INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES

Autarquia Associada à Universidade De São Paulo

Caracterização microestrutural e mecânica de ligas à base de níquel após processamento mecânico (deformação plástica severa) e tratamento térmico

RENAN AUGUSTO FRANCISCO DIAS

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Mestre em Tecnologia Nuclear – Materiais.

Orientador:
Dr. Waldemar Alfredo Monteiro

SÃO PAULO

2019

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES

Autarquia Associada à Universidade De São Paulo

**Caracterização microestrutural e mecânica de ligas à base de níquel após
processamento mecânico (deformação plástica severa) e tratamento térmico**

RENAN AUGUSTO FRANCISCO DIAS

Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do Grau
de Mestre em Tecnologia Nuclear –
Materiais.

Orientador:
Dr. Waldemar Alfredo Monteiro

SÃO PAULO

2019

Fonte de Financiamento: Capes/Eletronuclear

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho,
para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte

Como citar:

FRANCISCO DIAS, R. A. ***Caracterização microestrutural e mecânica de ligas à base de níquel após processamento mecânico (deformação plástica severa) e tratamento térmico***. 2019. 78 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo.
Disponível em: (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca IPEN/USP,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Francisco Dias, Renan Augusto

Caracterização microestrutural e mecânica de ligas à base de níquel após processamento mecânico (deformação plástica severa) e tratamento térmico / Renan Augusto Francisco Dias; orientador Waldemar Alfredo Monteiro. -- São Paulo, 2019.
78 p.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia Nuclear (Materiais) -- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2019.

1. Liga 600. 2. ECAP. 3. Deformação Plástica Severa. I. Monteiro, Waldemar Alfredo, orient. II. Título.

À minha família que tanto me apoiou e animou
nestes anos de muito estudo e dedicação.

AGRADECIMENTOS

Ao meu professor, orientador e amigo Waldemar Alfredo Monteiro pela orientação, puxões de orelha, doses de incentivo e tudo mais que foi necessário para que fosse possível a realização do projeto.

Ao meu professor Antônio Augusto Couto, que me ajudou com a bolsa de estudos Capes/Eletronuclear sem a qual não teria sido possível o desenvolvimento deste trabalho.

Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, pela infraestrutura utilizada durante a pesquisa.

Aos meus pais, Sueli de Fátima Francisco Dias e Lourival Antônio Dias que tornaram minha existência possível, por todo incentivo aos estudos e valores transmitidos, os quais me guiam em toda a minha vida.

À minha colega, Daniela Passarelo Moura da Fonseca, por toda ajuda durante a elaboração do trabalho.

Aos meus colegas Marcelo Ferreira Moreira, Jonas de Carvalho Gomes, Bruno de Barros Andrade, Luis Fernando Fiuza Chaves e Juliana Flor por conversas valiosas que me ajudaram no desenvolvimento do meu conhecimento teórico e prático, principalmente na área de metalografia e metalurgia.

Ao Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, pela infraestrutura utilizada durante a pesquisa, fornos, microscópios e afins.

Aos meus colegas de Laboratório Louise, Marcelo e Igor.

Ao professor Dr. Nelson Batista de Lima e ao técnico Rene Ramos de Oliveira por seu tempo dispendido na realização dos ensaios de textura e na ajuda da interpretação dos resultados.

Ao Nildemar A. M. Ferreira e Larissa Otubo do Centro de Ciências e Tecnologia de Materiais (CCTM) pelo auxílio na aquisição das imagens de microscopia eletrônica de transmissão.

Aos funcionários Luis Carlos Elias da Silva, Glaussou A. F. Machado, Mariano Castagnet e Thiago dos Santos Ferreira pelo apoio técnico e amizade.

RESUMO

Uma variedade significativa de propriedades apresentadas pelos materiais é fortemente dependente da microestrutura, dentre elas pode-se citar limites de resistência e escoamento, alongamento, tenacidade, resistência ao impacto entre outras. Nas ligas comercializadas a microestrutura dos metais (tamanho de grão) é controlada de acordo com a aplicação, através de tratamentos termomecânicos convencionais, como forjamento, laminação e extrusão, onde o tamanho de grão alcançado pode chegar à ordem dos micrometros. O *Equal-Channel Angular Pressing* (ECAP), ou Prensagem Angular em Canais Iguais, é uma técnica de processamento não convencional, que tem a capacidade de submeter os metais processado à chamada deformação plástica severa (DPS), permitindo assim a obtenção de metais com tamanhos de grão abaixo de $1\mu\text{m}$. O presente trabalho irá analisar os fenômenos metalúrgicos envolvidos na aplicação do ECAP na superliga de níquel Inconel 600 (liga 600), composta de 72% níquel, 14-17% cromo e 6–10% ferro, que é utilizada na indústria nuclear como material dos tubos do circuito primário dos geradores de vapor dos *Pressurized Water Reactors* (PWR), ou Reatores de Água Pressurizada. Amostras da liga 600 foram solubilizadas e processadas por ECAP até 5 passes utilizando as rotas A e B_c e, após o processamento, algumas foram submetidas à tratamentos térmicos em diferentes temperaturas. Para caracterização microestrutural foram utilizados microscópios óptico, eletrônico de varredura e de transmissão, a textura foi analisada por meio das técnicas de difração de raios X e Electron Backscatter Diffraction, EBSD ou Difração de Elétrons Retro-Espalhados e a dureza foi caracterizada por meio de microdureza Vickers. Após a deformação da liga 600 solubilizada, observou-se uma mudança na microestrutura, a amostra solubilizada possuía grãos grosseiros e apresentava maclas de recozimento e, após o primeiro passe notou-se formação de estruturas de deformação com o aparecimento de linhas de escorregamento e após o terceiro passe são observadas bandas de deformação e de transição. Também foram observadas diferentes subestruturas de discordâncias formadas pelas diferentes rotas de processamento como estruturas celulares e microbandas. A microdureza da liga sofreu um incremento à medida que novos passes foram feitos, fenômeno que pode ser correlacionado com o aumento da resistência mecânica da liga. Além disso, observou-se que pela rota B_c os valores de microdureza são mais homogêneos do que os encontrados pela rota A. As análises de EBSD evidenciaram que rota B_c produziu grão mais equiaxiais e também uma quantidade maior de grãos com contornos de alto ângulo, enquanto a rota A produziu grãos mais alongados e uma menor quantidade de grãos com contornos de alto ângulo. A análise, por difração de raios X, das amostras deformadas pela rota A, sem tratamento térmico, evidenciou que uma tendência de formação de textura associada aos planos e direções $\{111\}\langle 110\rangle$, e após os tratamentos térmicos houve a formação uma nova textura associada aos planos e direções $\{114\}\langle 221\rangle$. As amostras deformadas pela rota B_c tende a formar texturas referentes aos planos e direções $\{112\}\langle 110\rangle$ apesar da formação de outras texturas, que após os tratamentos térmicos formaram diversas outras texturas associadas aos planos e direções $\{110\}\langle 110\rangle$, $\{100\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle 110\rangle$.

Palavras-chave: Liga 600, ECAP, Deformação plástica severa

ABSTRACT

A significant variety of properties presented by the materials is strongly dependent on the microstructure, among them one can mention limits of resistance and flow, elongation, tenacity, resistance to impact among others. In commercial alloys, the microstructure of the metals (grain size) is controlled according to the application, through conventional thermomechanical treatments such as forging, rolling and extrusion, where the grain size reached can reach the order of micrometers. The Equal-Channel Angular Pressing (ECAP) is an unconventional processing technique, which has the ability to subject the processed metals to the so-called severe plastic deformation (DPS), thus allowing the production of metals with grain sizes below $1\mu\text{m}$. The present work will analyze the metallurgical phenomena involved in the application of ECAP in the Inconel 600 nickel superalloy (alloy 600), composed of 72% nickel, $14 \pm 17\%$ chromium and 6-10% iron, which is used in the nuclear industry as material of the Pressurized Water Reactors (PWR) steam generator primary circuit tubes, or Pressurized Water Reactors. Samples of alloy 600 were solubilized and processed by ECAP up to 5 passes using routes A and Bc and, after processing, some were subjected to thermal treatments at different temperatures. Optical, scanning electron and scanning electron microscopes were used for microstructural characterization. The texture was analyzed by means of X-ray diffraction and Electron Backscatter Diffraction, EBSD or Diffraction of Retro-scattered Electrons and the hardness was characterized by means of Vickers microhardness. After deformation of the solubilized alloy 600, a change in the microstructure was observed, the solubilized sample had coarse grains and had annealing maclas and, after the first pass, it was noticed the formation of deformation structures with the appearance of sliding lines and after The third pass shows deformation and transition bands. Different substructures of dislocations formed by different processing routes, such as cell structures and microbands, were also observed. The microhardness of the alloy has increased as new passes have been made, a phenomenon that can be correlated with the increased mechanical strength of the alloy. In addition, it was observed that by route BC the values of microhardness are more homogeneous than those found by route A. EBSD analyzes showed that BC route produced more equiaxial grains and also a larger amount of high angle grain boundaries, while route A produced longer grains and a smaller amount of high angle grain boundaries. X-ray diffraction analysis of the deformed samples by route A, without heat treatment, showed a tendency of texture formation associated with the planes and directions $\{111\} \langle 110 \rangle$, and after the heat treatments there was a new texture associated with planes and directions $\{114\} \langle 221 \rangle$. The samples deformed by the BC route tend to form textures referring to planes and directions $\{112\} \langle 110 \rangle$ despite the formation of other textures, which after heat treatments formed several other textures associated with planes and directions $\{110\} \langle 110 \rangle$, $\{100\} \langle 110 \rangle$ and $\{111\} \langle 110 \rangle$.

Key-words: Alloy 600, ECAP, Severe Plastic Deformation

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Desenho esquemático de um conjunto matriz e punção de ECAP	16
Figura 2 – Desenho esquemático de um gerador de vapor	17
Figura 3 – Deslizamento de um plano de átomos sobre outro adjacente em um cristal perfeito.....	18
Figura 4 – Movimento de uma discordância ao longo de um plano de deslizamento.....	18
Figura 5 – Um dos planos {111} da estrutura CFC e as três direções <110> possíveis	19
Figura 6 – Representação da distribuição das discordâncias em metais de baixa EFE e alta EFE	20
Figura 7 – Microestrutura de metais policristalinos deformados por escorregamento.	21
Figura 8 – Diagrama esquemático do processo de recozimento	23
Figura 9 – Diferentes rotas de processamento por ECAP.	26
Figura 10 – Possíveis variações nos ângulos ϕ e ψ da matriz.....	26
Figura 11 – Gráfico comparativo, alongamento, limite de escoamento e deformação equivalente, da liga de alumínio 3004, processada por laminação e ECAP.	28
Figura 12 – Ilustração de interferências construtiva (acima) e destrutiva (abaixo).	30
Figura 13 –Relação entre distância interplanar e parâmetro de rede para os sistemas cristalinos	31
Figura 14 – Esquema simplificado de um difratômetro de raios X. T é a fonte de raios x; S é a amostra; C é o detector; e O é o eixo em torno do qual a amostra e o detector rotacionam.	31
Figura 15 – Exemplo de difratograma	32
Figura 16 – Definição dos ângulos de Euler (φ_1 , Φ , φ_2) conforme a notação de Bunge.....	34

Figura 17 – Corpo de prova após usinagem e solubilização.....	35
Figura 18 – Matriz e punção.....	36
Figura 19 – Fluxograma do procedimento experimental	37
Figura 20 – Referencial das secções	38
Figura 21 – Liga 600 como recebida (DL).....	42
Figura 22 – Liga 600 como recebida (DT).....	42
Figura 23 – Liga 600 após solubilização (DL)	43
Figura 24 – Liga 600 após solubilização (DT).....	43
Figura 25 – Liga 600 após 1 passe de deformação (DL)	43
Figura 26 – Liga 600 após 1 passe de deformação (DN).....	43
Figura 27 – Liga 600 após 1 passe de deformação (DT)	44
Figura 28 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota A) (DL)	44
Figura 29 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota A) (DN).....	44
Figura 30 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota A) (DT).....	45
Figura 31 – Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota A) (DL)	45
Figura 32 – Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota A) (DN).....	45
Figura 33 – Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota A) (DT).....	45
Figura 34 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota B _C) (DL)	46
Figura 35 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota B _C) (DN).....	46
Figura 36 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota B _C) (DT)	46
Figura 37 – Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota B _C) (DL)	47
Figura 38 – Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota B _C) (DN).....	47
Figura 39 – Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota B _C) (DT)	47
Figura 40 – 1 passe recozida a 250 °C longitudinal	48
Figura 41 – 1 passe recozida a 250 °C normal	48
Figura 42 – 1 passe recozida a 250 °C transversal.....	48
Figura 43 – 1 passe recozida a 450 °C longitudinal	48
Figura 44 – 1 passe recozida a 450 °C normal	49
Figura 45 – 1 passe recozida a 450 °C transversal.....	49
Figura 46 – 1 passe recozida a 600 °C longitudinal	49
Figura 47 – 1 passe recozida a 600 °C normal	49
Figura 48 – 1 passe recozida a 600 °C transversal.....	50
Figura 49 – 3 passes recozida a 250 °C longitudinal	50
Figura 50 – 3 passes recozida a 250 °C normal	50

Figura 51 – 3 passes recozida a 250 °C transversal.....	51
Figura 52 – 3 passes recozida a 450 °C longitudinal	51
Figura 53 – 3 passes recozida a 450 °C normal	51
Figura 54 – 3 passes recozida a 450 °C transversal.....	51
Figura 55 – 3 passes recozida a 600 °C longitudinal	52
Figura 56 – 3 passes recozida a 600 °C normal	52
Figura 57 – 3 passes recozida a 600 °C transversal.....	52
Figura 58 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota A) (DL)	53
Figura 59 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota A) (DN).....	53
Figura 60 - Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota A) (DL).....	54
Figura 61 - Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota A) (DN)	55
Figura 62 - Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota A) (DT).....	56
Figura 63 - Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota B _C) (DL)	56
Figura 64 - Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota B _C) (DN).....	57
Figura 65 - Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota B _C) (DT)	58
Figura 66 - Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota B _C) (DL)	58
Figura 67 - Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota B _C) (DN).....	59
Figura 68 - Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota B _C) (DT)	60
Figura 69 – Mapa de cores representado na figura de polo inversa [001]	61
Figura 70 – Orientações cristalográficas da amostra de 5 passes rota A.	62
Figura 71 - Orientações cristalográficas da amostra de 5 passes rota B _C	63
Figura 72 – Fração de contornos formados na amostra de 5 passes rota A.....	64
Figura 73 – Fração de contornos formados na amostra de 5 passes rota A.....	64
Figura 74 – Liga 600 após 1 passe de deformação	65
Figura 75 – Liga 600 (MET) após 3 passes de deformação (Rota A)	66
Figura 76 – Liga 600 (MET) após 5 passes de deformação (Rota A)	66
Figura 77 – Liga 600 (MET) após 3 passes de deformação (Rota B _C)	66
Figura 78 – Liga 600 (MET) após 5 passes de deformação (Rota B _C)	67
Figura 79 – Valores de dureza obtidos após cada processamento.....	68
Figura 80 - Figuras de polo e FDOC da amostra de 1 passe.....	70
Figura 81 – Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes rota A sem tratamento térmico	70
Figura 82 - Figuras de polo e FDOC da amostra de 5 passes rota A sem tratamento térmico	71

Figura 83 - Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes rota B _C sem tratamento térmico	71
Figura 84 - Figuras de polo e FDOC da amostra de 5 passes rota B _C sem tratamento térmico	72
Figura 86 – Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes 250 °C	72
Figura 87 – Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes 450 °C	73
Figura 88 – Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes 600 °C	73

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

DPS – Deformação Plástica Severa

ECAP – Equal-Channel Angular Pressing

PWR – Pressurized Water Reactor

CFC – Cúbico de Face Centrada

HC – Hexagonal compacto

EFE - Energia de Falha de Empilhamento

MO - Microscopia Óptica

MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura

MET - Microscopia Eletrônica de Transmissão

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
1.1	Objetivos	17
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
2.1	Mecanismos de endurecimento	18
2.2	Mecanismos de Deformação	19
2.3	Tratamentos Térmicos	22
2.3.1	Recuperação e Recristalização	22
2.3.2	Tratamentos térmicos em ligas de níquel	24
2.4	<i>Equal-Channel Angular Pressing</i>	25
3	MATERIAIS E MÉTODOS	35
3.1	Tratamentos térmicos	37
3.2	Caracterização microestrutural e mecânica	38
3.2.1	Microscopia óptica	38
3.2.2	Microscopia eletrônica de varredura	39
3.2.3	Microscopia eletrônica de transmissão	39
3.2.4	Microdureza Vickers	40
3.2.5	Difração de raios x (textura)	40
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	42
4.1	Microscopia óptica	42
4.2	Microscopia eletrônica de varredura	53
4.3	EBSD	61
4.4	Microscopia eletrônica de transmissão	65
4.5	Microdureza Vickers	68
4.6	Difração de raios X e textura	69
5	CONCLUSÕES	75
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	77

1 INTRODUÇÃO

Uma variedade significativa de propriedades apresentadas pelos materiais é fortemente dependente da microestrutura, dentre elas pode-se citar limites de resistência e escoamento, alongamento, tenacidade, resistência ao impacto entre outras. O tamanho médio de grão é um parâmetro determinante dessas propriedades e a equação de Hall-Petch estabelece a relação entre tamanho de grão e tensão de escoamento:

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

Sendo σ a tensão de escoamento, σ_0 a tensão de atrito que se opõe ao movimento das discordâncias, k a constante que representa uma medida da extensão do empilhamento de discordâncias nos contornos e d o diâmetro médio do grão (CALLISTER; RETHWISCH, 2008).

Analizando a equação de Hall-Petch matematicamente, conclui-se que quanto menor o tamanho de grão (d), maior será o valor da tensão de escoamento (σ) deste material. Na prática, as ligas comercializadas tem seu tamanho de grão controlado de acordo com a aplicação, através de tratamentos termomecânicos convencionais, como forjamento, laminação e extrusão, onde o tamanho de grão alcançado pode chegar à ordem dos micrometros.

O objetivo então é alcançar tamanhos de grão menores, de ordem submicrométrica (0,1 a 1 μm) ou ainda nanométrica (<100 nm), e para isso é necessário o uso de técnicas não convencionais de conformação, que submetem o metal à chamada deformação plástica severa (DPS).

ESTRIN e VINOGRADOV (2013) definem DPS qualquer método de conformação metálica que faz uso de uma alta pressão hidrostática para impor uma alta deformação em um sólido monolítico (bulk), sem que ocorra alteração significativa em sua secção transversal e que atinge um refinamento do grão superior ao das técnicas convencionais.

Segal afirma que esta definição é controversa, pois refinamento de grão não é o único objetivo das técnicas de DPS, uma estrutura de grãos ultrafinos pode ser obtida com deformações moderadas, sem o uso de altas pressões

hidrostáticas e com alteração nas dimensões originais do corpo de prova e defende que o que o ponto comum entre as técnicas de DPS é a mudança do modo de deformação aplicada ao material, cisalhamento puro para técnicas convencionais e cisalhamento simples para as técnicas de DPS (ROSOCHOWSKI, 2017).

O *Equal-Channel Angular Pressing* (ECAP), ou Prensagem Angular em Canais Iguais, é uma técnica de processamento não convencional, desenvolvida por Vladimir Segal durante a década de 80, que permite a obtenção de metais com tamanhos de grão abaixo de $1\mu\text{m}$.

Segundo SABIROV et al. (2015), o ECAP é o método mais importante e o mais utilizado para aplicação da DPS, pois pode ser aplicado em uma diversidade de metais e ligas, por exemplo, cobre (XU et al., 2010) e (BAHADORI; DEHGHANI; BAKHSHANDEH, 2013), alumínio (ZHILYAEV et al., 2006) e (EL-DANAF, 2008), níquel (ZHILYAEV et al., 2005) e (LEUTHOLD et al., 2016) todos com estrutura cúbica de face centrada (CFC), magnésio (LIMA et al., 2014), titânio (ZHAO et al., 2010), ambos hexagonais compactos (HC), nióbio (ZHU et al., 2010), ferro (GIBBS et al., 1998), ambos de estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), aço baixo carbono (FUKUDA et al., 2002), compósitos de matriz metálica (MISHRA et al., 1999), ligas endurecíveis por precipitação e ligas com a presença de fases intermetálicas.

De posse de um conjunto matriz e punção, o processo pode ser reproduzido utilizando equipamentos disponíveis na maioria dos laboratórios.

A matriz é composta por 2 canais, de iguais dimensões, separados por um ângulo Φ em sua intersecção. O material a ser processado deve ser lubrificado e inserido no canal de descida da matriz seguido do punção, em seguida o conjunto é colocado em uma prensa que forçará o corpo de prova na intersecção dos canais, curvando-o e configurando um passe de deformação. Ao final de cada passagem, o corpo de prova retirado da matriz mantém suas dimensões originais e é inserido novamente na matriz para uma nova prensagem.

Na Figura 1, pode-se observar o desenho esquemático de um conjunto matriz, punção e corpo e prova sendo processado utilizando o ECAP.

Figura 1 – Desenho esquemático de um conjunto matriz e punção de ECAP

Fonte: SABIROV et al., 2015

NEISHI, HORITA e LANGDON (2002) estudaram o potencial de refinamento de grão em amostras de níquel puro e compararam os resultados obtidos com outros trabalhos que utilizaram amostras de alumínio e cobre puros, e concluíram que o níquel é um material ideal para se utilizar em experimentos com ECAP, pois foi possível atingir tamanhos de grão menores que nas amostras de alumínio e a foi atingida uma homogeneidade de microestrutura mais rapidamente que o observado nas amostras de cobre (para ambas as situações foram comparados resultados obtidos com os mesmos parâmetros de processamento).

O níquel é um metal de importante na indústria metalúrgica, além de sua aplicação em ligas e superligas à base de níquel, trata-se também de um elemento de liga vital em ferros fundidos, aços inoxidáveis, aços baixa liga e ligas não ferrosas. Também é utilizado em recobrimentos, na forma de pós para metalurgia do pó, na cunhagem de moedas e em baterias recarregáveis de níquel-cádmio e níquel metal-hidreto (níquel ligado com terras raras). O níquel puro e as ligas à base de níquel são geralmente utilizados em aplicações que necessitam alta resistência a corrosão, alta resistência ao calor, alta capacidade de deformação e combinações desses fatores, onde aços inoxidáveis e aços de baixa liga não poderiam ser utilizados (ASM INTERNATIONAL, 2000).

A liga 600 é uma superliga de níquel composta de 72% níquel, 14-17% cromo e 6-10% ferro e uma de suas aplicações é na indústria nuclear, principalmente utilizada nos tubos do circuito primário dos geradores de vapor dos *Pressurized Water Reactors* (PWR), ou Reatores de Água Pressurizada. Os geradores de vapor são compostos, basicamente, de tubos na forma de U, na

parte inferior, e equipamentos secadores de vapor, na parte superior (KOK, 2017). Na Figura 2 é apresentada uma vista em corte de um gerador de vapor.

Figura 2 – Desenho esquemático de um gerador de vapor

Fonte: https://www.mhi.com/products/energy/reactor_coolant_pump.html

A produção de uma literatura mais aprofundada sobre os fenômenos metalúrgicos envolvidos na aplicação do ECAP, e a utilização da liga 600 na indústria nuclear foram os aspectos que motivaram a elaboração deste trabalho.

1.1 Objetivos

Este trabalho tem por objetivos caracterizar a microestrutura, de deformação e de recristalização, e determinar a variação de dureza da liga 600 após processamento pela técnica de ECAP e após tratamentos térmicos.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Mecanismos de endurecimento

A presença de defeitos influencia diretamente nas características e propriedades dos materiais metálicos. A tensão necessária para deformar plasticamente um cristal perfeito, onde um plano de átomos deve se deslocar sobre um plano adjacente (Figura 3), é muito maior do que para deformar um cristal com discordâncias, onde um plano livre pode deslizar sobre outros planos (Figura 4).

Figura 3 – Deslizamento de um plano de átomos sobre outro adjacente em um cristal perfeito

Fonte: SHACKELFORD, J. F., 2008, p. 135.

Figura 4 – Movimento de uma discordância ao longo de um plano de deslizamento

Fonte: SHACKELFORD, J. F., 2008, p. 136.

A deformação plástica se dá por meio da movimentação das discordâncias, por meio de cisalhamento em planos $\{hkl\}$ e direções (uvw) de maior empacotamento atômico. Os sistemas de escorregamentos (plano + direção) possíveis de serem formados são dependentes exclusivamente da estrutura cristalina do material. Um metal com estrutura CFC, por exemplo, possui 4 planos

compactos, e para cada plano, três direções compactas diferentes, formando 12 sistemas de escorregamento (Figura 5).

Figura 5 – Um dos planos $\{111\}$ da estrutura CFC e as três direções $\langle 110 \rangle$ possíveis

Fonte: CALLISTER JR., W. D.
& RETHWISCH, D.G. 2008,
p. 262

Já metais de estrutura cristalina Hexagonal Compacta (HC) apresentam apenas 3 sistemas de escorregamento. Ao restringir a movimentação das discordâncias por esses sistemas de escorregamento, aumentam-se limites de escoamento e de resistência dos metais e os principais métodos de utilizados para isso são a) O endurecimento por trabalho a frio (encruamento) introduz uma grande quantidade de discordâncias no material, aumentando assim a interação entre elas; b) A formação de solução sólida (substitucional ou intersticial), por meio da adição de elementos de liga ao metal puro introduz tensões na rede cristalina devido à diferença de tamanho entre os átomos; c) precipitados de segunda fase distribuídos uniformemente na matriz metálica obtidos, principalmente, por meio de tratamentos de envelhecimento atuam como pontos de ancoragem de discordâncias; d) A diminuição do tamanho de grão aumenta o número de contornos que são vistos como barreiras pelas discordâncias (MUGHRABI, 1996).

2.2 Mecanismos de Deformação

Outro fator determinante no comportamento dos materiais ao se deformarem é a Energia de Falha de Empilhamento (EFE). Metais deformados com alta EFE apresentam uma menor densidade de discordâncias comparado a um metal com baixa EFE. Metais com baixa EFE tendem a formar distribuições homogêneas de

discordâncias, dificultando fenômenos de *cross-slip* (escorregamento cruzado) e *climb* (escalagem). Na Figura 6 pode-se observar em (a) uma representação de distribuições homogêneas de discordâncias e em (b) uma representação de distribuição de discordâncias com alta associação (FERRARI, R. B., 2008).

Figura 6 – Representação da distribuição das discordâncias em metais de baixa EFE e alta EFE

Em (a) metal de baixa EFE e (b) metal com alta EFE.
Fonte: FERRARI, R. B., 2008, p. 21-22.

Em metais de estrutura cristalina cúbica, o escorregamento e a maclação são os mecanismos mais comuns de deformação e o parâmetro utilizado para definir qual será o tipo de deformação é a EFE. Em metais com médias e altas EFE predomina a deformação por escorregamento, já em metais de baixa EFE predomina a deformação por maclação (HUMPHEREYS, 2004).

O cobre e o alumínio, puros, possuem estrutura CFC e apresentam, respectivamente EFE 80 mJ/m^2 e 170 mJ/m^2 , caracterizando média e alta EFE, enquanto isso outros metais, também CFC como a prata, o latão 70:30 e aços inoxidáveis austeníticos apresentam baixas EFE, da ordem de 20 mJ/m^2 .

A temperatura e o grau de deformação também têm influência no tipo da deformação, a maclação é preferencial para temperaturas menores e taxas de deformação maiores.

A fim de entender os mecanismos de deformação é preciso entender como se dá a evolução da deformação e qual é a sua escala: a) as discordâncias (menor escala) e sua movimentação são responsáveis pela deformação do material; b) as deformações geram um emaranhado de discordâncias, as desordenadas delimitam regiões denominadas células, as ordenadas geram paredes de discordâncias que delimitam os subgrãos (da ordem de micrometros); c) paredes de discordâncias que têm a mesma orientação, dentro de um mesmo grão, formam uma banda de deformação, geralmente encontradas em materiais com grãos grosseiros onde, devido à deformação, os grãos se subdividem em

regiões de diferente orientação e com isso geram regiões estreitas entre elas, chamadas bandas de transição; d) as bandas de cisalhamento ocorrem quando o material sofreu um cisalhamento intenso em planos inclinados em relação ao plano de laminação, elas podem atravessar diversos grãos e são resultados de instabilidades durante a deformação, fenômeno equivalente ao de estricção que se forma durante os ensaios de tração. Metais de baixa EFE, não formam células nem subgrãos, mas é comum formarem as bandas de deformação e bandas de cisalhamento (HUMPHREYS, 2004). Estes mecanismos estão ilustrados na Figura 7.

Figura 7 – Microestrutura de metais policristalinos deformados por escorregamento.

Fonte: HUMPHREYS, F. J. & HATHERLY, M., 2004, p. 28. Tradução nossa.

Linhas de escorregamento ou linhas de deformação são maclas de deformação extremamente delgadas e, segundo Hatherly (1959 apud HUMPHREYS, 2004, p. 34), a espessura dessas linhas é função direta da EFE e da temperatura de deformação. Em alguns grãos ou bandas de deformação a orientação pode favorecer a deformação por maclação, em outros a deformação por escorregamento e como resultado a microestrutura será constituída de partes

compostas por células e partes compostas por maclas. A maclação ocorre, preferencialmente em regiões orientadas em $\{112\} \langle 111 \rangle$ e $\{100\} \langle 001 \rangle$ e não ocorrem nas regiões orientadas em $\{110\} \langle 001 \rangle$ e $\{110\} \langle 112 \rangle$.

2.3 Tratamentos Térmicos

Tratamentos térmicos podem ser definidos como ciclos de aquecimento e resfriamento do metal ou liga metálica, que tem por finalidade, conferir propriedades ou condições específicas àquele material. Dentre estas podemos citar o alívio de tensões provocadas por processamentos anteriores, refinamento de grão de um material encruado, aumento da dureza do material, homogeneização da microestrutura do material ou ainda provocar transformações de fases na microestrutura (ASM INTERNATIONAL, 1995).

2.3.1 Recuperação e Recristalização

Após etapas de conformação mecânica, o metal encontra-se em um estado encruado, onde sua microestrutura foi modificada e, conseqüentemente, suas propriedades físicas, por exemplo, a resistividade elétrica (ρ) do metal e o limite de resistência (σ_r) aumentam e ductilidade diminui. O recozimento é um tratamento térmico responsável pela redução ou eliminação das deformações impostas ao metal, de maneira à reestabelecer algumas de suas propriedades. Dois fenômenos distintos podem ser observados durante este tratamento, a recuperação e a recristalização.

A recuperação mantém a estrutura deformada do metal, porém altera a densidade de defeitos presentes, fazendo com que as propriedades elétricas retornem ao seu estado inicial (sem deformação). As propriedades mecânicas conseguem ser recuperadas também, mas não em sua totalidade.

Na recristalização ocorre a nucleação e o crescimento de novos grãos, geralmente nos contornos de grão do material deformado, até que toda a energia armazenada, devido ao trabalho a frio, seja consumida. Geralmente, o crescimento dos grãos ocorre em taxas iguais, resultando em uma microestrutura final uniforme. Quando se observa um crescimento anormal de um ou mais grãos,

em comparação com os outros, caracteriza-se a recristalização secundária (CAHN, R.W. & HAASEN, P. 1996).

Na figura 17 pode-se observar, a partir de um material deformado, os processos que ocorrem durante o recozimento.

Figura 8 – Diagrama esquemático do processo de recozimento

Em (a) está representado o estado deformado ou encruado, em (b) o estado recuperado, em (c) parcialmente recristalizado, em (d) recristalizado, em (e) crescimento de grão e em (f) crescimento anormal de grão.

Fonte: (HUMPHREYS, F. J. & HATHERLY, M., 2004)

Segundo Cahn & Haasen (1996), evidências metalográficas estabelecem que os núcleos de recristalização são formados em regiões onde a concentração de discordâncias são maiores. Certa concentração de energia é necessária para produzir um núcleo, ou seja, a deformação do material precisa atingir um valor crítico necessário para que a recristalização possa ocorrer, da mesma forma, quanto maior a temperatura e o tempo do recozimento, maior a probabilidade de formação de núcleos e conseqüentemente menor a deformação crítica necessária além disso, altas deformações promoverão um processo mais rápido de nucleação e altas temperaturas irão aumentar a velocidade de crescimento dos grãos.

2.3.2 Tratamentos térmicos em ligas de níquel

Algumas superligas requerem tipos específicos de tratamento térmico, porém, em alguns casos não é necessário tratamento algum, ou seja, mesmo no estado bruto de fundição, a liga já possui propriedades que permitem sua aplicação direta. A Tabela 1 observa-se exemplos de tratamentos térmicos aplicados à algumas superligas à base de níquel.

Tabela 1 – Exemplos de tratamentos térmicos aplicados à algumas superligas de níquel

Liga	Tratamento térmico
Hastelloy C	1220 °C por 0.5 h, resfriamento ao ar.
Hastelloy S	1050 °C/ por 1 h, resfriamento ao ar.
Hastelloy X	Bruto de fundição.
Inconel 600	Bruto de fundição.
Inconel 625	1190 °C/ por 1 h, resfriamento ao ar.
FSX-414	1150 °C/ por 4h, resfriamento no forno + 980 °C/4 h, resfriamento no forno.
MAR-M509	Bruto de fundição.
WI-52	Bruto de fundição.
X-40	Bruto de fundição.

Fonte: ASM INTERNATIONAL, 1991, p-1813. Tradução nossa.

Comparado aos aços, o tratamento térmico das ligas de níquel é mais simples, já que os aços dependem do carbono para que ocorram transformações de fase que melhoram suas propriedades, porém certos cuidados são necessários, a exposição ao enxofre causa fragilização irreversível nas superligas de níquel. Outra propriedade do níquel é sua baixíssima solubilidade de carbono, portanto, não é prontamente carburizado, e por essa razão, acessórios fabricados com a liga 600 são utilizados em fornos de cementação.

Os principais objetivos dos tratamentos térmicos nas ligas de níquel são de redução das propriedades mecânicas, visando melhor trabalhabilidade destas, ou então, para aumentar sua resistência, de acordo com a aplicação final. Podem-se apontar seis principais tratamentos térmicos em ligas e superligas de níquel, cada tratamento é utilizado dependendo da composição química da liga, requisitos de fabricação e função que a liga deverá atender, são eles:

a) Recozimento: produzir grãos recristalizados e amolecer ligas endurecíveis por trabalho a frio ou encruamento. Temperatura entre 705 e 1205 °C, dependendo da composição da liga e do grau de encruamento;

b) Recozimento de solubilização: recozimento de alta temperatura, 1150 à 1315 °C, utilizado para solubilizar carbonetos de certos tipos de ligas de níquel, e produzir grãos grosseiros para melhorar a resistência a solicitações mecânicas em temperaturas elevadas;

c) Alívio de tensões: remover ou reduzir tensões provocadas por trabalho a frio, sem produzir estrutura recristalizada 425 a 870 °C;

d) Equalização de tensões: tratamento à baixa temperatura usado para balancear a tensão em materiais encruados, sem perda apreciável da resistência mecânica;

e) Solubilização: tratamento desenvolvido para colocar os constituintes em solução sólida, aplicado normalmente em ligas que são endurecíveis por precipitação (envelhecimento) antes do envelhecimento propriamente dito;

Envelhecimento: realizado à temperatura intermediárias 425 a 870 °C, desenvolve a máxima resistência em certas ligas pela precipitação de uma fase dispersa por toda matriz.

2.4 Equal-Channel Angular Pressing

A natureza da deformação sofrida pelo material quando processado por ECAP é o cisalhamento simples, que ocorre na intersecção dos canais da matriz. Desse modo, diferentes sistemas de escorregamento podem ser ativados dependendo de fatores como, rota de processamento e tipo da matriz (VALIEV; LANGDON, 2006).

Na Figura 9, observa-se as diferentes rotas de processamento utilizadas ao se processar um tarugo metálico por ECAP.

Figura 9 – Diferentes rotas de processamento por ECAP.

Na rota A, após o primeiro passe, o tarugo retorna à matriz com a mesma orientação. Na rota B_A, após o primeiro passe, o tarugo retorna à matriz rotacionado de 90° e no passe subsequente este deve ser rotacionado -90°. Na rota B_C, após o primeiro passe, o tarugo retorna à matriz sempre rotacionado de 90°. Pela rota C, após o primeiro passe, o tarugo retorna à matriz sempre rotacionado de 180°. Cada rota de processamento influencia na distribuição do tamanho médio de grão e no grau de desorientação encontrado entre eles.

Na Figura 10 são apresentadas possíveis variações na confecção dos canais da matriz. Variando os ângulos ϕ e ψ , o grau de deformação imposta ao material será diferente para cada geometria do canal.

Figura 10 – Possíveis variações nos ângulos ϕ e ψ da matriz

Variando o ângulo do canal da matriz, varia-se a deformação inserida no corpo de prova, Segal (1995 apud NAKASHIMA, 1998, p. 1590), equacionou uma fórmula para calcular essa deformação, que é válida se, o ângulo $\Phi = 2\phi$ e $\Psi = 0$, condição que ocorre quando $\Phi = 90^\circ$ e está relacionada abaixo:

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

Caso a condição não seja atendida é utilizada a fórmula geral, equacionada por Iwahashi et al. (1995 apud NAKASHIMA, 1998, p. 1590):

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

Em ambas as equações temos que, ε_N deformação equivalente de Von Mises após N passes, N é o número de passes, Φ e Ψ ângulos do canal ilustrados pela Figura 10 e como dito anteriormente, $\varphi = \Phi/2$.

Outros fatores que também influenciarão no tamanho médio e na distribuição de tamanho de grãos são a temperatura de processamento, que deve ser menor que 40% da temperatura de fusão do metal (em Kelvin), e a energia de falha de empilhamento (EFE) do metal a ser processado. Metais com EFE mais baixa apresentam uma densidade de discordâncias maior após a deformação e isso irá resultar num tamanho médio de grão menor (VALIEV; LANGDON, 2006).

2.4.1 Propriedades mecânicas de metais processados por DPS

Resistência mecânica e ductilidade são propriedades chave do comportamento mecânico de todos os materiais. Geralmente essas propriedades caminham em direções opostas, um material pode ser dúctil ou resistente, mas raramente ele terá as duas características.

Ao diminuir o tamanho de grão dos metais e ligas, processados por DPS, aumenta-se sua resistência mecânica, mas sua ductilidade é reduzida. Essa redução, no entanto, é menor do que a redução que os metais e ligas processados por métodos convencionais apresentam.

Isso pode ser confirmado através dos estudos de Zhu & Langdon (2004 apud VALIEV & LANGDON, 2006), onde compararam a resistência e o alongamento da liga de alumínio 3004, processada por laminação convencional e por ECAP. Após os dois processamentos, os corpos de prova atingiram resistências mecânicas equivalentes, porém, o processado por ECAP perdeu menos ductilidade, seus resultados estão apresentados na figura 22.

Figura 11 – Gráfico comparativo, alongamento, limite de escoamento e deformação equivalente, da liga de alumínio 3004, processada por laminação e ECAP.

Fonte: VALIEV, R.Z. & LANGDON, T.G., 2006, p. 947, tradução nossa.

Uma nova abordagem do problema da perda de ductilidade foi sugerida e estudada por Wang et al. (2004 apud VALIEV & LANGDON, 2006), a melhoria consiste em introduzir uma distribuição bimodal de tamanhos de grão no metal. Em seu estudo, uma amostra de cobre com grãos nanoestruturados foi obtida a partir do processamento por ECAP juntamente com uma laminação à temperatura abaixo da de liquefação do nitrogênio e subsequentemente a amostra foi aquecida até 450 K (177 °C). Através deste processo, a amostra de cobre apresentou 25% (fração volumétrica) de grãos de tamanho micrométrico dispersos na matriz nanoestruturada. O metal produzido apresentou uma ductilidade extremamente alta sem perder sua alta resistência e teve uma melhora nas propriedades de fadiga.

2.5 Difração de Raios X e Textura

Uma das principais técnicas de caracterização de materiais metálicos e cerâmicos é a difração de raios X, pois, os raios X possuem comprimento de onda de mesma ordem de grandeza das distâncias interatômicas desses materiais.

Pode ser utilizada para análise qualitativa, revelando os elementos ou compostos encontrados na amostra e a estrutura cristalina, ou quantitativa, que pode revelar composição da amostra, tamanho de grão, orientação preferencial (textura), entre outras propriedades.

Os raios X são classificados como ondas eletromagnéticas, diferenciando-se de outras ondas (rádio, luz, raios gamma), basicamente, por sua energia, que varia de 100 eV a 10 MeV e por seu comprimento de onda, que varia de 10 nm a 10 pm (10^{-9} m e 10^{-12} m). São gerados a partir de um tubo constituído de um catodo e um anodo (material que tenha o comprimento de onda desejado), ao aplicar uma diferença de potencial entre esses eletrodos, os elétrons do catodo são acelerados em direção ao anodo, ao colidirem com o anodo interagem de com os elétrons dos átomos desse material gerando, entre outras radiações, os raios X de *bremsstrahlung* e os raios X característicos.

Raios X de *bremsstrahlung*: quando o elétron passa próximo do núcleo do átomo do anodo, devido à interação coulombiana, há uma mudança em sua trajetória e uma desaceleração, conforme vai desacelerando o elétron libera energia (radiação de freamento ou “*bremsstrahlung*”) formando um espectro contínuo.

Raios X característicos: quando o elétron acelerado interage com um átomo do material do anodo, expulsando um elétron de uma camada interna (menos energética), ele gera nesta camada um buraco e um elétron de uma camada externa (mais energética) pode preencher esse buraco liberando energia (raios X). Essa energia corresponde à diferença de energia entre esses dois níveis que corresponde a um valor discreto e característico do elemento.

Para utilização em difração de raios X é necessária a utilização de filtros entre o tubo de raios x e a amostra, a fim de obter-se apenas os raios X característicos e, assim, ter uma fonte monocromática de comprimento de onda bem definido.

O fenômeno da difração de raios X ocorre quando essa radiação monocromática encontra uma série de obstáculos regularmente separados que são capazes de dispersar a onda e possuem espaçamentos comparáveis em magnitude ao comprimento de onda, as ondas dispersas podem somar-se mutuamente em algumas direções e se cancelar em outras. Estas interferências,

criam um padrão de difração dependente das características das estruturas cristalinas encontradas no material, figura 23 (CULLITY, 1978).

Figura 12 – Ilustração de interferências construtiva (acima) e destrutiva (abaixo).

Fonte: CALLISTER JR., W. D. & RETHWISCH, D.G. 2008.

A lei de Bragg relaciona o comprimento de onda dos raios X, o espaçamento interatômico e o ângulo de difração de uma interferência construtiva e é representada pela seguinte equação:

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta \quad (4)$$

Sendo n a ordem da reflexão, que admite qualquer número inteiro, λ o comprimento de onda do raio X utilizado, d_{hkl} a distância de dois planos de átomos adjacentes e paralelos e θ o ângulo incidente sobre os planos.

O espaçamento interplanar (d_{hkl}) é uma função dos índices de Miller (h , k e l), assim como do parâmetro de rede. As relações para todos os sistemas cristalinos estão apresentadas na figura 24.

Figura 13 –Relação entre distância interplanar e parâmetro de rede para os sistemas cristalinos

Cúbico:
$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

Tetragonal:
$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

Hexagonal:
$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$

Romboédrico:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2) \sin^2 \alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)}$$

Ortorrômbico:
$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

Monoclínico:
$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl \cos \beta}{ac} \right)$$

Triclínico:
$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{V^2} (S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2 + 2S_{12}hk + 2S_{23}kl + 2S_{13}hl)$$

Fonte: CULLITY. 1978.

Na figura 25 está ilustrado o funcionamento de um difratômetro, onde o feixe de raios X é emitido e difratado pelos planos paralelos à superfície da amostra, as ondas eletromagnéticas que satisfazem a lei de Bragg, são detectadas por um detector que rotaciona variando um ângulo de 2θ .

Figura 14 – Esquema simplificado de um difratômetro de raios X. T é a fonte de raios x; S é a amostra; C é o detector; e O é o eixo em torno do qual a amostra e o detector rotacionam.

Fonte: CALLISTER JR., W. D. & RETHWISCH, D.G. 2008.

Em cada posição o detector fica parado por um determinado tempo, definido pelo operador, e faz a contagem do sinal. Por fim o equipamento gera uma curva (difratograma) intensidade versus 2θ , que pode apresentar diferentes formatos, figura 26, dependendo o tipo de estrutura do material, orientação preferencial, tamanho de cristalito, entre outros fatores.

Figura 15 – Exemplo de difratograma

Adaptado

Quando se tem um material sólido cristalino os picos são bem definidos, e cada um corresponde a um plano hkl, para identificar os planos de um material é necessário calcular seu fator de estrutura.

Os metais e ligas utilizadas nas mais diversas aplicações conhecidas pela humanidade, na sua maioria, são policristalinos, ou seja, sua microestrutura é composta por uma grande quantidade de grãos e, como visto anteriormente, cada grão do material possui uma orientação cristalográfica diferente da de seu vizinho.

Os grãos desses metais e ligas podem estar arranjados de maneira aleatória ou podem desenvolver uma orientação preferencial, a chamada textura.

Na realidade, é muito comum que os materiais possuam alguma textura, pois, durante os processos de fabricação como laminação, extrusão, trefilação e forjamento os grãos dos materiais se deformam e acabam sofrendo diversas rotações complexas, que tendem a deixar muitos deles agregados em uma orientação preferencial, é a chamada textura de deformação. Um material, com esse tipo de textura, que é tratado termicamente, desenvolve a chamada textura de recristalização ou textura de recozimento, pois a orientação introduzida pela deformação tem influência sobre os fenômenos de nucleação e crescimento dos grãos recristalizados.

Quando os materiais possuem texturas específicas, propriedades físicas específicas são melhoradas, como é o caso dos núcleos de motores elétricos, que seus grãos são orientados com os planos $\{100\}$ paralelos à superfície da chapa, conferindo ao aço melhores propriedades magnéticas, o que não é interessante para chapas que precisam passar por estampagem profunda, para fabricação de embalagens cilíndricas, que tem seus grãos orientados com os planos $\{111\}$ paralelos à superfície da chapa, para que durante a deformação não ocorram trincas no produto final (CULLITY, 1978).

Através da técnica de difração de raios X é possível analisar uma grande quantidade de grãos, de modo a quantificar a textura em uma dada orientação cristalina que é representada pela Função Distribuição de Orientações Cristalinas (FDOC), segundo as coordenadas de Bunge.

As FDOC dão a informação sobre a distribuição das orientações dos cristais, por meio de um plano e uma direção cristalográfica, $\{hkl\}\langle uvw \rangle$, a fração volumétrica de cada orientação presente e a frequência de ocorrência (ou probabilidade de encontrar) as determinadas orientações. Na FDOC a orientação é definida por 3 ângulos de Euler, os quais constituem 3 rotações consecutivas que, aplicadas aos eixos $[100]$, $[010]$ e $[001]$ da célula cristalina do cristal tornam os mesmos coincidentes com os eixos da direção de laminação, da direção transversal e da direção normal, respectivamente, DL, DT e DN, figura 27 (VIANA & PAULA, 2003).

Figura 16 – Definição dos ângulos de Euler (φ_1 , Φ , φ_2) conforme a notação de Bunge

Fonte: REZENDE, 2003, p. 12.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O material estudado neste trabalho é uma superliga à base de níquel, liga 600 (72%Ni, 14–17%Cr e 6–10%Fe), recebida na forma de barras cilíndricas cujo diâmetro é de 8 mm, fornecidas pela empresa Multialloy.

Inicialmente foi realizada análise microestrutural por Microscopia Óptica (MO) e posteriormente foram obtidos dados por microdureza Vickers no material conforme recebido, a fim de conhecer suas propriedades antes de qualquer tratamento ou processamento.

As barras cilíndricas foram seccionadas no comprimento de 150 mm e então, usinadas a fim de adequar as dimensões do material para o processamento por ECAP (6x6 mm de secção transversal), em fresadora universal KFF 30 da Kone do Laboratório de Processamento de Pós do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN).

Em seguida foram submetidas à um tratamento térmico de solubilização e novamente realizadas análises por MO e microdureza Vickers.

Foram obtidas amostras com comprimento final de 25 mm (Figura 17) através do corte das barras solubilizadas utilizando-se da cortadeira de precisão ISOMET 2000, Buehler, do Laboratório de Ensaios Mecânicos do IPEN.

Figura 17 – Corpo de prova após usinagem e solubilização.

O processamento por ECAP foi realizado em uma matriz bipartida, fabricada em aço ferramenta D2, com 2 canais retangulares, de 6x6 mm, cujos ângulos, Φ e Ψ , são de 120° e 0° respectivamente, e para que o atrito entre o corpo de prova e os canais fosse minimizado durante as prensagens, foi utilizada uma graxa a base de cobre. O punção utilizado na prensagem também foi fabricado em aço ferramenta D2, de maneira que o encaixe na matriz tivesse uma pequena folga. Durante o processamento das amostras, os punções de aço ferramenta D2 foram

substituídos após diversas falhas por punções de aço ferramenta D6. As partes da matriz são unidas por parafusos de aço capazes de suportar os esforços desenvolvidos no processo e a dureza final da matriz é de 62 HRC. A matriz, o punção e um corpo de prova posicionado para a realização da prensagem podem ser observados na Figura 18.

Figura 18 – Matriz e punção

As amostras foram processadas a temperatura ambiente, em uma prensa hidráulica, localizada no Laboratório de Processamento de Pós do IPEN.

Cada amostra (corpo de prova) foi inserida na matriz aberta, que depois era fechada com o auxílio de parafusos. O punção então era posicionado no canal e o conjunto foi colocado na prensa que exercia a força diretamente no punção fazendo o corpo de prova a passar pelo canal angular. O controle de descida da coluna foi feito manualmente até que a amostra fosse totalmente deformada e, após cada passe de deformação, a matriz era aberta novamente para retirada do corpo de prova. Para os passes subsequentes era necessário lixar as amostras afim de eliminar imperfeições geradas pelo processo, antes de retornar à matriz.

Durante o processamento alguns punções não suportaram a força exercida pela máquina e fraturaram. Foi necessário confeccionar novos punções e, para minimizar o problema de fratura, o comprimento destes foi reduzido, fazendo com que no estágio final da prensagem o punção estivesse completamente inserido na matriz.

As etapas experimentais deste trabalho estão descritas no fluxograma da Figura 19.

Figura 19 – Fluxograma do procedimento experimental

3.1 Tratamentos térmicos

Os tratamentos térmicos foram conduzidos em forno tubular, localizado no Laboratório de Metalurgia do Pó do IPEN.

O primeiro tratamento térmico foi o de solubilização, realizado no material como recebido à temperatura de 1200 °C por 6h, seguido de resfriamento rápido. Teve por finalidade solubilizar todos os elementos de liga e, devido ao longo tempo de tratamento, permitir o crescimento de grão, facilitando assim a prensagem da liga.

O segundo tratamento térmico também foi de recozimento, realizado após processamento por ECAP nas amostras de 1, 3 e 5 passes (Rotas A e B_C) à temperaturas de 250 °C, 450 °C e 600 °C por 1h. Esse tratamento teve a

finalidade de prover estruturas de grãos recuperados e/ou recristalizados para posterior análise.

3.2 Caracterização microestrutural e mecânica

As caracterizações microestruturais e mecânicas da liga de níquel 600 foram realizados por MO, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Eletrônica de Transmissão MET, ensaio de microdureza Vickers, difração de raios X (textura) e EBSD.

3.2.1 Microscopia óptica

As observações e documentação fotomicrográfica dos corpos de prova foram feitas em microscópio óptico OLYMPUS modelo BX51M, com câmera acoplada, do Laboratório de Corrosão e Proteção (LCP) do IPT.

Para as análises de MO, as amostras foram seccionadas, na ISOMET 2000, de maneira a permitir a observação das direções longitudinal, transversal e normal de acordo com a Figura 20.

Figura 20 – Referencial das secções

Em seguida, foram executados os procedimentos usuais de preparação metalográfica, que consistiram no embutimento da amostra, lixamento mecânico, polimento e para revelar a microestrutura do material também foram feitos diferentes ataques químicos.

Para todas as amostras foi utilizado o reagente *Marble* (10 g CuSO_4 , 50 mL HCl e 50 mL H_2O), por um tempo de 5 segundos.

3.2.2 Microscopia eletrônica de varredura

Para as análises de microscopia eletrônica de varredura foi utilizado MEV, modelo JSM-6701F, marca Jeol, do Laboratório de Microscopia e Microanálise (LMM) do IPEN.

As amostras iniciais, conforme recebidas, foram submetidas à microanálise por *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS), ou espectroscopia de energia dispersiva, para isso foram preparadas metalograficamente sem ataque químico, de modo a não provocar alteração nas medidas, e seu contato com a base do MEV foi feito com fita de carbono. Para obtenção das imagens e foi feito o ataque químico (*Marble*) e também um recobrimento com ouro, além da fita de carbono utilizada na fixação.

Para as análises de EBSD foi utilizado MEV, modelo FEG Inspect 50, com câmera EDAX, marca FEI do Laboratório de microscopia eletrônica e de força atômica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP).

3.2.3 Microscopia eletrônica de transmissão

Para as análises por MET, inicialmente, alguns corpos de prova foram selecionados e cortados de maneira que cada amostra tivesse 300 μm de espessura. As amostras foram então cortadas, por eletroerosão, no formato de discos de 2,3 mm de diâmetro e lixadas até uma espessura próxima de 100 μm . Em seguida cada disco passou por um processo de polimento eletrolítico realizado com solução de 10% ácido perclórico + 90% etanol e ddp de 35V utilizando-se equipamento de jato eletrolítico duplo, Tenupol 5, que perfurou o centro da amostra, reduzindo ainda mais sua espessura (nas proximidades do furo). As amostras foram observadas em microscópio eletrônico de transmissão, modelo JEM2100 da JEOL, com tensão de aceleração de 200kV, localizado no CCTM/IPEN.

3.2.4 Microdureza Vickers

Para os ensaios de microdureza Vickers, foi utilizado o microdurômetro Micromet 2103 da Buehler, do LCP do IPT.

Todas as amostras foram embutidas e lixadas para viabilizar as medidas de dureza. Foram tomadas 25 medidas, com carga de 1 Kg por 15 s, em regiões aleatórias da secção transversal de cada amostra, de maneira que as impressões ficassem suficientemente espaçadas (não interferindo mutuamente) e afastadas das bordas.

3.2.5 EBSD

Para as análise de EBSD foi utilizado o Microscópio eletrônico de varredura FEI Quanta 450 FEG equipado com câmera e software TSL para determinar a microestrutura dos materiais usando a técnica EBSD do Laboratório de Microscopia Eletrônica e de Força Atômica da Escola Politécnica da USP.

As amostras de 5 passes processadas pelas rotas A e B_C foram embutidas, lixadas a partir da lixa 1200 até ficarem planas em lixadeira automática, com 200 rpm de velocidade, 25 N de força, por 6 minutos, depois polidas em politriz automática com pasta de diamante de granulometria 3 µm e 1 µm, com 150 rpm de velocidade e 25 N de força por 6 minutos e, por fim, utilizou-se a politriz Minimet com sílica coloidal 0,02 µm, com velocidade 35 e 25 N de força por 2 horas.

3.2.6 Difração de raios x (textura)

Para as análises de textura foi utilizado um goniômetro automático de textura acoplado a um difratômetro Rigaku modelo DMAX-2000 instalado no Laboratório de Difração de Raios X, no Centro de Ciência e Tecnologia dos Materiais (CCTM) do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN) equipado com tubo de anodo de cromo.

Foram analisados os planos {111}, {200} e {220}, devido à estrutura CFC do material, na direção normal à secção transversal, por ser a direção de

deformação. Utilizou-se amostras, com 1 passe de deformação, 3 passes de deformação (rota A e rota B_C), 5 passes de deformação (rota A e rota B_C) e 3 passes de deformação (rota A e rota B_C) recozidas à 250 °C, 450 °C e 600 °C por 1h.

A partir dos dados obtidos, foi utilizado o Programa Análise de Textura (PAT), software desenvolvido pelo Dr. Nelson Batista de Lima e Eguiberto Galego, para gerar as figuras de polo, que, depois de “corrigidas” pelo software, originaram as FDOC, possibilitando a análise da textura.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Microscopia óptica

Nas Figura 21 e Figura 22, são apresentadas, as micrografias, das direções longitudinal (DL) e transversal (DT), da liga 600 como recebida.

Figura 21 – Liga 600 como recebida (DL)

Nas micrografias de menor aumento, observa-se uma microestrutura deformada, com grãos alongados. Já na micrografia de maior aumento é possível ver alguns contornos de grão com maior clareza e também uma partícula que não faz parte da matriz, uma inclusão (seta vermelha), além de alguns pontos pretos que são inclusões arrancadas, ou pelo processo de lixamento e polimento ou pelo ataque.

Figura 22 – Liga 600 como recebida (DT)

Nas micrografias de menor aumento, a deformação é menos aparente e o que se observa é uma microestrutura com grãos equiaxiais. Já na micrografia de maior aumento, como na Figura 21, é possível ver claramente os contornos de grão, mais uma inclusão (seta vermelha), e também mais inclusões arrancadas.

Nas Figura 23 e Figura 24, são apresentadas micrografias (DL e DT), da liga 600 após o tratamento térmico de solubilização.

Figura 23 – Liga 600 após solubilização (DL)

Figura 24 – Liga 600 após solubilização (DT)

Em ambas observa-se uma microestrutura composta de grãos equiaxiais e bem maiores que vistos no material como recebido, isentos de deformação e com a presença de maclas de recozimento, ou seja, uma estrutura completamente recristalizada onde também ocorreu o crescimento de grão. A obtenção deste tipo de estrutura era o objetivo do tratamento térmico.

Nas Figura 25, Figura 26 e Figura 27 são apresentadas micrografias, das direções longitudinal (DL), normal (DN) e transversal (DT), da liga 600 após o primeiro passe de deformação por ECAP.

Figura 25 – Liga 600 após 1 passe de deformação (DL)

Figura 26 – Liga 600 após 1 passe de deformação (DN)

Figura 27 – Liga 600 após 1 passe de deformação (DT)

Na Figura 25, além da presença de características observadas na microestrutura recristalizada, é possível observar linhas de escorregamento (também chamadas de linhas de deformação) uma característica presente em metais de baixa energia de falha de empilhamento (EFE) deformados a frio. Já nas Figura 26 e Figura 27 a microestrutura recristalizada ainda predomina, não havendo indícios de deformação.

Nas Figura 28, Figura 29 e Figura 30 são apresentadas micrografias, (DL, DN e DT), da liga 600 após 3 passes de deformação utilizando a Rota A.

Figura 28 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota A) (DL)

Figura 29 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota A) (DN)

Figura 30 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota A) (DT)

Nas três figuras é possível observar uma microestrutura deformada, com forte presença de linhas de escorregamento. Na Figura 29, os contornos de grão são observados com maior clareza, favorecendo assim, a visualização de estruturas como bandas de deformação e bandas de transição no interior dos grãos.

Nas Figura 31,

Figura 32 e Figura 33 são apresentadas micrografias, (DL, DN e DT), da liga 600 após 5 passes de deformação utilizando a rota A.

Figura 31 – Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota A) (DL)

Figura 32 – Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota A) (DN)

Figura 33 – Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota A) (DT)

Nas três figuras é possível observar uma microestrutura deformada, com forte presença de linhas de escorregamento. Em todas as figuras observa-se um grau de deformação maior que nas figuras referentes à 3 passes de deformação e, além das bandas de deformação e bandas de transição, pode-se observar bandas de cisalhamento.

Nas Figura 34,

Figura 35 e Figura 36 são apresentadas micrografias, (DL, DN e DT), da liga 600 após 3 passes de deformação por ECAP utilizando a Rota B_C.

Figura 34 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota B_C) (DL)

Figura 35 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota B_C) (DN)

Figura 36 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota B_C) (DT)

Nas três figuras é possível observar uma microestrutura deformada, com forte presença de linhas de escorregamento. A mudança na rota de processamento altera os planos de escorregamento que são ativados durante a deformação e, por consequência, é possível observar uma grande diferença ao compará-las com as amostras de 3 passes processadas pela Rota A. É possível

observar em todas as figuras bandas de deformação, bandas de transição e bandas de cisalhamento.

Nas Figura 37, Figura 38 e Figura 39 são apresentadas micrografias, (DL, DN e DT), da liga 600 após 5 passes de deformação por ECAP utilizando a Rota B_C.

Figura 37– Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota B_C) (DL)

Figura 38 – Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota B_C) (DN)

Figura 39 – Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota B_C) (DT)

Nas três figuras é possível observar uma microestrutura deformada, com forte presença de linhas de escorregamento. A mudança na rota de processamento altera o planos de escorregamento que são ativados durante a deformação e, por consequência, é possível observar uma grande diferença ao compara-las com as amostras de 3 passes processadas pela Rota A. É possível observar em todas as figuras bandas de deformação, bandas de transição e bandas de cisalhamento.

Nas figuras 40 a 48 observa-se as vistas longitudinal, normal e transversal da amostra de 1 passe recozida a 250 °C, 450 °C e 600 °C. Pode-se observar, na

maioria das figuras, grãos pouco deformados, característica de 1 passe de deformação, também observa-se que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Nas figuras 60 e 61 grãos sem deformação aparente, forte indicativo de ocorrência de recristalização secundária.

Figura 40 – 1 passe recozida a 250 °C longitudinal

Grãos pouco deformados, característica de 1 passe de deformação. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 41 – 1 passe recozida a 250 °C normal

Grãos pouco deformados, característica de 1 passe de deformação. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 42 – 1 passe recozida a 250 °C transversal

Grãos pouco deformados, característica de 1 passe de deformação. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 43 – 1 passe recozida a 450 °C longitudinal

Grãos pouco deformados, característica de 1 passe de deformação. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 44 – 1 passe recozida a 450 °C normal

Grãos pouco deformados, característica de 1 passe de deformação. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 45 – 1 passe recozida a 450 °C transversal

Grãos sem deformação aparente, possível ocorrência de recristalização secundária. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 46 – 1 passe recozida a 600 °C longitudinal

Grãos sem deformação aparente, possível ocorrência de recristalização secundária. Ataque com reagente *Marble*

Figura 47 – 1 passe recozida a 600 °C normal

Grãos pouco deformados, característica de 1 passe de deformação. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 48 – 1 passe recozida a 600 °C transversal

Grãos pouco deformados, característica de 1 passe de deformação. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Nas figuras 49 a 57 observa-se as vistas longitudinal, normal e transversal das amostras de 3 passes rota A recozidas a 250 °C, 450 °C e 600 °C. Observa-se grãos deformados, semelhantes às 3 passes rota A deformadas, também observa-se que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura.

Figura 49 – 3 passes recozida a 250 °C longitudinal

Grãos deformados, semelhantes à outra amostra de 3 passes analisada. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 50 – 3 passes recozida a 250 °C normal

Grãos deformados, semelhantes à outra amostra de 3 passes analisada. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 51 – 3 passes recozida a 250 °C transversal

Grãos deformados, semelhantes à outra amostra de 3 passes analisada. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 52 – 3 passes recozida a 450 °C longitudinal

Grãos deformados, semelhantes à outra amostra de 3 passes analisada. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 53 – 3 passes recozida a 450 °C normal

Grãos deformados, semelhantes à outra amostra de 3 passes analisada. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 54 – 3 passes recozida a 450 °C transversal

Grãos deformados, semelhantes à outra amostra de 3 passes analisada. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 55 – 3 passes recozida a 600 °C longitudinal

Grãos deformados, semelhantes à outra amostra de 3 passes analisada. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 56 – 3 passes recozida a 600 °C normal

Grãos deformados, semelhantes à outra amostra de 3 passes analisada. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

Figura 57 – 3 passes recozida a 600 °C transversal

Grãos deformados, semelhantes à outra amostra de 3 passes analisada. Pode-se observar que o tratamento térmico teve pouco ou nenhum efeito com relação a aparência da microestrutura. Ataque com reagente *Marble*.

4.2 Microscopia eletrônica de varredura

Na Figura 58 observa-se a microestrutura da liga 600 após de 3 passes de deformação pela Rota A na direção longitudinal.

Figura 58 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota A) (DL)

Observa-se que, a deformação está ativando diferentes sistemas de escorregamento no interior dos grãos do material, por isso pode-se ver linhas de escorregamento interceptando-se.

Na Figura 58 é apresentada a microestrutura da DN da amostra de 3 passes de deformação pela Rota A.

Figura 59 – Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota A) (DN)

É possível observar em detalhe um grão que possui, em seu interior, uma quantidade considerável de bandas de deformação.

Na Figura 60 observa-se a microestrutura da liga 600 após 5 passes de deformação na rota A na direção longitudinal.

Figura 60 - Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota A) (DL)

Como nas imagens obtidas por microscopia óptica, observa-se uma microestrutura típica de material deformado, com a presença de bandas de deformação, transição e cisalhamento. Não foi identificada a presença de trincas na região analisada, porém, é possível identificar vazios deixados por precipitados que foram arrancados durante a preparação metalográfica.

Nas Figura 61 e Figura 62 observam-se regiões da microestrutura da liga 600 após 5 passes de deformação na rota A nas direções normal e transversal.

Figura 61 - Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota A) (DN)

Figura 62 - Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota A) (DT)

Nessas figuras observa-se que, nas diferentes secções do material, elementos como deformação, ausência de tricas, vazios deixados por precipitados arrancados também estão presentes.

Na Figura 63 observa-se a microestrutura da liga 600 após 3 passes de deformação na rota B_C na direção longitudinal.

Figura 63 - Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota B_C) (DL)

Como nas imagens obtidas por microscopia óptica, observa-se uma microestrutura típica de material deformado, com a presença de bandas de deformação, transição e cisalhamento. Não foi identificada a presença de trincas na região analisada, porém, é possível identificar vazios deixados por precipitados que foram arrancados durante a preparação metalográfica.

Nas Figura 64 e Figura 65 observam-se regiões da microestrutura da liga 600 após 3 passes de deformação na rota B_C nas direções normal e transversal.

Figura 64 - Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota B_C) (DN)

Figura 65 - Liga 600 após 3 passes de deformação (Rota B_C) (DT)

Observa-se que, nas diferentes secções do material, elementos como deformação, ausência de tricas, vazios deixados por precipitados arrancados também estão presentes.

Na Figura 66 observa-se a microestrutura da liga 600 após 5 passes de deformação na rota B_C na direção longitudinal.

Figura 66 - Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota B_C) (DL)

Como nas imagens obtidas por microscopia óptica, observa-se uma microestrutura típica de material deformado, com a presença de bandas de deformação, transição e cisalhamento. Não foi identificada a presença de trincas na região analisada, porém, é possível identificar vazios deixados por precipitados que foram arrancados durante a preparação metalográfica.

Nas Figura 67 e Figura 68 observam-se regiões da microestrutura da liga 600 após 5 passes de deformação na rota B_C nas direções normal e transversal.

Figura 67 - Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota B_C) (DN)

Figura 68 - Liga 600 após 5 passes de deformação (Rota B_C) (DT)

Observa-se que, nas diferentes secções do material, elementos como deformação, ausência de tricas, vazios deixados por precipitados arrancados também estão presentes.

Comparando as imagens de microscopia ótica e de microscopia eletrônica de varredura do material deformado, observa-se pouca diferença entre as microestruturas impossibilitando a distinção clara da influência que cada rota exerce na formação de grãos ultrafinos.

4.3 EBSD

Dentre a variedade de informações que podem ser adquiridas por meio da técnica de EBSD, serão observadas a orientação cristalográfica e a distribuição dos ângulos de desorientação.

Para identificação da orientação cristalográfica utiliza-se a um mapa de cores onde todas as direções cristalográficas possíveis estão representadas, sendo que cada cor corresponde à uma direção distinta.

Na Figura 69 observa-se o Mapa de cores representado na figura de polo inversa [001].

Figura 69 – Mapa de cores representado na figura de polo inversa [001]

Antes de observar os resultados do EBSD, é preciso entender que nem todos os pontos das amostras analisadas foram indexados, isso se dá pois nem algumas regiões do material não são capazes de difratar os elétrons de maneira que o detector consiga identificar o plano ao qual este pertence, por isso, é possível ver diversos pontos estranhos na imagem obtida, isso se deve a diversos fatores, como, por exemplo, o grau de deformação das amostras.

Na Figura 70 observa-se as orientações cristalográficas da amostra de 5 passes processada pela rota A obtidas pela técnica de EBSD.

Figura 70 – Orientações cristalográficas da amostra de 5 passes rota A.

É possível observar que as regiões de orientação cristalográfica similar, estão representadas com a mesma cor no mapa, e pelo código de cores da figura de polo inversa, pode-se verificar quais são essas orientações. Outra observação é que essas regiões estão distribuídas pela amostra de maneira alongada. É possível verificar com mais clareza também o tamanho das regiões que foram formadas, que apesar de alongadas são finas da ordem de poucos micrometros.

Na Figura 71 observa-se as orientações cristalográficas da amostra de 5 passes processada pela rota B_C obtidas pela técnica de EBSD.

Figura 71 - Orientações cristalográficas da amostra de 5 passes rota B_C.

É possível observar que, as regiões de orientação cristalográfica similar, estão representadas com a mesma cor no mapa, e pelo código de cores da figura de polo inversa, pode-se verificar quais são essas orientações e diferentemente da imagem obtida para amostra da rota A as regiões tem um formato poligonal, ou seja, a rota de processamento definirá o tipo de grãos que serão obtidos após o processamento. É possível verificar com mais clareza também o tamanho das regiões que foram formadas, que é da ordem de poucos micrometros.

A quantidade de contornos de alto ângulo formados pelo processamento também é uma informação relevante. Nas Figura 72 e Figura 73 observam-se as frações de contornos de baixo e alto ângulo formados nas amostras de 5 passes, rota A e B_C, respectivamente.

Figura 72 – Fração de contornos formados na amostra de 5 passes rota A.

De maneira quantitativa, é possível observar que pouco mais de 16% dos contornos formados são de baixo ângulo (até 15°) e o restante são contornos de alto ângulo.

Figura 73 – Fração de contornos formados na amostra de 5 passes rota A.

Quantitativamente, é possível observar que pouco mais de 10% dos contornos formados são de baixo ângulo (até 15°) e o restante são contornos de alto ângulo.

Isso implica dizer que o processamento pela rota B_C é mais eficaz na produção de grãos com contornos de alto ângulo.

4.4 Microscopia eletrônica de transmissão

Com a técnica de microscopia eletrônica de varredura não foi possível uma clara distinção na forma que cada rota de processamento altera a microestrutura do material, portanto, foi utilizada a técnica de microscopia eletrônica de transmissão para identificar essas diferenças.

Na Figura 74 são apresentadas micrografias na DT da liga 600 após 1 passe de deformação.

Figura 74 – Liga 600 após 1 passe de deformação

Em (a), tem-se a micrografia com menor aumento, na qual se observa uma subestrutura de discordâncias arranjadas na forma de uma rede de células (subestrutura não-desorientada), em (b), tem-se um maior aumento onde as discordâncias parecem estar distribuídas ao acaso e em (c), uma micrografia de alta resolução na qual é possível observar planos atômicos.

Na Figura 75 são apresentadas micrografias na DT da liga 600 após 3 passes de deformação utilizando a Rota A.

Figura 75 – Liga 600 (MET) após 3 passes de deformação (Rota A)

Em todas as micrografias é possível observar que, com o aumento no número de passes de deformação, a subestrutura de discordâncias sofreu uma transformação, evidenciada a presença de microbandas (subestrutura desorientada).

Na Figura 76, são apresentadas micrografias na DT da liga 600 após 5 passes de deformação utilizando a Rota A.

Figura 76 – Liga 600 (MET) após 5 passes de deformação (Rota A)

Em todas as micrografias é possível observar que, com o aumento no número de passes de deformação, a subestrutura de discordâncias se manteve a mesma que a da amostra de 3 passes, com a presença de microbandas (subestrutura desorientada).

Na Figura 77, são apresentadas micrografias na DT da liga 600 após 3 passes de deformação utilizando a Rota B_C.

Figura 77 – Liga 600 (MET) após 3 passes de deformação (Rota B_C)

Em (a) tem-se a micrografia com menor aumento, e nela observa-se que a alteração na rota de deformação influenciou diretamente na estrutura obtida, pois, apesar da subestrutura de microbandas estar presente, ela não é mais predominante, observa-se a formação de uma subestrutura celular de discordâncias (desorientada), evidenciada em (b), com maior aumento, onde já é possível verificar a formação de grãos ultrafinos, alguns dos quais não apresentam discordâncias em seu interior. Em (c) uma análise da região com presença de microbandas ainda mais finas que as apresentadas nas micrografias de 3 passes pela Rota A.

Na Figura 78, são apresentadas micrografias na DT da liga 600 após 5 passes de deformação utilizando a Rota B_C.

Figura 78 – Liga 600 (MET) após 5 passes de deformação (Rota B_C)

Em (a) tem-se a micrografia com menor aumento, e nela observa-se que, com o aumento no número de passes de deformação, a subestrutura de discordâncias formada não apresenta mais microbandas, apresentando apenas a subestrutura celular de discordâncias (desorientada). Em (b) e (c), com maior aumento, são observadas formações de grãos ultrafinos, alguns com presença de discordâncias em seu interior enquanto outros não.

4.5 Microdureza Vickers

Na Tabela 2 são apresentados os resultados de dureza Vickers (e de desvio padrão) das amostras em seus diferentes estados de processamento.

Também é possível acompanhar a evolução da dureza após cada processamento no gráfico da Figura 79.

Tabela 2 – Resultados de dureza	
Estado	Dureza Vickers (HV1)
Como Recebido	302 ± 5
Solubilizado	150 ± 7
1 passe	332 ± 14
3 passes (Rota A)	388 ± 18
3 passes (Rota B _c)	391 ± 1
5 passes (Rota A)	390 ± 22
5 passes (Rota B _c)	394 ± 1

Figura 79 – Valores de dureza obtidos após cada processamento

O objetivo do tratamento de solubilização foi de diminuir a dureza do material como recebido, facilitando o processamento por ECAP.

O incremento na dureza, após o primeiro passe, é justificado pelo encruamento do material. Observa-se que, apesar de ambas as rotas de processamento atingirem valores médios de dureza próximos, o processamento pela rota B_c apresentou uma menor variação que a apresentada na rota A e isso

é válido tanto para as amostras de 3 passes quanto para as amostras de 5 passes de deformação.

Também se observa que a dureza da liga sofreu pouca variação após o aumento no número de passes (de 3 para 5) em ambas as rotas. Isso ocorre, pois durante esta etapa, aumenta-se o grau de deformação da liga, que levará à formação de diferentes subestruturas de discordâncias que evoluirão para uma estrutura de grãos ultrafinos.

4.6 Difração de raios X e textura

As secções da FDOC mais importantes de serem analisadas para metais de estrutura cristalina CFC são as de $\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$ e, além disso, as regiões delimitadas em vermelho são as mais importantes, pois mostram a maior frequência de ocorrência. Utilizando o software PAT, quando o cursor do mouse é colocado na região que se deseja analisar, ele retorna os valores dos ângulos de Euler, e assim, com o auxílio de ábacos específicos, é possível dizer qual a posição espacial dos cristais da amostra.

Para o estudo de textura do material deste trabalho foram utilizadas a amostra solubilizada, a de 3 passes (rota A e B_C) sem tratamento térmico, 5 passes (rota A e B_C) sem tratamento térmico e 3 passes (rota A e B_C) tratadas termicamente à 200 °C, 450 °C e 600 °C.

Para amostra solubilizada foi realizada análise de textura, no entanto, devido a sua microestrutura ser composta por grãos grosseiros, a difração de raios X não pôde identificar textura.

Para a amostra de 1 passe sem tratamento térmico as regiões vermelhas apareceram em $\varphi_1 = 90^\circ$, $\Phi = 45^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_1 = 0^\circ$, $\Phi = 90^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$, com frequência 8,8 vezes maior que a aleatória e ambas com textura correspondente aos planos e direções $\{110\}\langle 110 \rangle$. As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 80, onde RD significa Rolling Direction, direção de laminação e TD, Transversal Direction, direção transversal.

Figura 80 - Figuras de polo e FDOC da amostra de 1 passe

Para a amostra de 3 passes processada pela rota A sem tratamento térmico as regiões vermelhas apareceram em $\varphi_1 = 90^\circ$, $\Phi = 45^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_1 = 0^\circ$, $\Phi = 90^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$, com frequência 7,5 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos e direções $\{110\}\langle 110 \rangle$; e $\varphi_1 = 0^\circ$, $\Phi = 35^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$, frequência 7,5 vezes maior que a aleatória e textura corresponde aos planos e direções $\{112\}\langle 110 \rangle$. As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 81, onde RD significa Rolling Direction, direção de laminação e TD, Transversal Direction, direção transversal.

Figura 81 – Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes rota A sem tratamento térmico

Para a amostra de 5 passes processada pela rota A sem tratamento térmico as regiões vermelhas apareceram em $\varphi_1 = 90^\circ$, $\Phi = 45^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$, com frequência 7,7 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos e direções $\{110\}\langle 110 \rangle$; em $\varphi_1 = 0^\circ$, $\Phi = 55^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ e em $\varphi_1 = 60^\circ$, $\Phi = 55^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$, com frequência 8,7 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos e direções $\{111\}\langle 110 \rangle$. As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 82, onde RD significa Rolling Direction, direção de laminação e TD, Transversal Direction, direção transversal.

Figura 82 - Figuras de polo e FDOC da amostra de 5 passes rota A sem tratamento térmico

Esses dados permitem concluir que a rota A tende a formar texturas referentes aos planos e direções $\{111\}\langle 110 \rangle$ e, apesar da formação de uma textura referente aos planos e direções $\{112\}\langle 110 \rangle$ na amostra de 3 passes, ela desapareceu na amostra de 5 passes.

Para a amostra de 3 passes processada pela rota B_C sem tratamento térmico as regiões vermelhas apareceram em $\varphi_1 = 90^\circ$, $\Phi = 25^\circ$ e 65° , $\varphi_2 = 0^\circ$ com frequência 6,1 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos e direções $\{102\}\langle 201 \rangle$, em $\varphi_1 = 90^\circ$, $\Phi = 45^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ com frequência 5,8 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos e direções $\{110\}\langle 110 \rangle$ e $\varphi_1 = 0^\circ$, $\Phi = 35^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$, com frequência 6,8 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos e direções $\{112\}\langle 110 \rangle$. As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 83, onde RD significa Rolling Direction, direção de laminação e TD, Transversal Direction, direção transversal.

Figura 83 - Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes rota B_C sem tratamento térmico

Para a amostra de 5 passes processada pela rota B_C sem tratamento térmico as regiões vermelhas apareceram em $\varphi_1 = 45^\circ$, $\Phi = 90^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ com frequência 8 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos e direções $\{100\}\langle 110 \rangle$; $\varphi_1 = 0^\circ$, $\Phi = 35^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$, com frequência 9,2 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos e direções $\{112\}\langle 110 \rangle$; e $\varphi_1 = 60^\circ$, $\Phi = 55^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$, com frequência 8 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos e direções $\{111\}\langle 110 \rangle$. As figuras de polo e a FDOC

para essa amostra podem ser observadas na Figura 84, onde RD significa Rolling Direction, direção de laminação e TD, Transversal Direction, direção transversal.

Figura 84 - Figuras de polo e FDOC da amostra de 5 passes rota B_C sem tratamento térmico

Esses dados permitem concluir que a rota B_C tende a formar texturas referentes aos planos e direções $\{112\}\langle 110 \rangle$ e, apesar da formação de outras texturas.

Para a amostra de 3 passes rota A recozida a 250 °C a região vermelha apareceu em $\varphi_1 = 10^\circ$, $\Phi = 25^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ com frequência 6 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos da família $\{102\}$. Neste caso em particular não foi possível identificar a direção, visto que, os ábacos utilizados não listam este ponto específico. Em $\varphi_1 = 0^\circ$, $\Phi = 35^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ com frequência 7 vezes maior que a aleatória e foi identificada textura correspondente aos planos e direções $\{112\}\langle 110 \rangle$. As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 85.

Figura 85 – Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes rota A 250 °C

Para a amostra de 3 passes rota A recozida a 450 °C a região vermelha apareceu em $\varphi_1 = 0^\circ$, $\Phi = 35^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ com frequência 8,3 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos e direções $\{112\}\langle 110 \rangle$. As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 86.

Figura 86 – Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes rota A 450 °C

Para a amostra de 3 passes rota A recozida a 600 °C a região vermelha apareceu em $\varphi_1 = 90^\circ$, $\Phi = 20^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ com frequência de 7,7 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos e direções $\{114\}\langle 221 \rangle$. As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 87.

Figura 87 – Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes rota A 600 °C

Esses dados permitem concluir que, após os tratamentos térmicos feitos à 250 °C e 450 °C, as texturas referentes aos planos e direções $\{110\}\langle 110 \rangle$ desapareceram enquanto a textura referente aos planos e direções $\{112\}\langle 110 \rangle$ foram mantidas, que desapareceu após o tratamento térmico de 600 °C e formando uma nova textura referente aos planos e direções $\{114\}\langle 221 \rangle$.

Para a amostra de 3 passes rota B_C recozida a 250 °C a região vermelha apareceu em $\varphi_1 = 90^\circ$, $\Phi = 45^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_1 = 0^\circ$, $\Phi = 90^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ com frequência 7,3 vezes maior que a aleatória, ambas com textura correspondente aos planos da família $\{110\}\langle 110 \rangle$. As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 88.

Figura 88 - Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes rota B_C 250 °C

Para a amostra de 3 passes rota B_C recozida a 450 °C a região vermelha apareceu em $\varphi_1 = 90^\circ$, $\Phi = 45^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$ com frequência 7,7 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos da família $\{110\}\langle 110 \rangle$; e também para $\varphi_1 = 45^\circ$, $\Phi = 90^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$, $\varphi_1 = 0^\circ$, $\Phi = 0^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ e $\varphi_1 = 0^\circ$, $\Phi = 90^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ todas com frequência 7,9 vezes maior que a aleatória e textura correspondente aos planos da família $\{100\}\langle 110 \rangle$. As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 89.

Figura 89 - Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes rota B_C 450 °C

Para a amostra de 3 passes rota B_C recozida a 600 °C a região vermelha apareceu em $\varphi_1 = 0^\circ$, $\Phi = 55^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ e $\varphi_1 = 60^\circ$, $\Phi = 55^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ com frequência 8,8 vezes maior que a aleatória, ambas com textura correspondente aos planos da família $\{111\}\langle 110 \rangle$. As figuras de polo e a FDOC para essa amostra podem ser observadas na Figura 90.

Figura 90 - Figuras de polo e FDOC da amostra de 3 passes rota B_C 600 °C

Esses dados permitem concluir que, após os tratamentos térmicos feitos à 250 °C, 450 °C e 600 °C, as texturas referentes aos planos e direções $\{102\}\langle 201 \rangle$ desapareceram, as texturas referentes aos planos e direções $\{112\}\langle 110 \rangle$ diminuíram sua frequência de ocorrência e foram formadas novas texturas nos planos e direções $\{110\}\langle 110 \rangle$ para as amostras de 250 °C e 450 °C, $\{100\}\langle 110 \rangle$ para as amostras de 450 °C e $\{111\}\langle 110 \rangle$ para as amostras de 450 °C e 600 °C.

5 CONCLUSÕES

Em relação ao processamento por ECAP:

- a) Após a deformação da liga 600 solubilizada, observou-se uma mudança na microestrutura, a amostra solubilizada possuía grãos grosseiros e apresentava maclas de recozimento e, após o primeiro passe notou-se formação de estruturas de deformação com o aparecimento de linhas de escorregamento e após o terceiro passe são observadas bandas de deformação e de transição. Também foram observadas diferentes subestruturas de discordâncias formadas pelas diferentes rotas de processamento como estruturas celulares e microbandas.
- b) A microdureza da liga sofreu um incremento à medida que novos passes foram feitos, fenômeno que pode ser correlacionado com o aumento da resistência mecânica da liga. Além disso, observou-se que pela rota B_C os valores de microdureza são mais homogêneos do que os encontrados pela rota A
- c) À partir das análises de EBSD foi possível concluir que a rota B_C produziu grão mais equiaxiais e também uma quantidade maior de grãos com contornos de alto ângulo, enquanto a rota A produziu grãos mais alongados e uma menor quantidade de grãos com contornos de alto ângulo.
- d) A análise, por difração de raios X, das amostra deformadas pela rota A, sem tratamento térmico, evidenciou que uma tendência de formação de textura associada aos planos e direções $\{111\}<110>$, enquanto as amostras deformadas pela rota B_C tende a formar texturas referentes aos planos e direções $\{112\}<110>$ apesar da formação de outras texturas.

Em relação aos tratamentos térmicos de recozimento:

- a) Pela difração de raios x foi identificado que após os tratamentos térmicos feitos a 250 °C e 450 °C, as texturas referentes aos planos e direções $\{110\}<110>$, presentes na amostras deformadas pela rota A, desapareceram enquanto a textura referente aos planos e direções $\{112\}<110>$ foram mantidas, que desapareceu após o tratamento térmico de 600 °C e formando uma nova textura referente aos planos e direções $\{114\}<221>$, Enquanto as amostras deformadas pela rota B_C após os tratamentos térmicos feitos à 250 °C, 450 °C e

600 °C, as texturas referentes aos planos e direções $\{102\}\langle 201 \rangle$ desapareceram, as texturas referentes aos planos e direções $\{112\}\langle 110 \rangle$ diminuíram sua frequência de ocorrência e foram formadas novas texturas nos planos e direções $\{110\}\langle 110 \rangle$ para as amostras de 250 °C e 450 °C, $\{100\}\langle 110 \rangle$ para as amostras de 450 °C e $\{111\}\langle 110 \rangle$ para as amostras de 450 °C e 600 °C.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASM INTERNATIONAL. *Metals Handbook: Volume 04 - Heat Treating*. Materials Park. 1991.

_____. *Metals Handbook: Volume 03 - Alloy phase diagrams*. Materials Park. 1992.

_____. *Heat Treater's Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels*. Materials Park. 1995.

_____. *Specialty Handbook: nickel, cobalt, and their alloys*. Materials Park. 2000.

BAHADORI, S. R.; DEGHANI, K.; BAKHSHANDEH, F. Microstructure, texture and mechanical properties of pure copper processed by ECAP and subsequent cold rolling. ***Materials Science and Engineering A***, v. 583, p. 36–42, 2013.

CAHN, R.W., HAASEN, P. *Physical Metallurgy*. Volume 3. Quarta edição revisada e melhorada. Editora North-Holland, 1996.

CALLISTER, W.; RETHWISCH, D. ***Materials science and engineering: an introduction***. 2007.

CULLITY, B. D. *Elements of X-Ray Diffraction*. 2. ed. United States: Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 1978.

EL-DANAF, E. A. Texture evolution and fraction of favorably oriented fibers in commercially pure aluminum processed to 16 ECAP passes. ***Materials Science and Engineering A***, v. 492, n. 1–2, p. 141–152, 2008.

ESTRIN, Y.; VINOGRADOV, A. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science. ***Acta Materialia***, v. 61, n. 3, p. 782–817, 2013a.

FERRARI, R. B., *Caracterização de liga metálica a base de alumínio – magnésio obtida por método convencional após tratamentos termomecânicos visando estruturas microcristalinas*. 2008. Dissertação (Mestrado na Área de Tecnologia Nuclear – Materiais) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2008.

FUKUDA, Y. et al. Processing of a low-carbon steel by equal-channel angular pressing. **Acta Materialia**, v. 50, n. 6, p. 1359–1368, 2002.

GIBBS, M. A. et al. Texture formation in bulk iron processed by simple shear. **Scripta Materialia**, v. 39, n. 12, p. 1699–1704, 1998.

HUMPHREYS, F. J. & HATHERLY, M. *Recrystallization and related annealing phenomena*. Segunda edição. Editora Elsevier Ltd. 2004.

KOK, K. D. Nuclear Engineering Handbook. v. 20096057, p. 245–263, 2017.

LEUTHOLD, J. et al. Local texture-microstructure correlation due to deformation localization in ECAP-processed nickel. **Materials Science and Engineering A**, v. 669, p. 196–204, 2016.

LIMA, G. F. et al. Hydrogen storage properties of pure Mg after the combined processes of ECAP and cold-rolling. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 586, p. S405–S408, 2014.

MISHRA, R. . et al. Severe plastic deformation processing and high strain rate superplasticity in an aluminum matrix composite. **Scripta Materialia**, v. 40, n. 10, p. 1151–1155, 1999.

MUGHRABI, H., *Materials Science and Technology*. Introductory Chapter: **Microstructure and Mechanical Properties**. Wiley-VCH. 2006.

NAKASHIMA et al. *Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal-channel angular pressing*. **Acta mater**. Vol. 46, No. 5, p. 1589-1599, 1998.

NEISHI, K.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Grain refinement of pure nickel using equal-channel angular pressing. **Materials Science and Engineering A**, v. 325, n. 1–2, p. 54–58, 2002a.

REZENDE, José Eduardo. *Evolução da microestrutura e textura com a temperatura de acabamento de um aço GNO com 1,3%Si*. 2003. Dissertação (Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2003. Disponível em: http://www.repositorio.ufop.br/bitstream/123456789/2754/1/DISSERTA%C3%87%C3%83O_%20Evolu%C3%A7%C3%A3oMicroestruturaTextura.pdf. Acesso em: 21 out. 2016.

ROSOCHOWSKI, A. **Severe plastic deformation technology**. 2017.

SABIROV, I. et al. **Bulk Nanostructured Materials with Multifunctional Properties**. 2015.

VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. **Progress in Materials Science**, v. 51, n. 7, p. 881–981, 2006.

VIANA, C. S. da C.; PAULA, A. dos S. *Texturas de deformação*. In: TSCHIPTSCHIN, André, et al. *Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão*. São Paulo: IPEN, 2003. p. 36-54.

XU, X. X. et al. Corrosion and ion release behavior of ultra-fine grained bulk pure copper fabricated by ECAP in Hanks solution as potential biomaterial for contraception. **Materials Letters**, v. 64, n. 4, p. 524–527, 2010.

ZHAO, X. et al. The processing of pure titanium through multiple passes of ECAP at room temperature. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, n. 23, p. 6335–6339, 2010.

ZHILYAEV, A. P. et al. The microstructural characteristics of ultrafine-grained nickel. **Materials Science and Engineering A**, v. 391, n. 1–2, p. 377–389, 2005.

ZHILYAEV, A. P. et al. Microtexture and microstructure evolution during processing of pure aluminum by repetitive ECAP. **Materials Science and Engineering A**, v. 429, n. 1–2, p. 137–148, 2006.

ZHU, L. et al. EBSD characterization of an ECAP deformed Nb single crystal. **Journal of Materials Science**, v. 45, n. 17, p. 4672–4681, 2010.