi 107 HV. A amostra C inicial possui uma microestrutura heterogênea como pode ser observado pela variação nos valores de microdureza em algumas regiões.

Figura 75. Mapa de distribuição de microdureza Vickers na seção transversal (DT-DN) da amostra C na condição inicial.

4.4.2.1.2 MICROESTRUTURA

As micrografias da amostra C na condição inicial são apresentadas na Figura 76. São destacadas 4 regiões distintas, onde se observam regiões com uma estrutura de grão equiaxiais menores que 100 μm e outras regiões com grãos grosseiros. Com isso confirma-se uma microestrutura inicial heterogênea, anteriormente comprovada pelo mapa de distribuição de microdureza Vickers (Figura 75). Os resultados mostram que a microestrutura encontra-se parcialmente recristalizada.

Figura 76. Micrografias mostrando a seção transversal (DN-DT) da amostra C inicial em 4 regiões distintas (MEV - BSE).

4.4.2.1.3 TEXTURA

Foram obtidas figuras de pólo (110), (100) e (112) para a amostra C inicial. O resultado da medida é apresentado na Figura 77. As análises foram realizadas na seção longitudinal (DE-DN) da amostra. O policristal inicial apresenta uma textura predominante do tipo $\langle 100 \rangle$.

Figura 77. Resultados de textura da seção longitudinal (DE-DN) da amostra C inicial.

4.4.2.2 AMOSTRA C DEFORMADA

4.4.2.2.1 MICRODUREZA VICKERS

As medidas de microdureza Vickers da amostra C deformada em 8 passes de ECAE foram realizadas nas faces perpendiculares à direção de extrusão (DE), à direção transversal (DT) e à direção normal (DN). O valor médio das medidas de microdureza nos três planos dessa amostra é de 177 ± 1 HV. Comparando os valores encontrados com aqueles na condição inicial (84 ± 11 HV), observa-se que houve um encruamento significativo do material. A título de comparação, este valor é praticamente idêntico ao encontrado na amostra B após 8 passes (181 ± 2 HV-0,05).

A Figura 78 mostra o mapa de distribuição de microdureza Vickers na face perpendicular à direção de extrusão (DE) para a amostra C deformada. As medidas foram realizadas em uma área de $22 \times 22 \text{ mm}^2$. A distância entre as medidas foi de aproximadamente 1,3 mm. O valor médio de microdureza encontrado para a amostra C deformada no plano de extrusão (DT-DN) foi de 170 ± 6 HV-0,05, sendo o valor mínimo individual encontrado de 128 HV e o valor máximo individual de 186 HV.

Após 8 passes de ECAE a distribuição da microdureza para a amostra C é mais uniforme quando comparada com a amostra B (Figura 64). Há uma grande área na amostra C na qual os valores individuais de microdureza variam de 168 a 178 HV, concordando com o valor médio obtido. Com base nesses resultados, conclui-se que o material policristalino apresenta uma maior uniformidade após deformação verdadeira de $\varepsilon = 9,2$ que o monocristal (amostra B).

Prell e colaboradores [105] estudaram amostras de alumínio 6061 policristalino deformados de 1 a 6 passes de ECAE, via rota B_c com $\phi = 90^\circ$ e concluíram que após 6 passes de ECAE os valores de microdureza são bastante uniformes ao longo da seção longitudinal da amostra. Segundo Prell e colaboradores [105], os valores de microdureza tornam-se uniformes ao longo da seção longitudinal da amostra quando um número suficiente de passes em ECAE é aplicado ao material.

Figura 78. Mapa de distribuição de microdureza Vickers na seção transversal (DT-DN) da amostra C deformada em 8 passes.

4.4.2.2.2 MICROESTRUTURA

A Figura 79 mostra a micrografia dos planos de extrusão, transversal e normal para a amostra C deformada via ECAE após 8 passes. A amostra C possui uma microestrutura formada por cristalitos finos e mais equiaxiais nas três dimensões. Nota-se a presença de estruturas mais alongadas nos planos transversal (DE-DN) e normal (DT-DE). No caso da seção longitudinal (DE-DN), os grãos são alongados fazendo cerca de 30° com a direção de extrusão (DE). A Figura 80 mostra a micrografia da seção longitudinal (DE-DN) em uma ampliação maior. Nela verifica-se que a microestrutura é formada por cristalitos inferiores a $1\ \mu\text{m}$ e por cristalitos maiores alongados na direção de extrusão. De um modo geral, a microestrutura observada após 8 passes para a amostra C é mais uniforme. O aumento da deformação verdadeira ($\varepsilon = 5$ para 10) reduz progressivamente o espaçamento entre os contornos lamelares e a fração de grãos submicrométricos aumenta gradualmente, como reportado por Bowen e colaboradores [12].

Resultado similar foi obtido em cobre policristalino após 8 passes (rota B_c), que apresentou algumas regiões com grãos lamelares, embora a fração obtida de grãos com morfologia equiaxial tenha sido bem maior [66].

Figura 79. Micrografia dos planos de extrusão, transversal e normal da amostra C deformada em 8 passes (MEV - BSE - *field emission gun*).

Figura 80. Micrografia da seção longitudinal (DE-DN) da amostra C deformada em 8 passes (MEV - BSE - *field emission gun*).

4.4.2.2.3 TEXTURA

As figuras de pólo (110), (100) e (112) para a amostra C deformada em 8 passes de ECAE foram construídas (Figura 81). As análises foram realizadas na seção longitudinal (DE-DN). Quando comparamos a figura de pólo (110) obtida para a amostra C deformada com a simulada pelo modelo VPSC para materiais CCC [82]. Nota-se que os pólos considerados fracos na textura simulada (Figura 82b) aparecem como pólos intensos na textura da amostra C deformada (Figura 82a), indicando uma inversão em relação aos resultados esperados.

A Figura 83a mostra a ODF (seções $\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$) da amostra C deformada em 8 passes e a Figura 83b mostra os resultados da simulação via modelo VPSC reportados na literatura [82] mostrando as orientações ideais para materiais CCC deformados por ECAE. Observa-se que a amostra C possui apenas uma orientação próxima à orientação denotada por $\bar{J}_0$, que corresponde ao índice de Miller $[\bar{1}11]$ em relação à direção transversal (DT), como indicado na Figura 83b. De um modo geral, a concordância é apenas parcial entre os resultados experimentais e os encontrados na simulação.

Figura 81. Resultados de textura da seção longitudinal (DE-DN) da amostra C deformada em 8 passes.

Figura 82. Figura de pólo (110) (a) da amostra C deformada em 8 passes e (b) modelo VPSC para materiais com estrutura CCC deformados em 8 passes de ECAE via rota B_c [82].

Figura 83. (a) ODF da amostra C deformada em 8 passes e (b) modelo VPSC para materiais com estrutura CCC deformados em 8 passes de ECAE via rota B_c [82].

4.4.2.2.4 MICROTEXTURA E MESOTEXTURA

A Figura 84 mostra o mapa de orientações (OIM) e a figura de pólo referente ao plano paralelo à direção de extrusão (DE-DT) da amostra C deformada em 8 passes via ECAE. A seta indica a direção de extrusão. Os contornos de alto ângulo são representados em preto na Figura 84a.

É possível identificar variações locais importantes quanto a microtextura mesmo após a deformação via 8 passes de ECAE na amostra C. Por exemplo, é possível distinguir duas regiões, onde tanto a microtextura como o grau de subdivisão variam, como se observa no mapa de orientações (OIM) da Figura 84a. A região 1 mostra pequenos grupos de grãos alongados, onde a fragmentação da microestrutura é menor (cor rosa). No entanto, a região 2 da amostra C mostra a existência de uma estrutura mais fragmentada, ou seja, a existência de um maior refinamento microestrutural.

As respectivas figuras de pólo referentes às regiões 1 e 2 indicadas na Figura 84a são apresentadas nas Figuras 85a e 85b. Nota-se a ocorrência de uma rotação apreciável quando se comparam as figuras de pólo de cada região. No entanto, deve se levar em consideração a representatividade estatística desses resultados, uma vez que apenas uma pequena região foi mapeada em comparação com o restante da amostra. O estudo da variação local da microtextura em materiais deformados por ECAE foi objeto de um trabalho recente de Grosdidier e colaboradores [106]. Os autores mostram que, dependendo da região amostrada, especialmente no caso de monocristais e de materiais com microestrutura de partida grosseira, a textura pode variar localmente de modo bastante significativo.

Os resultados encontrados na amostra C deformada mostram que a microestrutura após 8 passes de ECAE também não é formada por grãos equiaxiais em toda a sua extensão. A estrutura de grãos ainda é ligeiramente alongada na direção de extrusão (DE). Nota-se

claramente a presença de estruturas fazendo um ângulo de cerca de 30° com relação à DE. Uma possível explicação para a inexistência de uma microestrutura formada apenas por grãos equiaxiais seria o tamanho de grão relativamente grosseiro no material de partida. Apesar disso, o refinamento da microestrutura é mais evidente na amostra C do que na amostra B.

Figura 84. Resultado do mapeamento via EBSD de alta resolução da seção DE-DT na amostra C deformada por 8 passes, (a) mapeamento das orientações (OIM) e (b) figuras de pólo referentes a OIM. A seta indica a DE.

Figura 85. (a) figuras de pólo referente a região 1 e (b) figuras de pólo referente a região 2 mostrada na OIM da Figura 84a.

Os resultados de mesotextura nesta região são apresentados na Figura 86, onde os contornos de alto ângulo são marcados em preto e os de baixo ângulo em vermelho. Neste mapeamento, a fração volumétrica total de contornos de alto ângulo é de aproximadamente 60%, após limpeza dos dados com o procedimento *Grain Dilation*. A Figura 87 mostra o histograma da diferença de orientação correspondente a esta região. Estes resultados mostram que a fração de contornos de alto ângulo é predominante na amostra. Uma fração de contornos de alto ângulo de aproximadamente 65% foi reportada para o alumínio policristalino comercialmente puro AA1050 após 8 passes de ECAE via rota B_c ($\phi = 90^\circ$) [74]. Valor semelhante (HAB = 65%) também foi reportado por Humphreys e colaboradores para o mesmo material [68]. Estes valores são bastante próximos ao encontrado para o nióbio (amostra C).

Quando os contornos de baixo ângulo são removidos propositalmente da imagem (Figura 86b), observa-se a presença de finos cristalitos na região 2 e de estruturas mais alongadas na região 1, mostrando que as regiões com orientações cristalográficas diferentes sofrem fragmentação de forma distinta.

Calculou-se também o espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo na amostra C deformada por 8 passes, baseado no mapa de orientações (dados de mesotextura) mostrado na Figura 86a. O espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo perpendiculares à direção de extrusão foi de $0,57 \pm 0,07 \mu\text{m}$, e o espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo paralelos à direção de extrusão foi $0,89 \pm 0,13 \mu\text{m}$. Estes resultados mostram que os grãos possuem morfologia alongada na direção de extrusão, mesmo após 8 passes. Para alumínio comercialmente puro deformado em 8 passes de ECAE pela rota B_c ($\phi = 90^\circ$) o espaçamento médio na seção transversal (DT-DN) foi de $0,38 \mu\text{m}$ [107].

Comparando-se os resultados obtidos entre as amostras B e C deformadas com 8 passes de ECAE, conclui-se que, apesar de possuírem microestruturas de partida totalmente distintas, ambos apresentam valores da fração de contornos de alto ângulo bastante próximos, $HAB_B = 63\%$ e $HAB_C = 60\%$ (Figuras 74 e 87). As áreas mapeadas foram iguais nos dois casos.

Em relação ao espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo (λ_{HAB}), os resultados mostram que os grãos do policristal deformado por ECAE (amostra C) são mais equiaxiais do que os encontrados no monocristal deformado (amostra B). Ambos possuem morfologia ligeiramente alongada na direção de extrusão. Estes resultados encontram-se sumarizados na Tabela 11 para facilitar a comparação.

Embora o espaçamento médio entre os contornos de alto ângulo seja menor que $1 \mu\text{m}$ no plano normal (DE-DT) para a amostra C deformada em ECAE, a estrutura não pode ser considerada submicrométrica, pois a fração de contornos de alto ângulo é menor que 70%. No entanto, a amostra C é a que mais se aproxima desta classe.

Tabela 11 - Valores comparativos de parâmetros microestruturais entre as amostras B e C.

Amostra	λ_{HAB} (μm)		Razão de aspecto	Fração de contornos de alto ângulo (%)
	Paralelo a DE	Perpendicular a DE		
B	$1,81 \pm 0,70$	$0,51 \pm 0,07$	3,5	63
C	$0,89 \pm 0,13$	$0,57 \pm 0,07$	1,6	60

Figura 86. Dados de mesotextura referente a seção DE-DT da amostra C deformada por 8 passes: (a) mostrando os contornos de alto ângulo ($\Psi \geq 15^\circ$) em preto e os contornos de baixo ângulo ($\Psi < 15^\circ$) em vermelho e (b) mantendo apenas a indicação dos contornos de alto ângulo.

Figura 87. Histograma da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação da amostra C deformada em 8 passes.

4.4.3 RECOZIMENTO ISOTÉRMICO DAS AMOSTRAS B E C DEFORMADAS EM 8 PASSES

4.4.3.1 CURVAS DE AMOLECIMENTO

As curvas de amolecimento das amostras B e C deformadas após 8 passes são mostradas na Figura 88. As amostras foram retiradas das mesmas posições dos respectivos tarugos e recozidas simultaneamente no mesmo forno. As medidas de microdureza Vickers foram realizadas no plano normal (DE-DT). A partir das curvas de amolecimento, observou-se que até 400°C a amostra B não apresenta nenhuma mudança significativa nas medidas de microdureza ($HV_{Bi} = 181$ e $HV_{400^\circ C} = 173$), indicando a predominância da recuperação. O amolecimento torna-se mais acentuado a partir de 500°C. No entanto, a amostra C apresenta uma queda mais expressiva ($HV_{Ci} = 179$ e $HV_{400^\circ C} = 157$) resultando num amolecimento significativo a partir de 450°C. Em torno de 900°C, observa-se a saturação dos valores de

microdureza para a amostra B. Já para a amostra C essa saturação já se manifesta em temperaturas mais baixas, em torno de 700°C. Estes resultados indicam que a recristalização começa a ocorrer em temperaturas ligeiramente mais baixas na amostra C (450°C).

A migração de contornos de alto ângulo é o mecanismo essencial na recristalização. Admitindo-se que a dureza inicial era praticamente a mesma nos dois casos (amostras B e C) e que o aquecimento se deu sob condições idênticas, a explicação para a diferença encontrada nas curvas de amolecimento (Figura 88) pode ser a mobilidade dos contornos. Embora não se tenha medido estes valores, é plausível admitir que existam diferenças quanto à mobilidade média dos contornos de alto ângulo entre as duas amostras. Outra característica é que as texturas de deformação diferem entre si tanto quanto à natureza das componentes como quanto à intensidade. A intensidade da textura é maior na amostra B do que na C. Outra possível explicação seria a diferença entre o potencial termodinâmico (energia armazenada) para a recristalização nas amostras B e C. Embora tenham sofrido a mesma deformação, as quantidades de defeitos cristalinos iniciais em B e C podem ser diferentes, uma vez que contornos de baixo ângulo com desorientação inferior a 2° não são contabilizados pela técnica de EBSD.

Figura 88. Curva de amolecimento para as amostras B e C deformadas em 8 passes e recozidas entre 200 e 1100°C por 1 h em vácuo.

4.4.3.2 MICROESTRUTURA

O comportamento frente à recuperação e à recristalização dos metais é influenciado fortemente pela estrutura de deformação. Devido ao comportamento ligeiramente distinto frente ao recozimento, foram analisadas amostras B e C recozidas nas temperaturas de 500 e 550°C durante 1 h para entender a diferença entre as curvas de amolecimento. As Figuras 89a e 89b mostram as micrografias da amostra B recozida em 500°C e 550°C durante 1 h, respectivamente. As Figuras 89c e 89d mostram as micrografias da amostra C recozida nas mesmas condições. As análises foram realizadas no plano normal (DE-DT) em ambas as amostras. As setas brancas indicam a direção de extrusão.

No caso da amostra B recozida em 500°C e 550°C durante 1 h não se observa nenhuma mudança visível na microestrutura neste intervalo. No entanto, na amostra C recozida em 500°C e 550°C durante 1 h, as diferenças na microestrutura são visíveis. Em

500°C, a microestrutura da amostra C apresenta grãos equiaxiais da ordem de 3 μm . A 550°C os grãos apresentam um tamanho da ordem de 5 μm . Nas duas condições de recozimento, observa-se ainda a presença de outros mais finos da ordem de 1 μm . Esta evidência microestrutural confirma que a recristalização descontínua ocorre na amostra C em temperaturas mais baixas.

As mudanças microestruturais que ocorrem durante o recozimento de um metal levam à diminuição da energia armazenada na deformação plástica. Esta diminuição é causada por mecanismos de rearranjo e aniquilação de defeitos cristalinos. De acordo com Haessner [94] uma das mudanças é absorção de defeitos puntiformes e discordâncias por contornos de alto ângulo em migração, que é referente ao mecanismo de recristalização.

Quando um material deformado é recozido em temperaturas elevadas ele pode sofrer recristalização. Durante a recristalização, a microestrutura pode se dividir em regiões recristalizadas e não-recristalizadas. Este processo é denominado **recristalização descontínua** [108], onde os novos grãos que surgem na microestrutura possuem um segmento de alto ângulo bastante móvel que migra de forma descontínua sobre a matriz deformada ou recuperada. Este mecanismo se repete em diversas regiões no material. Materiais severamente deformados estão sujeitos à ocorrência de recristalização descontínua durante o recozimento [102].

(a)

(b)

(c)

(d)

Figura 89. Micrografias mostrando a seção DE-DT da amostra B recozida em (a) 500°C/1 h e (b) 550°C/1 h e da amostra C recozida em (c) 500°C/1 h e (d) 550°C/1 h (MEV - BSE - *field emission gun*). As setas brancas indicam a direção de extrusão.

4.4.3.3 MICROTTEXTURA E MESOTEXTURA

As Figuras 90a e 90b mostram os mapas de orientações (OIM) referentes aos planos paralelos à direção de extrusão (DE-DT) da amostra B deformada por 8 passes e recozida em 500°C e 550°C durante 1 h, respectivamente. A seta branca indica a direção de extrusão. Os contornos de alto ângulo são marcados em preto. Na Figura 91 são mostradas as figuras de pólo da amostra B nas condições encruada e após recozimento em 500°C e 550°C por 1 h.

Comparando o mapa de orientações (OIM) de ambas as amostras observa-se que não há uma mudança significativa na microestrutura. As amostras recozidas em 500°C e 550°C durante 1 h mostram uma estrutura de grãos alongados, paralelos à direção de extrusão. Outra comparação que pode ser feita é entre as figuras de pólo das amostras recozidas (Figuras 91b e 91c), mostrando que há uma similaridade entre as texturas. Quando comparamos as figuras de pólo das amostras recozidas com da amostra deformada (Figura 91a), também existe uma similaridade entre as texturas. Como não há mudanças significativas entre as texturas, deve ter ocorrido somente o processo de recuperação nas amostras recozidas até 550°C durante 1 h para acompanhar a evolução da textura. De um modo geral, as texturas encontradas são similares, indicando que a recuperação predomina neste intervalo de temperatura.

A Figura 92 mostra os resultados de mesotextura da amostra B recozida em 500°C e 550°C durante 1 h, respectivamente. Os contornos de alto ângulo são representados em preto e os de baixo ângulo em vermelho. As Figuras 92c e 92d mostram os histogramas da diferença de orientação dos respectivos mapas de mesotextura. As frações de contornos de alto ângulo para as amostras recozidas em 500°C e 550°C durante 1 h são 48% e 63%, respectivamente. As áreas mapeadas não possuem a mesma dimensão e provêm de regiões diferentes. Este aumento na fração de contornos de alto ângulo indica que a fração recristalizada é maior em 550°C.

Figura 90. Mapeamento das orientações (OIM) da amostra B após recozimento em (a) 500°C/1 h e (b) 550°C/1 h.

Figura 91. Figuras de pólo do plano normal (DE-DT) da amostra B deformada em 8 passes (a) estado deformado e em (b) 500°C/1 h e (c) 550°C/1 h.

Figura 92. Mesotextura da amostra B após recozimento em (a) 500°C/1 h e (b) 550°C/1 h e histogramas da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação da amostra recozida em (c) 500°C/1 h e (d) 550°C/1 h.

As Figuras 93a e 93b mostram os mapas de orientações (OIM) referentes aos planos paralelos à direção de extrusão (DE-DT) da amostra C após 8 passes via ECAE e após recozimento em 500 e 550°C durante 1 h, respectivamente. A seta branca indica a direção de extrusão. Os contornos de alto ângulo são indicados em preto.

Como discutido anteriormente, as mudanças microestruturais são visíveis. Comparando-se os mapas de orientações (OIM) entre si, pode-se observar uma maior fração de grãos equiaxiais na microestrutura da amostra C recozida em 550°C durante 1 h, entretanto há alguns grãos alongados, mostrando que nesta temperatura a recristalização é incompleta.

Esses resultados mostram que os grãos se expandem de forma descontínua. Molodova e colaboradores [90] observaram a ocorrência de recristalização descontínua em cobre puro deformado por ECAE com fração de contornos de alto ângulo menor que 50%. O mesmo foi observado por Poortmans e Verlinden em alumínio deformado por ECAE com fração de contornos de alto ângulo inicial igual a 53% [109].

Outra comparação que pode ser feita é aquela entre as figuras de pólo das amostras recozidas (Figura 94b e 94c) com o estado deformado (Figura 94a). As figuras de pólo nestas três condições mostram que as texturas são praticamente iguais, até mesmo na intensidade, dentro de uma faixa bastante estreita. Há que se considerar ainda, pequenas rotações causadas pelo desalinhamento das amostras frente ao eixo de referências (5-10° apenas) que não influenciam os resultados. Outro ponto relevante é o fato de que as texturas são relativamente fracas, dificultando a análise comparativa entre uma ou outra componente que se sobressaia em relação à outra.

Figura 93. Mapeamento das orientações (OIM) da amostra C deformada em 8 passes e recozida em (a) 500°C/1 h e (b) 550°C/1 h.

Figura 94. Figuras de pólo do plano normal (DE-DT) da amostra C deformada em 8 passes (a) estado deformado e em (b) 500°C/1 h e (c) 550°C/1 h.

As Figuras 95a e 95b mostram os resultados da mesotextura referentes ao plano paralelo à direção de extrusão (DE-DT) da amostra C após 8 passes de ECAE e após o recozimento em 500°C e 550°C por 1 h, respectivamente. Os contornos de alto ângulo são representados em preto e os de baixo ângulo em vermelho. As Figuras 95c e 95d mostram os histogramas da diferença de orientação dos respectivos mapas de mesotextura. Estes resultados mostram que as frações de contornos de alto ângulo para as amostras recozidas em 500°C e 550°C durante 1 h são 64% e 60%, respectivamente.

As Figuras 96b, 96c e 96d mostram três regiões destacadas do mapa de mesotextura (Figura 96a) da amostra C deformada em 8 passes e recozida em 550°C durante 1 h. Estas regiões, sob maior ampliação, mostram o avanço da recristalização neste material. Nas três regiões observa-se a presença de núcleos de recristalização (novos grãos) se expandindo em direção à matriz recuperada (alta fração de contornos de baixo ângulo), o que caracteriza, de modo inequívoco, a ocorrência de **recristalização descontínua** [18, 94]. Em algumas delas, nota-se que a recristalização termina quando os grãos recristalizados se tocam mutuamente.

(a)

(c)

(b)

(d)

Figura 95. Mesotextura da amostra C após recozimento em (a) 500°C/1 h e (b) 550°C/1 h, e histogramas da distribuição dos contornos em função da diferença de orientação da amostra recozida em (c) 500°C/1 h e (d) 550°C/1 h.

(a)

(b)

(c)

(d)

Figura 96. (a) Mesotextura da amostra C após recozimento em 550°C/1 h destacando as regiões (b) 1, (c) 2 e (d) 3.

4.5 AMOSTRA D DEFORMADA EM 1 PASSE

4.5.1 AMOSTRA D NA CONDIÇÃO INICIAL

4.5.1.1 TEXTURA

Os resultados das medidas da orientação inicial da amostra D (bicristal) são apresentados na Figura 97. Foram obtidas figuras de pólo (110), (100) e (112) para os dois grãos da amostra D. As análises foram realizadas na seção longitudinal da amostra (DE-DN). O grão 1 está orientado próximo a [110] e o grão 2 apresenta orientação próxima a [100], ambos em relação à DN.

Figura 97. Resultados da medida de orientação da amostra D inicial (a) grão 1 e (b) grão 2.

4.5.2 AMOSTRA D DEFORMADA

4.5.2.1 CURVA DE ENCRUAMENTO

A Tabela 12 mostra os valores da dureza inicial de cada grão e após um passe de ECAE. Comparando-se os resultados, nota-se que o grão 2 encruou mais que o grão 1, para a mesma deformação aplicada, comprovando a existência de importantes efeitos de orientação.

Tabela 12 - Microdureza Vickers dos grãos 1 e 2 presentes na amostra D antes e após a deformação por ECAE (1 passe).

Grão	Microdureza Vickers inicial	Microdureza Vickers após 1 passe de ECAE
1	55 ± 1	127 ± 4
2	57 ± 1	143 ± 5

4.5.2.2 MICROESTRUTURA

A Figura 98 mostra as micrografias dos planos de extrusão, transversal e normal para a amostra D deformada em 1 passe. Inicialmente o contorno de grão na seção longitudinal (DE-DN) estava inclinado $\sim 30^\circ$ em relação à direção de extrusão. Após deformação o contorno apresentou uma inclinação de aproximadamente 24° (Figura 98c). A largura das bandas formadas no grão 1 varia de 15 a 30 μm dependendo da região e elas são orientadas aproximadamente a 40° em relação a direção de extrusão (DE), como pode ser observado na Figura 98c. Já no grão 2 as heterogeneidades de deformação formadas apresentam uma estrutura mais refinadas orientadas a 20° em relação a DE, as bandas na seção transversal (DT-DN) possuem larguras menores que 10 μm em algumas regiões (Figura 98a), no entanto,

em outras regiões a estrutura é formada por finos cristalitos, como pode ser observado no detalhe da Figura 98b.

Estes resultados mostram que cada grão se comporta de maneira diferente quando deformado por ECAE, sendo assim as heterogeneidades de deformação variam de um grão para outro. Nota-se que na Figura 98b, onde é mostrado o plano normal (DE-DT), o grão 1 possui uma estrutura bandada enquanto que o grão 2 uma estrutura mais refinada. Esta maior fragmentação do grão 2 explica os valores de microdureza Vickers apresentados na Tabela 12.

Figura 98. Micrografia dos planos de (a) extrusão, (b) normal e (c) transversal da amostra D deformada em 1 passe (MEV - BSE). A seta branca indica o contorno de grão (CG).

4.5.2.3 TEXTURA

As figuras de pólo (110), (100) e (112) foram construídas para cada grão da amostra D deformado em 1 passe (Figura 99). As análises foram realizadas na seção longitudinal da amostra (DE-DN).

Comparando-se a orientação inicial do grão 1 (Figura 97a) com a textura obtida após deformação via ECAE, observa-se que o grão 1 sofreu uma rotação de $\sim 45^\circ$ ($\phi/2$) no sentido horário ao redor do eixo DT. Para o grão 2, observa-se também uma rotação de $\sim 45^\circ$, mas a textura predominante ainda é próxima a cubo $\{001\}\langle 100 \rangle$. Novas direções surgem devido à fragmentação da microestrutura.

Figura 99. Resultados de textura da amostra D deformada em 1 passe (a) grão 1 e (b) grão 2.

4.5.3 RECOZIMENTO ISOTÉRMICO DA AMOSTRA D

4.5.3.1 CURVAS DE AMOLECIMENTO

As curvas de amolecimento dos grãos 1 e 2 da amostra D deformada em 1 passe de ECAE são mostradas na Figura 100. A partir dos resultados obtidos, observou-se que até 400°C ambos os grãos não apresentaram mudanças significativas nos valores de dureza. Um amolecimento apreciável é observado no grão 2 quando recozido em 500°C durante 1 h ($HV_{Di} = 143$ e $HV_{500^\circ C} = 129$). Para o grão 1, o amolecimento entre 400 e 500°C é menos pronunciado. Entre 500 e 600°C, ambos os grãos sofrem recristalização. Acima de 600°C há uma saturação dos valores de microdureza de ambos os grãos.

Figura 100. Curvas de amolecimento para a amostra D deformada em 1 passe e recozida entre 400 e 700°C por 1 h em vácuo.

4.5.3.2 MICROESTRUTURA

É importante entender como os materiais deformados por ECAE se comportam quando submetidos a tratamentos térmicos. Conhecer como o material se comporta é importante tanto do ponto de vista fundamental como do ponto de vista aplicado, para prever possíveis usos de materiais com estruturas ultrafinas. Micrografias da seção transversal (DT-DN) mostrando o contorno de grão da amostra D deformada em 1 passe e recozida entre 400 e 700°C são mostradas na Figura 101. Observa-se que até 500°C nenhuma mudança microestrutural é visível no contorno nem nos grãos 1 e 2. No entanto, quando analisamos a micrografia em 600°C, nota-se uma diferença microestrutural entre os grãos 1 e 2. No grão 1, há poucas núcleos de recristalização, localizados preferencialmente nos contornos das bandas de cisalhamento, ao contrário do grão 2, que apresenta uma estrutura de grãos recristalizados em toda a sua extensão. Em 700°C é possível notar a recristalização em ambos os grãos.

As Figuras 102a, 102b e 102c mostram micrografias da amostra D deformada em 1 passe e recozida em 500°C durante 1 h via microscopia eletrônica de varredura. É possível observar em detalhes a microestrutura do grão 1 (Figura 102a), onde não se observa nenhuma mudança na microestrutura. Já no grão 2 (Figura 102c) é possível ver alguns núcleos da recristalização descontínua (círculos brancos). Nas Figuras 102d, 102e e 102f também são mostrados micrografias da amostra D recozida em 600°C durante 1 h. Uma vez mais, é possível observar as diferenças microestruturais de um grão para outro. No grão 1 (Figura 102d) nota-se a presença de grãos recristalizados consumindo regiões recuperadas. Na região do contorno, as diferenças quanto à cinética de recristalização são evidentes (Figura 102e). Na Figura 102f, observa-se uma região recuperada do grão 2 sendo consumida pelos grãos recristalizados, evidenciando o final da recristalização.

Figura 101. Micrografia da seção transversal (DT-DN) da amostra D deformada em 1 passe e recozida em (a) 400°C; (b) 500°C; (c) 600°C e (d) 700°C durante 1 h (MO). A seta branca indica o contorno de grão (CG).

(a)

(d)

(b)

(e)

(c)

(f)

Figura 102. Micrografia da seção transversal (DT-DN) da amostra D deformada em 1 passe e recozida em 500°C/1 h mostrando o (a) grão 1; (b) contorno e (c) grão 2 e recozida em 600°C/1 h mostrando (d) grão 1; (e) contorno e (f) grão 2 (MEV - BSE).

4.6 AMOSTRA E DEFORMADA EM ECAE COM ENSAIO INTERROMPIDO

4.6.1 DUREZA VICKERS

Os valores de dureza Vickers (HV-10) da amostra E após o ensaio interrompido foram obtidos ao longo do comprimento da barra. A Figura 103a mostra os pontos que foram medidos na barra de nióbio. Os valores individuais correspondentes encontram-se na Figura 103b. Para fins de comparação, a dureza inicial da barra antes da deformação por ECAE era igual a 71 ± 4 HV-10. A partir desses resultados, observa-se um encruamento progressivo do material à medida que a barra avança em direção ao canal da matriz.

(a)

Nº	HV
1	69
2	64
3	63
4	66
5	68
6	71
7	84
8	83
9	82
10	88
11	80
12	84
13	90

(b)

Figura 103. (a) Morfologia da amostra E processada por ECAE com ensaio interrompido e (b) medidas de dureza Vickers obtidas ao longo do comprimento da amostra E.

4.6.2 MICROESTRUTURA

A Figura 104 mostra a amostra E processada por ECAE com ensaio interrompido. As Figuras 105a, 105b, 105c e 105d mostram as micrografias obtidas junto ao microscópio ótico, onde os números indicam as regiões correspondentes marcadas na Figura 104. O padrão de subdivisão varia de uma região para outra. A região 1 indica a borda superior fora da zona de cisalhamento, a região 2 corresponde à zona de cisalhamento, região 3 indica a borda inferior próximo a zona de cisalhamento e a região 4 indica a extremidade da amostra. Durante a passagem pelo canal, a amostra se deforma por cisalhamento simples. Nota-se na Figura 105a e 105c que as estruturas de deformação (bandas) apresentam-se alongadas e formando um ângulo de 60° com a direção de extrusão. 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° [110].

A Figura 105b mostra a micrografia da região 2 que pertence a área perto do ângulo de intersecção entre os dois canais de ECAE. Nota-se na micrografia a presença de estruturas bandeadas que se interceptam entre si. Segundo Li e colaboradores [83], os valores da deformação plástica equivalente são maiores perto dos ângulos internos e externos, do que na área central, como mostrado na Figura 106b.

Figura 104. Morfologia da amostra E deformada por ECAE com ensaio interrompido.

(a)

(b)

(c)

(d)

Figura 105. Micrografias mostrando a microestrutura da amostra E deformada por ECAE com ensaio interrompido nas regiões: (a) 1, (b) 2, (c) 3 e (d) 4 indicadas na Figura 104 (MO).

Figura 106. Detalhe de uma matriz de ECAE com $\phi = 120^\circ$: (a) distribuição da deformação plástica equivalente em uma barra próximo ao fim de um passe pela matriz e (b) distribuição da deformação plástica equivalente em um estágio intermediário da deformação [83].

4.6.3 TEXTURA

A amostra E deformada em ECAE com ensaio interrompido ($\varepsilon = 0,66$) foi seccionada em 8 partes, como mostra a Figura 28. Figuras de pólo (110) mostram a evolução da textura (Figura 107) da amostra E à medida que o material passa pelo cotovelo. As análises foram realizadas no plano transversal (DE-DN). As amostras foram nomeadas de modo consecutivo de 1 a 8 de acordo com a seguinte nomenclatura: 1 = antes do canal, 2-6 = durante a passagem pelo cotovelo e 7-8 = após a passagem pelo canal.

As figuras de pólo (110) da Figura 107 mostram que a textura inicial (posição 1) sofre uma rotação de $\sim 60^\circ$ ($\phi/2$) ao redor do eixo DT (figura de pólo nº 2) no início da passagem pela zona de cisalhamento do canal. Esta rotação permanece praticamente constante até o final da deformação. A textura da amostra E muda progressivamente à medida que passa pelo canal de ECAE. Após a passagem completa pelo canal, a textura se intensifica. A magnitude da rotação durante a passagem pelo canal foi calculada por Li e colaboradores para materiais CCC após 1 passe de ECAE [81].

Estudos analisando a evolução da textura em ensaios interrompidos de ECAE envolvem principalmente materiais com estrutura CFC [85, 111]. No entanto, Li e colaboradores [83] estudaram recentemente um aço IF após 1 passe, também utilizando uma matriz com $\phi = 120^\circ$, e as texturas obtidas para a amostra E são similares às reportadas para o aço IF.

A Figura 108 mostra a figura de pólo (110) para o plano transversal (DE-DN) com as orientações ideais para ECAE simulada pelo modelo de Taylor para materiais CCC deformados em 1 passe de ECAE com $\phi = 120^\circ$ [81]. A Tabela 13 mostra as orientações principais obtidas nesta simulação [81]. Quando as orientações ideais (Figura 108) são comparadas com a textura obtida após a passagem completa da amostra E pelo canal (figura de pólo nº 8), observa-se que existe boa concordância entre a orientação ideal denotada por D_{20} , com a principal componente de textura mostrada na Figura 108.

Figura 107. Resultados de textura da amostra E deformada por ECAE com ensaio interrompido mostrando a evolução da textura ao longo do canal.

Figura 108. Localização das correspondentes orientações para materiais CCC na figura de pólo (110) para 1 passe de ECAE com $\theta = 120^\circ$ [81].

Tabela 13 - Orientações principais para materiais com estrutura CCC deformados em 1 passe de ECAE via rota B_c usando $\phi = 120^\circ$ [81], mostrados na Figura 108.

Notação	$\{hkl\}\langle uvw \rangle$
D_{10}	$(\bar{1}\bar{1}2)[111]$
D_{20}	$(\bar{1}\bar{1}2)[111]$
E_0	$(110)[\bar{1}\bar{1}1]$
$\bar{E}_0$	$(\bar{1}\bar{1}0)[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$
J_0	$(110)[\bar{1}\bar{1}2]$
$\bar{J}_0$	$(\bar{1}\bar{1}0)[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$
F_0	$\{110\}\langle 001 \rangle$

5 CONCLUSÕES

Amostras de nióbio de alta pureza com distintas microestruturas de partida (monocristais, bicristais e policristais) foram deformadas por extrusão em canal angular (ECAE). As respectivas microestruturas foram avaliadas em termos da estabilidade térmica (resistência ao engrossamento). Os resultados da caracterização microestrutural e da evolução da textura nos estados encruado e recozido permitem concluir que:

5.1 AMOSTRA A DEFORMADA EM 1, 4 E 8 PASSES DE ECAE:

- a) Monocristais de nióbio orientados próximo à $[110] // DE$ foram deformados via ECAE com sucesso até 8 passes em temperatura ambiente usando a rota B_c . A curva de encruamento mostra que a dureza deste monocristal, em particular, aumenta bastante atingindo a saturação após 4 passes. Este comportamento é similar ao reportado na literatura para outros materiais;
- b) A microestrutura após o primeiro passe consiste de bandas de cisalhamento com largura variando de 15 a 50 μm , orientadas aproximadamente a 30° em relação à DE. Após subseqüentes passes, estas estruturas bandeadas se interceptam devido à rotação da amostra em 90° por passe levando à formação de uma estrutura de grãos ultrafinos. A intersecção dos contornos de alto ângulo induzidos por deformação nos monocristais de nióbio, principalmente aqueles que subdividem as bandas de cisalhamento, é um mecanismo importante para explicar o refinamento microestrutural observado nestes monocristais;

- c) Os monocristais de nióbio deformados com 8 passes apresentam uma microestrutura mais homogênea onde grãos e subgrãos alongados na direção paralela à DE coexistem. A fração de contornos com caráter de alto ângulo é de 50% e o tamanho médio de grão é $1,2 \mu\text{m} // \text{DE}$ e $0,44 \mu\text{m} \perp \text{DE}$;
- d) A cinética de recristalização foi determinada em 550°C para a amostra deformada com 1 passe de ECAE. Medidas de EBSD de alta resolução mostram que a nucleação ocorre preferencialmente nas bandas de cisalhamento. A recristalização ainda é incompleta mesmo após um recozimento de 3 h nesta temperatura.
- e) A curva de amolecimento da amostra A deformada em 8 passes de ECAE mostra que a recuperação predomina até 400°C . A microestrutura apresenta sinais evidentes de recristalização descontínua quando recozida em 550°C por 1 h. Nesta condição, a fração volumétrica recristalizada é de 40%. Análises de EBSD mostram grãos equiaxiais cujos contornos de alto ângulo se expandem em áreas adjacentes nas quais os contornos de baixo ângulo são predominantes (áreas recuperadas). A recristalização se torna completa após 1 h em 600°C . Acima de 700°C , a microestrutura sofre engrossamento via crescimento normal de grão e a razão de aspecto dos grãos se mantém próxima a 1.

5.2 AMOSTRAS B E C DEFORMADAS EM 8 PASSES DE ECAE:

- a) Após 8 passes de ECAE via rota B_c, a amostra B apresenta uma microestrutura formada por cristalitos bem finos, A microestrutura consiste de grãos alongados e equiaxiais, com tamanhos inferiores a $1 \mu\text{m}$. Análises feitas utilizando EBSD de alta resolução mostram que algumas regiões desta amostra existem grupos de grãos alongados que sobrevivem na

microestrutura. Nessas regiões a deformação se deu de forma menos localizada, mostrando que o processo de refinamento está acontecendo, mas não o suficiente para produzir uma microestrutura homogênea formada apenas por grãos equiaxiais;

- b) A amostra C deformada com 8 passes de ECAE via rota B_c possui uma microestrutura mais uniforme que a do monocristal (amostra B). Ela consiste de cristalitos bem finos, com grãos alongados e equiaxiais coexistindo na microestrutura, com tamanhos inferiores a 1 μm. A amostra C apresentou uma distribuição mais uniforme dos valores de microdureza Vickers que a encontrada na amostra B;
- c) Análises de textura feitas na amostra B mostram algumas orientações próximas às reportadas na literatura. Há similaridade em termos de duas fortes componentes denotadas por D₁₀ e J₀ e outras duas mais fracas denotadas por F₀ e D₂₀. Estas notações correspondem aos índices de Miller $[\bar{1}\bar{1}0]$, $[\bar{1}\bar{1}1]$, $[\bar{1}10]$ e $[\bar{1}\bar{1}0]$ respectivamente, em relação à DT. Já na amostra C, há similaridade apenas em termos da orientação denotada por $\bar{J}_0$, que corresponde ao índice de Miller $[\bar{1}\bar{1}1]$ em relação à DT;
- d) As curvas de amolecimento das amostras B e C após 8 passes de ECAE mostram que a recristalização ocorre em temperaturas ligeiramente diferentes. A diferença na mobilidade dos contornos de alto ângulo entre as amostras B e C é uma explicação plausível para este comportamento. Uma segunda possibilidade seria a diferença nos potenciais termodinâmicos (energia armazenada) para a recristalização nas duas amostras, uma vez que contornos com desorientação inferior a 2° não são identificados pela técnica de EBSD. Em ambos os casos, a recristalização descontínua é o principal mecanismo de

amolecimento até cerca de 700°C. Em temperaturas mais elevadas, o principal mecanismo de engrossamento microestrutural é o crescimento normal de grão nas duas amostras.

5.3 AMOSTRA D DEFORMADA EM 1 PASSE DE ECAE:

- a) Após uma deformação verdadeira de $\varepsilon = 1$, a amostra D mostra que dois grãos se comportam de maneira distinta quanto ao encruamento e ao posterior recozimento indicando importantes efeitos de orientação;
- b) A microestrutura de cada grão é bastante diferente uma da outra após 1 passe de ECAE. Isso também ocorre no estado recozido, onde a cinética de recristalização varia de um grão para outro. Após 600°C o grão 2 se encontra praticamente recristalizado, enquanto que no grão 1 a recristalização é apenas parcial. Nos dois grãos estudados, o início da recristalização descontínua ocorre preferencialmente nas bandas de cisalhamento.

5.4 AMOSTRA E DEFORMADA EM ECAE COM ENSAIO INTERROMPIDO:

- a) A microestrutura da amostra E (monocristal) deformado em 1 passe interrompido de ECAE apresenta estruturas bandeadas formando um ângulo de 60° com a direção de extrusão;
- b) A evolução da textura durante a passagem pelo canal de ECAE foi acompanhada. Após a passagem pelo canal, a amostra E possui uma única componente de textura identificada como $(\bar{1}\bar{1}2)[111]$. Estes resultados são bastante similares aos reportados na literatura via simulação usando o modelo Taylor para materiais com estrutura CCC deformados via ECAE.

Como conclusão geral, a análise comparativa das microestruturas das amostras A, B e C após 8 passes de ECAE mostra que o refinamento foi bastante expressivo. Nos três casos, os grãos ultrafinos são semelhantes, tanto no tamanho (0,5-2 μm) como na morfologia (levemente alongados em relação à DE). As maiores diferenças dizem respeito às respectivas texturas de deformação, entretanto, uma comparação direta fica prejudicada, pois em todos os casos estudados, a textura final é fraca.

Quanto à estabilidade microestrutural, os resultados mostram que o engrossamento torna-se apreciável, em geral, a partir de 500°C com a ocorrência de recristalização descontínua. Acima de 700°C, o crescimento normal de grão passa a ser o principal mecanismo de engrossamento microestrutural.

REFERÊNCIAS

- [1] MATHAUDHU, S.N.; BLUM, S.; BARBER, R.E.; HARTWIG, K.T. Severe plastic deformation of bulk Nb for Nb₃Sn superconductors. **IEEE Transactions on Applied Superconductivity**, v. 15, n. 2, p. 3438-3441, 2005.
- [2] SANDIM, H.R.Z. **Preparação de ligas Nb-TiO₂ por metalurgia do pó e sua caracterização microestrutural**. Tese de Doutorado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 1996.
- [3] LINS, J.F.C. **Estudo da recuperação e da recristalização do nióbio com microestrutura oligocristalina laminado a frio**. Dissertação de Mestrado. Faculdade de Engenharia Química de Lorena, 2001.
- [4] BARTLETT, E.S. **ASM Handbook**: Properties and selection: nonferrous alloys and special purpose materials. 10th Ed. USA: ASM International, 1993, v. 2, p. 1144-1145
- [5] FROST, H.J.; ASHBY M.F. **Deformation-mechanisms maps**. Oxford: Pergamon Press, 1982.
- [6] PENA, F.E. **Perfil analítico do pirocloro (nióbio)**. 2 ed. Brasília: Ministério das minas e energia. Departamento nacional da produção mineral, 1989.
- [7] FUKUDA, Y.; OH-ISHI, K.; FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T.G. Influence of crystal orientation on ECAP of aluminum single crystal. **Materials Science and Engineering A**, v. 420, p. 79-86, 2006.
- [8] HORITA, Z.; FUJINAMI, T.; NEMOTO, M.; LANGDON, T.G. Improvement of mechanical properties for Al alloys using equal-channel angular pressing. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 117, p. 288-292, 2001.
- [9] SAITO, Y.; UTSUNOMIYA, H.; SUZUKI, H.; SAKAI, T. Improvement in the r-value of aluminum strip by a continuous shear deformation process. **Scripta Materialia**, v. 42, p. 1139-1144, 2000.
- [10] LEE, J. C.; SEOK, H. K.; SUH, J.Y. Microstructural evolutions of the Al strip prepared by cold rolling and continuous equal channel angular pressing. **Acta Materialia**, v. 50, p. 4005-4019, 2002.
- [11] 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.
- [12] BOWEN, J.R.; PRANGNELL, P.B.; HUMPHREYS, F.J. Microstructural evolution during formation of ultrafine grain structures by severe deformation. **Materials Science and Technology**, v. 16, p. 1246-1250, 2000.

- [13] VALIEV, R. Z.; ISLAMGALIEV, R.K.; ALEXANDROV, I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. **Progress in Materials Science**, v. 45, p. 103-189, 2000.
- [14] HUANG, X.; TSUJI, N.; MINAMINO, Y.; HANSEN, N. Characterization of ultrafine microstructures in aluminum heavily deformed by accumulative roll-bonding (ARB). In DINESEN, A.R. Et al. (ed.). In: **RISØ INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON MATERIALS SCIENCE: Science of metastable and nanocrystalline alloys – Structure, properties and modeling**, 22, 2001, Roskilde, Denmark. **Proceedings...**, p. 255-262.
- [15] KUMAR, K.S.; VAN SWYGENHOVEN, H.; SURESH, S. Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys. **Acta Materialia**, v. 51, p. 5743-5774, 2003.
- [16] VALIEV, R.Z. Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. **Nature Materials**, v. 3, p. 511-516, 2004.
- [17] FROES, F.H.; SENKOV, O.N.; BABURAJ, E.G. Synthesis of nanocrystalline materials – an overview. **Materials Science and Engineering A**, v. 301, p. 44-53, 2001.
- [18]¹ HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. 2. ed. [S.L.]: Elsevier, 2004.
- [19] AZUSHIMA, A.; KOPP, R.; KORHONEN, A.; YANG, D.Y.; MICARI, F.; LAHOTI, G.D.; GROCHE, P.; YANAGIMOTO, J.; TSUJI, N.; ROSOCHOWSKI, A.; YANAGIDA, A. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. **CIRP Annals - Manufacturing Technology**, v. 57, p. 716-735, 2008.
- [20] GUO, Q.; YAN, H.; CHEN, Z.; ZHANG, H. Fracture behaviors of AZ80 magnesium alloy during multiple forging processes. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, v. 16, p. 922-926, 2006.
- [21] SEGAL, V.M.; REZNIKOV, V.I.; DROBYSHEVSKIY, A.E.; KOPYLOV, A.E. Plastic working of Metals by simple shear. **Russian Metallurgy**, v. 1, p. 99-105, 1981.
- [22] TERHUNE, S.D.; SWISHER, D.L.; OH-ISHI, K.; HORITA, Z.; LANGDON, T.G.; MCNELLEY, T.R. An investigation of microstructure and grain-boundary evolution during ECA Pressing of pure aluminum. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 33, p. 2173-2184, 2002.
- [23] 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.
- [24] AKHMADEEV, N.A.; KOBEL'EV, N.P.; MULYUKOV, R.R.; SOIFER, YA.M.; VALIEV, R.Z. The effect of heat treatment on the elastic and dissipative properties of copper with the submicrocrystalline structure. **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 41, p. 1041-1046, 1993.

¹ MCELROY, R.J.; SZKOPIAK, Z.C. **Int. Met. Reviews**, v. 17, p. 175, 1972.

- [25] VALIEV, R.Z.; LOWE, T.C.; MUKHERJEE, A.K. Understanding the unique properties of SPD-induced microstructures. **Journal of the Minerals, Metals & Materials Society**, v. 52, p.37-40, 2000.
- [26] VALIEV, R.Z.; VISHNYAKOV, Y.D.; MULYUKOV, R.R.; FAINSHTEIN, G.S. On the decrease of Curie-temperature in submicron-grained nickel. **Physica Status Solidi A-Applied Research**, v. 117, p. 549-553, 1990.
- [27] WEERTMAN, J.R. Hall-Petch strengthening in nanocrystalline metals. **Material Science and Engineering A**, v. 166, p. 161-171, 1993.
- [28] KOCH, C.C. Optimization of strength and ductility in nanocrystalline and ultrafine grained metals. **Scripta Materialia**, v. 49, p. 657-662, 2003.
- [29] 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.
- [30] WANG, Y.; CHEN, M.; ZHOU, F.; MA, E. High tensile ductility in a nanostructured metal. **Nature**, v. 419, p. 912-914, 2002.
- [31] VALIEV, R. Z. Nanomaterial advantage. **Nature**, v. 419, p. 887-889, 2002.
- [32] CAO, W.Q.; GODFREY, A.; LIU, W.; LIU, Q. EBSP study of the annealing behavior of aluminum deformed by equal channel angular processing. **Materials Science and Engineering A**, v. 360, p. 420-425, 2003.
- [33] SAADA, G. Hall-Petch revisited. **Materials Science and Engineering A**, v. 400-401, p. 146-149, 2005.
- [34] DIETER, G. E. **Metalurgia mecânica**. 2. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1981.
- [35] BAKER, S.P. Plastic deformation and strength of materials in small dimensions. **Materials Science and Engineering A**, v. 319-321, p. 16-23, 2001.
- [36] TAKEUCHI, S. The mechanism of the inverse Hall-Petch relation of nanocrystals. **Scripta Materialia**, v. 44, p. 1483-1487, 2001.
- [37] 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.
- [38] SONG, H.W.; GUO, S.R.; HU, Z.Q. A coherent polycrystal model for the inverse Hall-Petch relation in nanocrystalline materials. **Nanostructured Materials**, v. 11, p. 203-210, 1999.
- [39] FARKAS, D.; CURTIN, W.A. Plastic deformation mechanisms in nanocrystalline columnar grain structures. **Materials Science and Engineering A**, v. 412, p. 316-322, 2005.

- [40] VALIEV, R.Z.; KOZLOV, E.V.; IVANOV, YU.F.; LIAN, J.; NAZAROV, A.A.; BAUDELET, B. Deformation behavior of ultra-fine-grained copper. **Acta Metallurgical et Materialia**, v. 42, p. 2467-2475, 1994.
- [41] SMIRNOV, B.I.; SHPEIZMAN, V.V.; NIKOLAEV, V.I. High strength and superplasticity of nanocrystalline materials. **Physics of the Solid State**, v. 47, n. 5, p. 840-844, 2005.
- [42] SEGAL, V.M. Materials processing by simple shear. **Materials Science and Engineering A**, v.197, pp.157-164, 1995.
- [43] SEGAL, V.M.; HARTWIG, K.T.; GOFORTH, R.E. In situ composites processed by simple shear. **Materials Science and Engineering A**, v. 224, p. 107-115, 1997.
- [44] SIVAKUMAR, S.M.; ORTIZ, M. Microstructure evolution in the equal channel angular extrusion process. **Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering**, v. 193, p. 5177-5194, 2004.
- [45] BEYERLEIN, I.J.; LEBENSOHN, R.A.; TOMÉ, C.N. Modeling texture and microstructural evolution in the equal channel angular extrusion process. **Materials Science and Engineering A**, v. 345, p. 122-138, 2003.
- [46] HORITA, Z.; FUJINAMI, T.; LANGDON, T.G. The potential for scaling ECAP: effect of sample size on grain refinement and mechanical properties. **Materials Science and Engineering A**, v. 318, p. 34-41, 2001.
- [47] NAKASHIMA, K.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, L.G. Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing to high total strains. **Materials Science and Engineering A**, v. 281, p. 82-87, 2000.
- [48] 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.
- [49] 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.
- [50] SEGAL, V.M. Engineering and commercialization of equal channel angular extrusion (ECAE). **Materials Science and Engineering A**, v. 386, p. 269-276, 2004.
- [51] IWAHASHI, Y.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T.G. An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing. **Acta Materialia**, v. 45, p. 4733-4741, 1997.
- [52] IWAHASHI, Y.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T.G. The process of grain refinement in equal-channel angular pressing. **Acta Materialia**, v. 46, p. 3317-3331, 1998.

- [53] OH-ISHI, K.; HORITA, Z.; FURUKAWA, M.; NEMOTO, M.; LANGDON, T.G. Communications - Optimizing the rotation conditions for grain refinement in equal-channel angular pressing. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 29, p. 2011-2013, 1998.
- [54] 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.
- [55] DOBATKIN, S.V.; KOPYLOV, V.I.; PIPPAN, R.; VASIL'EVA, O.V. Formation of high-angle grain boundaries in iron upon cold deformation by equal-channel angular pressing. **Materials Science Forum**, v. 467-470, p. 1277-1282, 2004.
- [56] LI, S.; BEYERLEIN, I.J.; ALEXANDER, D.J.; VOGEL, S.C. Texture evolution during equal channel angular extrusion: effect of initial texture from experiment and simulation. **Scripta Materialia**, v. 52, p. 1099-1104, 2005.
- [57] IWAHASHI, Y.; WANG, J.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T.G. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. **Scripta Materialia**, v. 35, p. 143-146, 1996.
- [58] STOICA, G.M.; FIELDEN, D.E.; MCDANIELS, R.; LIU, Y.; HUANG, B.; LIAW, P. K.; XU, C.; LANGDON, T.G. An analysis of the shear zone for metals deformed by equal-channel angular processing. **Materials Science and Engineering A**, v. 410-411, p. 239-242, 2005.
- [59] BOWEN, J.R.; GHOLINIA, A.; ROBERTS, S.M.; PRANGNELL, P.B. Analysis of the billet deformation behaviour in equal channel angular extrusion. **Materials Science and Engineering A**, v. 287, p. 87-99, 2000.
- [60] LUIZ PÉREZ, C.J. On the correct selection of the channel die in ECAP processes. **Scripta Materialia**, v. 50, p. 387-393, 2004.
- [61] 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.
- [62] STOLYAROV, V.V.; ZHU, Y.T.; ALEXANDROV, I.V.; LOWE, T.C.; VALIEV, R.Z. Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti. **Materials Science and Engineering A**, v. 299, p. 59-67, 2001.
- [63] CHANG, C.P.; SUN, P.L.; KAO, P.W. Deformation induced grain boundaries in commercially pure aluminium. **Acta Materialia**, v. 48, p.3377-3385, 2000.
- [64] 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.
- [65] VALIEV, R.Z.; IVANISENKO, YU.V.; RAUCH, E.F., BAUDELET B. Structure and deformation behaviour of armco iron subjected to severe plastic deformation. **Acta Materialia**, v. 44, n. 12, p. 4705-4712, 1996.

- [66] DALLA TORRE, F.; LAPOVOK, R.; SANDLIN, J.; THOMSON, P.F.; DAVIES, C.H.J.; PERELOMA, E.V. Microstructures and properties of copper processed by equal channel angular extrusion for 1-16 passes. **Acta Materialia**, v. 52, p. 4819-4832, 2004.
- [67] KUHLMANN-WILSDORF, D.; HANSEN, N. Geometrically necessary, incidental and subgrain boundaries. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 25, p. 1557-1562, 1991.
- [68] HUMPHREYS, F.J.; PRANGNELL, P.B.; BOWEN, J.R.; GHOLINIA, A.; HARRIS, C. Developing stable fine-grain microstructures by large strain deformation. **Philosophical Transactions of the Royal Society London A: Mathematical, physical and engineering sciences**, v. 357, p. 1663-1681, 1999.
- [69] HANSEN, N. Cold deformation microstructures. **Material Science and Technology**, v. 6, p. 1039-1047, 1990.
- [70] HANSEN, N. Deformation microstructures. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 27, p. 1447-1452, 1992.
- [71] BAY, B.; HANSEN, N.; KUHLMANN-WILSDORF, D. Microstructural evolution in rolled aluminium. **Materials Science and Engineering A**, v. 158, p. 139-146, 1992.
- [72] PRANGNELL, P.B.; BOWEN, J.R.; APPS, P.J. Ultra-fine grain structures in aluminium alloys by severe deformation processing. **Materials Science and Engineering A**, v. 375-377, p. 178-185, 2004.
- [73] HUGHES, D.A.; HANSEN, N. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. **Acta Materialia**, v. 45, p. 3871-3886, 1997.
- [74] 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.
- [75] SHIN, D.H.; PARK, K.T. Ultrafine grained steels processed by equal channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, v. 410-411, p. 299-302, 2005.
- [76] MISHRA, A.; KAD, B.K.; GREGORI, F.; MEYERS, M.A. Microstructural evolution in copper subjected to severe plastic deformation: Experiments and analysis. **Acta Materialia**, v. 55, p. 13-28, 2007.
- [77] MIYAMOTO, H.; FUSHIMI, J.; MIMAKI, T.; VINOGRADOV, A.; HASHIMOTO, S. Dislocation structures and crystal orientation of copper single crystals deformed by equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, v. 405, p. 221-232, 2005.
- [78] FUKUDA, Y.; OH-ISHI, K.; FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T.G. The application of equal-channel angular pressing to an aluminum single crystal. **Acta Materialia**, v. 52, p. 1387-1395, 2004.
- [79] 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.

- [80] DE MESSEMAEKER, J.; VERLINDEN, B.; VAN HUMBEECK, J. Texture of IF steel after equal channel angular pressing (ECAP). **Acta Materialia**, v. 53, p. 4245-4257, 2005.
- [81] LI, S.; BEYERLEIN, I.J.; BOURKE, M.A.M. Texture formation during equal channel angular extrusion of fcc and bcc materials: comparison with simple shear. **Materials Science and Engineering A**, v. 394, p. 66-77, 2005.
- [82] 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.
- [83] LI, S.; GAZDER, A.A.; BEYERLEIN, I.J.; DAVIES, C.H.J.; PERELOMA, E.V. Microstructure and texture evolution during equal channel angular extrusion of interstitial-free steel: Effects of die angle and processing route. **Acta Materialia**, v. 55, p. 1017-1032, 2007.
- [84] 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.
- [85] LI, S.; BEYERLEIN, I.J.; NECKER, C.T.; ALEXANDER, D.J.; BOURKE, M. Heterogeneity of deformation texture in equal channel angular extrusion of copper. **Acta Materialia**, v. 52, p. 4859-4875, 2004.
- [86] YOON, S.C.; SEO, M.H.; KIM, H.S. Preform effect on the plastic deformation behavior of workpieces in equal channel angular pressing. **Scripta Materialia**, v. 55, p. 159-162, 2006.
- [87] FERRASSE, S.; SEGAL, V.M.; ALFORD, F.; KARDOKUS, J.; STROTHERS, S. Scale up and application of equal-channel angular extrusion for the electronics and aerospace industries. **Materials Science and Engineering A**, v. 493, p. 130-140, 2008.
- [88] LOWE, T.C. Metals and alloys nanostructured by severe plastic deformation: commercialization pathways. **Journal of the Minerals, Metals and Materials Society**, v. 58, n. 4, p. 28-32, 2006.
- [89] DE MESSEMAEKER, J.; VERLINDEN, B.; VAN HUMBEECK, J.; FROYEN, L. In Zehetbauer, M.J.; Valiev, R.Z. (eds). IN: NANO-SPD2 CONFERENCE: Nanomaterials by Severe Plastic Deformation: 2004, Vienna, Austria, **Proceedings...** p. 332-338.
- [90] MOLODOVA, X.; GOTTSTEIN, G.; WINNING, M.; HELLMIG, R.J. Thermal stability of ECAP processed pure copper. **Materials Science and Engineering A**, v. 460-461, p. 204-213, 2007.
- [91] MOLODOVA, X.; GOTTSTEIN, G.; HELLMIG, R.J. On the thermal stability of ECAP deformed FCC metals. **Materials Science Forum**, v. 558-559, p. 259-264, 2007.
- [92] WU, P.D.; HUANG, Y.; LLOYD, D.J. Studying grain fragmentation in ECAE by simulating simple shear. **Scripta Materialia**, v. 54, p. 2107-2112, 2006.

- [93] SEGAL, V. M. Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation. **Materials Science and Engineering A**, v. 271, p. 322-333, 1999.
- [94] HAESSNER, F. **Recrystallization of metallic materials**. 2.ed. Stuttgart: Dr. Riederer-Verlag GMBH, 1978.
- [95] WANG, G.; WU, S.D.; ZUO, L.; ESLING, C.; WANG, Z.G.; LI, G.Y. Microstructure, texture, grain boundaries in recrystallization regions in pure Cu ECAE samples. **Materials Science and Engineering A**, v. 346, p. 83-90, 2003.
- [96] MATHAUDHU, S.N., HARTWIG, K.T. Grain refinement and recrystallization of heavily worked tantalum. **Materials Science and Engineering A**, v. 426, p. 128-142, 2006.
- [97] KONRAD, J.; ZAEFFERER, S.; RAABE, D. Investigation of orientation gradients around a hard Laves particle in a warm-rolled Fe₃Al-based alloy using a 3D EBSD-FIB technique. **Acta Materialia**, v. 54, p. 1369-1380, 2006.
- [98] GOLOBORODKO, A.; SITDIKOV, O.; SAKAI, T.; KAIBYSHEV, R.; MIURA, H. Grain refinement in as-cast 7475 aluminum alloy under hot equal-channel angular pressing. **Materials Transactions**, v. 44, p.766-774, 2003.
- [99] ETTER, A.L.; BAUDIN, T.; REY, C.; PENELLE, R. Microstructural and textural characterization of copper processed by ECAE. **Materials Characterization**, v. 56, p. 19-25, 2006.
- [100] 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.
- [101] HUMPHREYS, F.J. Characterization of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD). **Scripta Materialia**, v. 51, p. 771-776, 2004.
- [102] 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.
- [103] JAZAERI, H.; HUMPHREYS, F.J. Quantifying recrystallization by electron backscatter diffraction. **Journal of Microscopy**, v. 213, p. 241-246, 2004.
- [104] NAGASEKHAR, A.V.; TICK-HON, Y.; SEOW, H.P. Deformation behavior and strain homogeneity in equal channel angular extrusion/pressing. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 192-193, p. 449-452, 2007.
- [105] PRELL, M.; XU, C.; LANGDON, T.G. The evolution of homogeneity on longitudinal sections during processing by ECAP. **Materials Science and Engineering A**, v. 480, p. 449-455, 2008.
- [106] GROSDIDIER, T.; FUNDENBERGER, J.-J.; GORAN, D.; BOUZY, E.; SUWAS, S.; SKROTZKI, W.; TÓTH, L.S. On microstructure and texture heterogeneities in single crystals deformed by equal channel angular extrusion. **Scripta Materialia**, v.59, p. 1087-1090, 2008.

- [107] REIHANIAN, M.; EBRAHIMI, R.; MOSHKARSAR, M.M.; TERADA, D.; TSUJI, N. Microstructure quantification and correlation with flow stress of ultrafine grained commercially pure Al fabricated by equal channel angular pressing (ECAP). **Materials Characterization**, v. 59, p. 1312-1323, 2008.
- [108] JAZAERI, H.; HUMPHREYS, F.J. The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminium alloys II – annealing behavior. **Acta Materialia**, v. 52, p. 3251-3262, 2004.
- [109] POORTMANS, S.; VERLINDEN, B. Thermal stability of CP-aluminium during annealing after ECAP. **Materials Science Forum**, v. 467-470, p. 1319-1324, 2004.
- [110] 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 ECAP. **Scripta Materialia**, v. 55, p. 1099-1102, 2006.
- [111] ALEXANDROV, I.V.; ZHILINA, M.V.; SCHERBAKOV, A.V.; BONARSKI, J.T. Multiscale investigations of severe plastic deformation. **Materials Science and Engineering A**, v. 410-411, p. 332-336, 2005.