

**MINISTÉRIO DA DEFESA  
EXÉRCITO BRASILEIRO  
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA  
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

**HIRON AKIRA YAMADA MAGALHÃES**

**MICROESTRUTURA E DUREZA DO COBRE PROCESSADO POR ECAP A  
FRIO E A MORNO**

**RIO DE JANEIRO  
2021**

HIRON AKIRA YAMADA MAGALHÃES

MICROESTRUTURA E DUREZA DO COBRE PROCESSADO POR ECAP A  
FRIO E A MORNO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em  
Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia,  
como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre  
em Ciência em Ciência dos Materiais.

Orientador(es): Luiz Paulo Mendonça Brandão, D.Sc.  
Talita Gama de Sousa, D.Sc.

Rio de Janeiro

2021

©2021

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que poderá incluí-lo em base de dados, armazenar em computador, microfilmар ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

Magalhães, Hiron Akira Yamada.

Microestrutura e dureza do cobre processado por ecap a frio e a morno /  
Hiron Akira Yamada Magalhães. – Rio de Janeiro, 2021.

106 f.

Orientador(es): Luiz Paulo Mendonça Brandão e Talita Gama de Sousa.

Dissertação (mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Ciência dos Materiais,  
2021.

1. dps. 2. ecap. 3. microestrutura. 4. dureza. 5. processamento termomecânico. i. Brandão, Luiz Paulo Mendonça (orient.) ii. de Sousa, Talita Gama (orient.) iii. Título

**HIRON AKIRA YAMADA MAGALHÃES**

**Microestrutura e dureza do cobre processado por ecap a frio e a morno**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais.

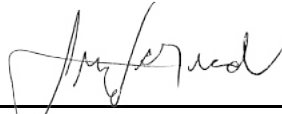
Orientador(es): Luiz Paulo Mendonça Brandão e Talita Gama de Sousa.

Aprovado em Rio de Janeiro, 16 de julho de 2021, pela seguinte banca examinadora:



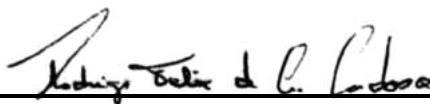
---

Prof<sup>ª</sup>. **Andersan dos Santos Paula** - D.C. do IME - Presidente



---

Prof. **Luiz Paulo Mendonça Brandão** - D.C. do IME



---

Prof. **Rodrigo Felix de Araujo Cardoso** - D.C. do CBPF



---

Pesq<sup>ª</sup>. **Talita Gama de Sousa** - D.C. do IME

Rio de Janeiro  
2021

*Dedico este trabalho à minha pequena, Luiza Yumi.*

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar, agradeço à Ele que me orienta e ilumina o meu caminho.

Aos meus pais. José Carlos e Solange Emiko, por todo apoio e carinho em todos os momentos da minha vida. E força, meu pai!!

Ao meu irmão e irmã, Helon e Lene, pelos os quais eu tenho tanto carinho.

Ao meu orientador Professor Luiz Paulo Mendonça Brandão, por toda paciência e conhecimentos transmitido.

À minha coorientadora Talita Gama de Sousa, por todo conhecimento transmitido e extrema paciência com seu orientando um pouco teimoso.

Ao Professor Júlio César Soares de Oliveira (in memoriam), por toda a sua amizade e conhecimentos transmitidos. Um grande exemplo de ser humano e profissional, por quem tive grande admiração.

Aos meus amigos da pós-graduação do IME: Dayse, Antônio, Pâmela, Anna, Roberto, Pedro, Matheus e Thuane por todo apoio e momentos de descontração que fizeram desta caminhada mais leve.

Agradeço a Naiara e Millena, grandes amigas da pós-graduação por todo seu apoio e tempo dedicado e sempre dispostas a me ajudar.

Aos meus amigos desde sempre Gaby, Lorena, Letícia, Henrique, Tiago, Bruno, Felipe, Yuri, Cacau, Guilherme e Rodrigo.

À todos os professores e funcionários do Instituto Militar de Engenharia que contribuíram de alguma forma para o sucesso deste projeto.

Aos meus chefes e amigos do Cefet/RJ, Luís Felipe e Jorge Jorge, por todo incentivo e apoio na conclusão nesta etapa profissional em minha vida.

Agradeço ao Rodrigo e Bruno do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF) por terem disponibilizado as dependências do Laboratório de Instrumentação e Tecnologia Mecânica para a realização da parte experimental da presente pesquisa.

Ao Laboratório Nacional de Astrofísica (LNA) por todo suporte na fabricação da matriz de ECAP.

À empresa DNC Industrial Campinas pela doação da graxa para alta temperatura utilizada em parte dos ensaios deste estudo.

*“Estude muito o que mais lhe interessa  
da maneira mais indisciplinada,  
irreverente e original possível.  
(Richard Feynman)*

## RESUMO

Dentre os diversos métodos de deformação plástica severa (DPS), o processo de extrusão por canal angular (ECAP – *Equal Channel Angular Pressing*) é um dos mais populares. Este processo tem como principal característica produzir materiais com grãos ultrafinos, refinando o grão a escalas nanométricas. Gerando desta forma melhoria das propriedades como a resistência mecânica e ductilidade por meio deste processo. Nesta perspectiva, pretendeu-se no presente trabalho avaliar as variações da propriedade mecânica dureza associada às alterações microestruturais e texturais do cobre puro, em função do seu processamento por DPS via ECAP. Para isto o material foi submetido a 4 passes através das rotas A e B<sub>C</sub> em temperatura ambiente e a morno. Por meio dos resultados obtidos, verificou-se que a condição inicial do material influenciou diretamente no processamento por ECAP, principalmente no estágio inicial.

**Palavras-chave:** dps. ecap. microestrutura. dureza. processamento termomecânico.



## ABSTRACT

Among several methods of severe plastic deformation (SPD), the angular channel extrusion process (ECAP - Equal Channel Angular Pressing) is one of the most popular. This process's main characteristic is to produce materials with ultra-fine grains, refining the grain at nanometric scales. Thus generating an improvement in properties such as mechanical strength and ductility through this process. In this perspective, the aim of the present work was to evaluate the variations of the mechanical hardness property associated with microstructural and textural changes of pure copper, as a function of its processing by SPD via ECAP. For this, the material was submitted to 4 passes through routes A and Bc at room and warm temperatures. Through the results obtained, it was found that the initial condition of the material directly influenced the processing by ECAP, especially in the initial stage.

**Keywords:** spd. ecap. microstructure. hardness. thermomechanical processing.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 2.1 – Ilustração da terminologia e faixa de tamanho de grão para materiais com grãos ultrafinos e nanoestruturados processados por DPS . . . . .	21
Figura 2.2 – Formação de um contorno de grão de não-equilíbrio: (a)→(b) contorno de grão em equilíbrio; (c)→(d) contorno de grão em não-equilíbrio. . .	23
Figura 2.3 – Esquemático de um método convencional de ECAP. . . . .	24
Figura 2.4 – Mecanismo de cisalhamento em um plano de cisalhamento no processo de ECAP. . . . .	25
Figura 2.5 – Diferentes rotas A, B <sub>C</sub> , B <sub>A</sub> e C e seus respectivos planos de cisalhamento no método de ECAP. . . . .	26
Figura 2.6 – Regime de cisalhamento simples durante o processo de ECAP: a) 1 passe; b) Passes subsequentes por meio da rota A; c) Passes subsequentes por meio da rota C. . . . .	27
Figura 2.7 – Distorções introduzidas na amostra através de cada rota em função do número de passes. . . . .	28
Figura 2.8 – Canais projetados para ECAP multipasses: (A) canal em formato “S”, (B) canal em formato “U”, (C) canal quadrado com duas voltas, e (D) canal quadrado com 3 voltas. . . . .	30
Figura 2.9 – Típica variação do limite de escoamento de um metal em função do aumento de T <sub>h</sub> . . . . .	31
Figura 2.10–Liga de alumínio AA8176, no qual esta foi processada por ECAP. (a) 1 Passe (ambiente); (b) 1 Passe (150 °C); (c) 4 Passes (ambiente); e (d) 4 Passes (150 °C). . . . .	33
Figura 2.11–Mudanças de dureza na liga de alumínio Al-6Mg-0,3Sc em função do processamento de ECAP submetido em temperaturas diferentes. . . . .	34
Figura 2.12–Redução gradativa do tamanho de grão da liga AA 6082-T6 em função do número de passes via ECAP. . . . .	36
Figura 2.13–Mapa da evolução do refinamento de grão da liga de alumínio AA1070 por meio ECAP via rota A ao longo de cinco passes. a)1º passe, b) 2º passe, c) 3º passe, d) 4º passe e e) 5º passe. . . . .	37
Figura 2.14–Cobre comercialmente puro processado por ECAP. (a) Refinamento da microestrutura; e (b) Aumento da Dureza em função da evolução do número de passes. . . . .	37
Figura 2.15–Figuras de Polo Invertida (100) da evolução da textura das amostras de cobre puro submetidas a deformação cisalhante por meio ECAP via rota B <sub>C</sub> após: a)1, b)2 e c)3 passes. . . . .	39

Figura 2.16–Evolução da textura do Cu-0,3%Cr durante o processamento via ECAP em função das diferentes rotas até 4 passes. . . . .	41
Figura 2.17–Processo de DPF via ECAP combinado com Extrusão. . . . .	42
Figura 2.18–Evolução da microdureza da liga de alumínio AA7075-T6 em função do número de passes de ECAP. . . . .	43
Figura 2.19–Evolução da microestrutura em função do número de passes de ECAP. . . . .	44
Figura 2.20–Modificações das propriedades mecânicas do cobre livre de oxigênio em função do aumento do número de passes de ECAP. (a) Evolução da densidade de discordâncias; (b) evolução da microdureza Vickers . . . . .	45
Figura 2.21–Mudanças das propriedades mecânicas do alumínio comercialmente puro e da liga de alumínio AA6063 em função do subsequente número de passes de ECAP: (a) Evolução do limite de resistência à tração; (b) evolução da microdureza Vickers. . . . .	46
Figura 2.22–Microestruturas das amostras da liga Cu-0,25Se-0,25T depois de diferentes passes de ECAP: (a) 0 passes; (b) 1 passe; (c) 2 passes; (d) 4 passes; e (e) 8 passes. . . . .	47
Figura 2.23–Efeito da temperatura de recozimento na microdureza das amostras da liga Cu-0,25Se-0,25T submetidas aos diferentes números de passes de ECAP. . . . .	48
Figura 2.24–Microestrutura da liga de alumínio 6063 em diferentes condições: (a) antes de processada por ECAP; (b) processada após um passe em temperatura ambiente; e (c) processada após um passe a 200 °C . . . . .	49
Figura 2.25–Evolução da microdureza da liga de alumínio 6063 em função do número de passes do processamento por ECAP em diferentes condições de temperatura. . . . .	49
Figura 2.26–Figuras de polo (110) e (111) do Cu comercialmente puro. (a) Material na condição inicial; (b) 1 passe – temp. ambiente; (c) 2° passe Rota Bc – temp. ambiente; (d) 4° passe Rota Bc – temp. ambiente; (e) 1 passe – 200 °C; e (f) 4° passe Rota Bc – 200 °C. . . . .	52
Figura 3.1 – Fluxograma das etapas experimentais. . . . .	53
Figura 3.2 – Corpos de prova para o processo de ECAP. . . . .	54
Figura 3.3 – Projeto da Matriz de ECAP desenvolvida no IME. (A) Esquemático, (B) Desenho 3D, (C) Projeto completo (vista externa) e (D) Desenho do corte evidenciando os detalhes internos. . . . .	56
Figura 3.4 – Esquemático da Matriz de ECAP desenvolvida no IME. . . . .	57
Figura 3.5 – Matriz de ECAP. (A) Matriz fechada, (B) bipartida e (C) montada com a camisa. . . . .	57
Figura 3.6 – Aparato montado para o ensaio de DPS via ECAP a frio. . . . .	58

Figura 3.7 – Forno para os ensaios termomecânicos por DPS construído no IME. (A) Vista externa do equipamento e (B) Detalhes internos. . . . .	60
Figura 3.8 – Variac utilizado na alimentação do forno. . . . .	60
Figura 3.9 – Cortes das amostras de ECAP para realização das caracterizações. . . .	61
Figura 3.10–Medições de microdureza Vickers ao logo do CP de ECAP processado.	62
Figura 3.11–Dado de uma das amostras evidenciado do fator de severidade de textura (FST) após processamento pelo o programa popLA. . . . .	65
Figura 4.1 – Imagem da amostra de cobre como recebido (aumento de 1000x). . . .	66
Figura 4.2 – Microestrutura das amostras de cobre como recebidas após o primeiro passe por ECAP (aumento de 1000x). (a) primeiro passe a frio (1PF); (b) primeiro passe a morno (1PM). . . . .	67
Figura 4.3 – Ábacos na notação Bunge para a interpretação das FDOC's para as seções $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$ . . . . .	70
Figura 4.4 – FDOC's das amostras de Cu processadas a frio por ECAP. (a) 1PF; (b) 2PRAF; (c) 3PRAF; e (d) 4PRAF. . . . .	72
Figura 4.5 – FDOC's das amostras de Cu processadas a frio por ECAP. (a) 1PF; (b) 2PRBcF; (c) 3PRBcF; e (d) 4PRBcF. . . . .	73
Figura 4.6 – FDOC's das amostras de Cu processadas a morno por ECAP. (a) 1PM; (b) 2PRAM; (c) 3PRAM; e (d) 4PRAM. . . . .	74
Figura 4.7 – FDOC's das amostras de Cu processadas a morno por ECAP. (a) 1PM; (b) 2PRBcM; (c) 3PRBcM; e (d) 4PRBcM. . . . .	75
Figura 5.1 – Gráficos da evolução da densidade de discordâncias das amostras de Cu em função da sequência do número de passes de ECAP. (a) Rota A a frio; (b) Rota B <sub>C</sub> a frio. . . . .	77
Figura 5.2 – Gráficos da evolução da dureza das amostras de Cu em função da sequência do número de passes de ECAP. (a) Rota A a frio; (b) Rota B <sub>C</sub> a frio. . . . .	78
Figura 5.3 – Rota A versus Rota B <sub>C</sub> : Gráfico da evolução da dureza das amostras de Cu em função da sequência do número de passes de ECAP. . . . .	78
Figura 5.4 – Distribuição de dureza das amostras de Cu ao longo da superfície das amostras processadas a frio por ECAP via rota A. (a) 1 Passe; (b) 2 Passes; (c) 3 Passes (d) 4 Passes. . . . .	79
Figura 5.5 – Distribuição de dureza das amostras de Cu ao longo da superfície das amostras processadas a frio por ECAP via rota Bc. (a) 1 Passe; (b) 2 Passes; (c) 3 Passes (d) 4 Passes. . . . .	80
Figura 5.6 – Evolução da textura das amostras de Cu em função do número de passes por meio do ECAP a frio. (a) Rota A; (b) Rota B <sub>C</sub> . . . . .	82
Figura 5.7 – Evolução da textura das amostras de Cu através da Rota A e sua textura característica. (a) 1PF; (b) 4PRAF. . . . .	82

Figura 5.8 – Textura apresentada das amostras de Cu após o quarto passe através da Rota B <sub>C</sub> (4PRB <sub>C</sub> ).	83
Figura 5.9 – Gráficos da evolução da densidade de discordâncias das amostras de Cu em função da sequência de passes de ECAP a morno. (a) Rota A; (b) Rota B <sub>C</sub> .	84
Figura 5.10–Gráficos da evolução da dureza das amostras de Cu em função da sequência de passes de ECAP a morno. (a) Rota A a morno; (b) Rota B <sub>C</sub> a morno.	85
Figura 5.11–Rota A versus Rota B <sub>C</sub> a morno: Gráfico da evolução da dureza das amostras de Cu em função da sequência do número de passes de ECAP.	85
Figura 5.12–Distribuição de dureza das amostras de Cu ao longo da superfície das amostras processadas a morno por ECAP via rota A. (a) 1 Passe; (b) 2 Passes; (c) 3 Passes (d) 4 Passes.	86
Figura 5.13–Distribuição de dureza das amostras de Cu ao longo da superfície das amostras processadas a morno por ECAP via rota B <sub>C</sub> . (a) 1 Passe; (b) 2 Passes; (c) 3 Passes (d) 4 Passes.	86
Figura 5.14–Amostra processada com 3 passes por meio da rota B <sub>C</sub> a morno apresentando um possível início de recristalização, conforme destacados pelos círculos.	88
Figura 5.15–Evolução da textura das amostras de Cu em função do número de passes por meio do ECAP a morno. (a) Rota A; (b) Rota B <sub>C</sub> .	88
Figura 5.16–Evolução da textura das amostras de Cu através da Rota A por processamento a morno. (a) 1PM; (b) 4PRAM. Evolução da textura através da Rota A por processamento a morno. (a) 1PM; (b) 4PRAM.	89
Figura 5.17–Textura apresentada pelo a amostra de Cu após o 4º passe através da Rota B <sub>C</sub> a morno (4PRB <sub>C</sub> M).	90
Figura 5.18–ECAP a frio x ECAP a morno das amostras de Cu. (a) Rota AF x Rota AM; (b) Rota B <sub>C</sub> F x Rota B <sub>C</sub> M; (c) Ecap a frio x Ecap a morno.	91
Figura A.1–Vista explodida do forno de lâmpadas halógenas.	103
Figura A.2–Detalhamento estrutural e componentes móveis do forno de lâmpadas.	104
Figura A.3–Detalhamento do soquete das lâmpadas halógenas e do revestimento cerâmico do forno.	105
Figura B.1 – Vista e seção do aparato da montagem da matriz de ECAP com o forno de lâmpadas.	106

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Processamento do cobre por ECAP em temperatura a frio e a morno. . . . .	35
Tabela 2.2 – Componentes de textura Fibra A e Fibra B. . . . .	40
Tabela 2.3 – Propriedades mecânicas obtidas em tração e valores de dureza do cobre puro processadas por ECAP . . . . .	50
Tabela 2.4 – Refinamento de tamanho de grão do cobre puro em função das diferentes temperatura e condições de processamento de ECAP. . . . .	51
Tabela 3.1 – Limites de Composição Química do Cobre Eletrolítico 6060 (%). . . . .	54
Tabela 3.2 – Sigla das amostras e suas condições. . . . .	55
Tabela 3.3 – Deformação equivalente para cada passe de ECAP. . . . .	58
Tabela 3.4 – Parâmetros para realização das imagens no MEV. . . . .	62
Tabela 3.5 – Parâmetros instrumentais utilizados na Difração de Raios X. . . . .	63
Tabela 3.6 – Parâmetros instrumentais utilizados na análise de textura. . . . .	64
Tabela 4.1 – Resultado de microdureza das amostras CR. . . . .	67
Tabela 4.2 – Resultado de microdureza (HV0,1) das amostras processadas a frio por ECAP. . . . .	68
Tabela 4.3 – Resultado de microdureza (HV0,1) das amostras processadas a morno por ECAP. . . . .	68
Tabela 4.4 – Resultado da análise de $\rho(1/cm)^2$ das amostras de Cu CR. . . . .	69
Tabela 4.5 – Resultado da análise de $\rho(1/cm)^2$ das amostras de Cu do processamento a frio por ECAP. . . . .	69
Tabela 4.6 – Resultado da análise de densidade de $\rho(1/cm)^2$ das amostras de Cu do processamento a morno por ECAP. . . . .	69
Tabela 4.7 – Componentes de textura Fibra A e Fibra B. . . . .	70
Tabela 4.8 – Componentes de textura de recristalização para materiais CFCs. . . . .	71

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CFC	Cúbico de Face Centrada
DPS	Deformação Plástica Severa
ECAP	Extrusão por Canal Angular Igual
EDE	Energia de Defeito de Empilhamento
FTI	Instituto de Física Técnica
FST	Fator de Severidade de Textura
IME	Instituto Militar de Engenharia
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NS	Nanoestruturado
UFG	Grãos Ultra Finos
URSS	União das Repúblicas Socialistas Soviéticas

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\%$	Porcentagem
$\epsilon$	Deformação
$^{\circ}\text{C}$	Grau Celsius
$\phi$	Ângulos dos canais da matriz de ECAP
$\psi$	Ângulo de curvatura do canal da matriz de ECAP
$\mu\text{m}$	Micrômetro
h	Hora
K	Kelvin
mm	Milímetro
nm	Nanômetro
r	Raio
s	Segundo
$T_0$	Temperatura de equilíbrio termodinâmico
$T_h$	Temperatura homóloga
W	Watt



# SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>18</b>
1.1	OBJETIVOS	19
1.1.1	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>20</b>
2.1	CONFORMAÇÃO MECÂNICA DOS METAIS	20
2.1.1	DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA	21
2.2	EXTRUSÃO EM CANAL ANGULAR	23
2.2.1	PARÂMETROS DE PROCESSO	30
2.2.1.1	INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA	30
2.2.1.2	INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS METALÚRGICAS E MECÂNICAS	36
2.2.1.3	INFLUÊNCIA DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA	38
2.3	ESTADO DA ARTE	41
<b>3</b>	<b>MATERIAL E MÉTODOS</b>	<b>53</b>
3.1	MATERIAL UTILIZADO	54
3.1.1	NOMENCLATURA DAS AMOSTRAS	55
3.2	DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA VIA ECAP	55
3.2.1	ECAP A FRIO	55
3.2.2	ECAP A MORNHO	59
3.3	CARACTERIZAÇÕES DAS AMOSTRAS	61
3.3.1	ANÁLISE DE MICRODUREZA VICKERS	61
3.3.1.1	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE DE MICRODUREZA	62
3.3.2	MICROSCOPIA DE VARREDURA ELETRÔNICA (MEV)	62
3.3.2.1	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE DE MEV	62
3.3.3	ANÁLISE DE DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS	63
3.3.3.1	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE DE DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS	64
3.3.4	ANÁLISE DE TEXTURA CRISTALOGRÁFICA	64
3.3.4.1	PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA ANÁLISE DE TEXTURA	65
<b>4</b>	<b>RESULTADOS</b>	<b>66</b>
4.1	RESULTADOS DA ANÁLISE METALOGRAFICA	66
4.2	RESULTADOS DO ENSAIO DE MICRODUREZA	67
4.3	RESULTADOS DA ANÁLISE DE DENSIDADE DE DISCORDÂNCIAS	68
4.4	RESULTADOS DA ANÁLISE DE TEXTURA	69

<b>5</b>	<b>DISCUSSÃO DE RESULTADOS</b>	<b>77</b>
5.1	ECAP A FRIO - ROTA A X B	77
5.2	ECAP A MORNO - ROTA A X B <sub>C</sub>	83
5.3	ECAP A FRIO X ECAP A MORNO	90
5.4	CONSIDERAÇÕES FINAIS	93
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>94</b>
<b>7</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b>	<b>95</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>96</b>
	<b>A – DESENHO TÉCNICO DO FORNO À BASE DE LÂMPADAS HALÓGENAS</b>	<b>103</b>
	<b>B – APARATO DE MONTAGEM DA MATRIZ DE ECAP COM O FORNO DE LÂMPADAS</b>	<b>106</b>

# 1 INTRODUÇÃO

De acordo com a literatura, diversas são as técnicas propostas para modificar as propriedades mecânicas de um material, sendo uma dessas através dos métodos de deformação plástica severa que tem grande aplicação em materiais metálicos. Por meio deste processo, obtém-se uma microestrutura com grãos ultrafinos e nanoestruturados. Resulta-se dessas modificações microestruturais, um material com diferentes propriedades daquelas apresentadas pelo mesmo antes de ser processado e com grãos mais grosseiros, como por exemplo menor ductilidade, maior valor de dureza e conseqüentemente um limite de resistência a tração mais elevado.

Processamento por DPS, define-se como todo método de conformação metálica sob uma extensiva pressão hidrostática, no qual impõe uma alta deformação em um sólido grosseiro sem a introdução de qualquer mudança significativa em todas as dimensões da amostra de maneira geral. Este processo tem como principal característica, a capacidade de produzir um refino de grãos excepcional para tamanhos que não seriam alcançáveis por tratamentos termomecânicos convencionais (LANGDON, 2011). Desta forma, os métodos de DPS são utilizados para converter metais e ligas com grãos grosseiros em materiais com grãos ultrafinos. Por meio deste processo, esses materiais apresentam melhorias das propriedades mecânicas e físicas, como por exemplo, o aumento de resistência mecânica, que para fins comerciais são de grande interesse, pois não há a necessidade de adição de elementos de liga ou realização de outros processos termomecânicos para alcançar este objetivo.

Dentre os vários tipos de deformação plástica severa, considera-se o processo de extrusão por canal equiangular (ECAP) como um dos mais utilizados, não apenas por requerer pouca força de compressão, mas também por sua ferramenta de simples geometria que pode ser facilmente montada em um laboratório para realização de testes experimentais. Este processo é de grande interesse da academia devido aos resultados excepcionais de aumento de resistência mecânica promovida ao material em função da redução de tamanho de grão (ALHAJERI; GAO; LANGDON, 2011).

Por meio do processamento do material por ECAP são impostas altas magnitudes de deformação plástica no material o que resulta em um refinamento da microestrutura e conseqüentemente uma mudança nas propriedades mecânicas. Essas modificações acontecem não somente pelo nível de deformação plástica severa induzida, mas também em função do número de passes, pela a rota e temperatura de processamento. O cobre puro por possuir uma média energia de falha de empilhamento, uma boa conformabilidade e um baixo custo, torna-se um material ideal para o estudo das mudanças microestruturais e conseqüente comportamentos mecânicos (VIJAYASHAKTHIVEL; DATH; KRISHNAMURTHY, 2014).

Este método de deformação plástica severa foi desenvolvido pelo professor Segal em 1977 na Rússia e posteriormente com uma abordagem mais científica, analisando a correlação dos materiais nanoestruturados com os métodos de deformação plástica severa, Valiev e colaboradores publicam o primeiro artigo nesta área no ano de 1991 (LANGDON, 2011).

Nesse sentido, através do método de DPS via extrusão em canal equiangular, busca-se no presente trabalho de pesquisa realizar um estudo da evolução microestrutural do cobre puro e sua alteração nos valores de dureza em função da sequência do número de passes em duas diferentes condições de temperatura, a frio e a morno.

## 1.1 Objetivos

O objetivo do presente trabalho é realizar um estudo do processo de deformação plástica severa por extrusão em canal equiangular, utilizando como material de pesquisa o cobre puro. Neste estudo pretende-se submeter o material em duas diferentes rotas, A e Bc, além de diferentes condições de temperatura, a frio e a morno. Dessa maneira, buscou-se correlacionar as características microestruturais e a dureza em função do tipo de rota e temperatura no processo de ECAP ao longo dos passes.

### 1.1.1 Objetivos Específicos

A partir do objetivo principal pretendeu-se também:

- Construir um forno com princípio térmico de lâmpadas halógenas adaptado para a realização do processo de deformação plástica severa sob temperatura controlada;
- Testar a matriz confeccionada;
- Avaliar a evolução da dureza do material em todas as etapas e condições do processo de deformação por ECAP;
- Correlacionar a evolução das características microestruturais (densidade de discordâncias e textura cristalográfica) e da propriedade mecânica dureza com os diferentes parâmetros de processo.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Conformação Mecânica dos Metais

Define-se conformação mecânica dos metais como um processo pelo qual ocorre a modificação da forma em outra definida. Estes processos podem ser divididos em dois grupos, como: processos mecânicos, onde as modificações da forma são provocadas pela aplicação de tensões externas, que podem ocorrer às vezes em alta temperatura, mas sem a liquefação do metal; e processos metalúrgicos, onde as modificações de forma podem estar relacionadas também às tensões externas, ocorrendo em alguns casos em alta temperatura a liquefação do metal (fundição) ou através da difusão de partículas metálicas (sinterização). De acordo com alguns critérios, pode-se classificar os processos de conformação plástica, quanto: ao tipo de esforço predominante; à temperatura de trabalho; ao tamanho da região de deformação (localizada ou geral); ao tipo de fluxo do material (estacionário ou intermitente); e por fim, ao tipo de produto obtido (semi-acabado ou acabado) (FILHO et al., 2011).

Os processos de conformação exigem do material uma plasticidade, para que possam deformar-se facilmente, mantendo-se resistentes suficientes para suportar esforços devidos aos estiramentos e dobramentos sucessivos requeridos pelo processo de conformação. Assim, deseja-se que haja um certo equilíbrio entre conformabilidade e a resistência mecânica, sendo que estas propriedades mecânicas são conflitantes, pois quando aumenta-se uma, reduz-se a outra. Define-se conformabilidade como a capacidade dos materiais deformarem-se plasticamente em um processo de conformação sem ruptura (FERREIRA, 2010). Neste processo, o material é deformado plasticamente para gerar um produto com forma desejada. O escoamento do metal é influenciado principalmente pela a geometria da ferramenta, pelas condições de atrito e por fim, pelas condições térmicas existentes na zona de deformação. Estas características influenciam na qualidade e propriedades do produto formado, como também na força e energia requeridos no processo (KOBAYASHI; OH; ALTAN, 1989).

Devido ao interesse do presente trabalho de pesquisa, será dada importância apenas aos processos de conformação por compressão indireta, que consiste em forças externas aplicadas sobre a peça e podem ser tanto de tração como de compressão. Tais forças são desenvolvidas pela reação da matriz sobre a peça. Definem-se como principais processos que fazem parte deste grupo: a trefilação, a extrusão e a estampagem profunda. Diferenciam-se pelo tipo de solicitação de força externa, que se classifica como de compressão para os processos de embutimento e extrusão; e de tração para os processos de trefilação. Classificam-se também por meio da temperatura de operação, como trabalho mecânico a frio e a quente (FILHO et al., 2011; LANGE, 1985).

### 2.1.1 Deformação Plástica Severa

Por meio dos métodos de conformação convencionais realiza-se uma grande deformação plástica na amostra, e por causa dessa mudança na dimensão, ocorre a formação de defeitos e trincas internas no material. A deformação plástica severa (DPS) define-se como um processo de conformação metálica sob alta pressão hidrostática, que desenvolve uma deformação muito elevada em um volume de metal, sem nenhuma mudança significativa nas dimensões da amostra, com capacidade de obter um refinamento excepcional do grão. Uma característica distinta da convencional no processamento por DPS é a capacidade da peça sofrer uma grande deformação sem que ocorra nenhuma mudança significativa em suas dimensões gerais. Uma das principais diferenças e mais atrativa que pode ser citada entre os processos por DPS e os por conformação de metais convencional, é a capacidade de se refinar o tamanho dos grãos na faixa de submicrômetros e nanômetro, tamanho este que é muito difícil de ser alcançado por tratamentos termomecânicos convencionais, já que este último refina os grãos para tamanhos apenas de vários micrômetros (FARAJI; KIM; KASHI, 2018).

O processamento por DPS é um método bastante efetivo para obtenção de materiais com grãos finos. Devido a este processo, promove-se no material um aumento em magnitude da deformação acumulada e do encruamento, o que gera uma redução substancial na plasticidade do material e afeta as deformações subsequentes. Assim, para que seja aumentada a plasticidade, comumente utiliza-se métodos que pelo qual aplica-se energia térmica para regular a microestrutura e propriedades do material, reduzindo ou eliminando o encruamento (ZHU et al., 2020). Na FIG. 2.1 a seguir exemplifica-se essa diferença entre os grãos em relação ao seu tamanho:

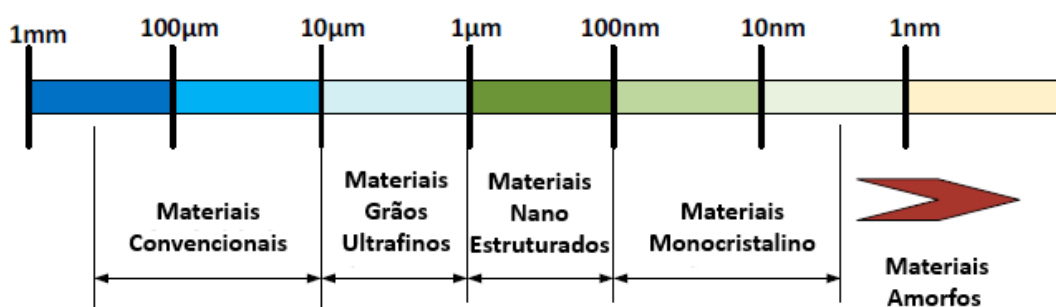


Figura 2.1 – Ilustração da terminologia e faixa de tamanho de grão para materiais com grãos ultrafinos e nanoestruturados procesdados por DPS

Fonte – Adaptado de Irfan et al. (2017)

Sabe-se que altas deformações plásticas em baixas temperaturas resultam em um refinamento signficante da microestrutura e as discordâncias não são distribuídas de maneira uniforme, formando uma estrutura celular com baixa desorientação entre as células.

Já microestruturas formadas por DPS são caracterizadas por um tipo granular contendo principalmente contornos de alto ângulo. Assim, gera-se materiais de alta resistência mecânica e propriedades físicas únicas. Pode-se citar algumas características interessantes do processo de DPS, como: imposição de altas deformações a amostra; aplicação de alta pressão; impedimento ao livre escoamento do material durante o processo; não há mudanças significativas nas dimensões da amostra depois do processo; capacidade de produzir uma microestrutura homogênea para se obter propriedades uniformes; possibilidade de produzir materiais densos (não porosos); e uma boa ductilidade que em alguns casos alcançam valores muito altos não sendo alcançados por materiais produzidos por outras técnicas (FARAJI; KIM; KASHI, 2018; PIPPAN et al., 2006).

Considerando os diferentes métodos por DPS, pode-se afirmar que todos estes possuem em comum a maneira que o material experimenta certas restrições que evitam o livre escoamento do material. Em alguns métodos de DPS, esta restrição pode ser quantificada em termos da pressão hidrostática aplicada, onde esta durante a deformação plástica determina não apenas o tamanho de grão resultante, mas também a resistência mecânica do material relacionada (ZEHETBAUER et al., 2003). Esta alta pressão exercida sobre a amostra durante o processamento por DPS, ajuda a prevenir do material de falhar e ainda proporciona a este propriedades mais homogêneas depois de processado por meio da configuração totalmente restringida (VERLEYSSEN; LANJEWAR, 2020). A pressão hidrostática permite não apenas altas deformações, mas também afeta intrinsecamente propriedades dos materiais como o módulo de elasticidade e o tensão de escoamento através do trabalho, que é necessário para gerar um volume excessivo de discordâncias e lacunas induzidas por deformação em função da pressão hidrostática externa (SCHAFLEER, 2010).

Durante o processo de DPS, o refinamento de grão é alcançado pela a imposição de grandes deformações na amostra através da deformação plástica sem qualquer mudanças concomitantes em suas dimensões transversais. A deformação plástica de materiais metálicos depende do deslizamento de discordâncias e da maclação como os dois mecanismos primários de deformação. Desta forma, mecanismos de refinamento de grão em metais com relativamente altos valores para energia de defeito de empilhamento (EDE), tem como processo de deformação dominante, o deslizamento de discordâncias. Para estes metais, as células de discordâncias e os contornos de grão de baixo ângulo são primeiro formados através do acúmulo de discordâncias no início do processo DPS e por meio de uma deformação adicional, transforma essas interfaces em contornos de grão de alto ângulo através do rearranjo de discordâncias e /ou pela a rotação de grão. Para metais e ligas que possuem baixa EDE, no qual a maclação pode desempenhar um papel importante e até dominante na deformação plástica, o mecanismo de refinamento de grão durante o processamento de DPS não é definido claramente (ZHAO et al., 2008).

Uma redução da energia de falha de empilhamento causa uma mudança nos

mecanismos de DPS quando se realiza o refinamento da microestrutura pela formação de bandas de cisalhamento, onde estas abraçam gradualmente todo o volume da amostra. Materiais nanoestruturados processados por métodos de DPS são caracterizados por uma alta densidade de contornos de grãos e são materiais com interfaces controladas. A formação de um estado de não equilíbrio de contorno de grão pode ser caracterizada por três características principais, sendo a primeira pelo aumento dos espaços livres, pelo excesso de energia de contorno de grão e a outra pela presença de uma longa faixa de sollicitações elásticas. Considera-se fontes de campos de tensões elásticas, distorções descontínuas de uma estrutura cristalina ordenada, como discordâncias no contorno de grão e seus arranjos (VALIEV; ISLAMGALIEV; ALEXANDROV, 2000). Verifica-se na FIG. 2.2 exemplos dessa tensão de contorno citada.

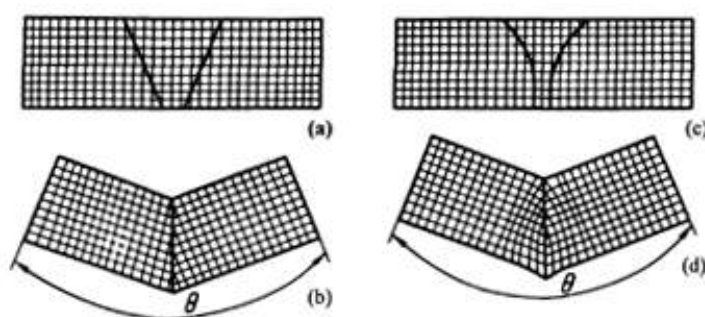


Figura 2.2 – Formação de um contorno de grão de não-equilíbrio: (a)→(b) contorno de grão em equilíbrio; (c)→(d) contorno de grão em não-equilíbrio.

Fonte – Adaptado de Valiev, Islamgaliev e Alexandrov (2000)

Uma das justificativas para a melhora do desempenho dos materiais por meio do processo DPS pode ser as interseções de curto e longo alcance das bandas de cisalhamento produzidas pela deformação plástica, que desempenham um papel importante na subdivisão de grãos, na recuperação dinâmica local e nos processos de recristalização. Grandes deformações levam a uma estrutura distinta, livre de discordâncias e com grãos finos altamente desorientados. As mudanças estruturais causadas pela DPS refletem na melhora das propriedades mecânicas dos metais, como no aumento da dureza e na tensão de escoamento, os quais tendem para uma saturação (ZRNIK; DOBATEKIN; MAMUZIĆ, 2008).

## 2.2 Extrusão em Canal Angular

Há vários nomes possíveis para o processo de deformação plástica severa por extrusão em canal angular, como por exemplo, pressão por canal angular igual ou prensa por canal angular igual (ROSOCHOWSKI, 2017). O estudo desse processo inicia-se em 1971 pelo professor Segal e outros pesquisadores no Instituto de Física Técnica (FTI), em



Minsk na União das Repúblicas Socialistas Soviéticas (URSS). Por meio dessa pesquisa, foi obtido o primeiro material com grãos de tamanho sub micrométrico pelo processo de ECAP, o qual apresentou propriedades superiores como uma combinação de alta resistência e boa ductilidade. O que motivou esse estudo foi o interesse científico na mecânica da conformação dos metais, em particular na teoria de planos de escorregamentos. Embora os primeiros estudos realizados sobre ECAP foram iniciados pelo professor Segal e seus colaboradores, e neste primeiro momento deu-se maior importância ao desenvolvimento dos materiais processados, o reconhecimento da importância dos efeitos microestruturais no processamento por ECAP foi devido ao trabalho detalhado de Valiev e seus colaboradores no final dos anos 80 (LANGDON, 2011).

Como algumas características do processo de extrusão por canal angular convencional, define-se o ângulo  $\phi$  como a diferença angular entre os canais iguais da matriz. Neste método convencional, geralmente considera-se o valor de  $\phi$  como  $90^\circ$ , contudo ângulos variando entre  $90^\circ$  ou  $135^\circ$  também podem ser utilizados. A amostra é usinada um pouco menor que o tamanho do canal para facilitar a inserção no canal de entrada. Em seguida a amostra é pressionada na zona de deformação usando-se um punção. Como resultado, uma grande deformação plástica de cisalhamento é imposta à amostra na zona de deformação (MURUGAN, ; LUGO et al., 2008; LANGDON, 2006). Na FIG. 2.3 demonstra-se um esquemático de um método de ECAP convencional:

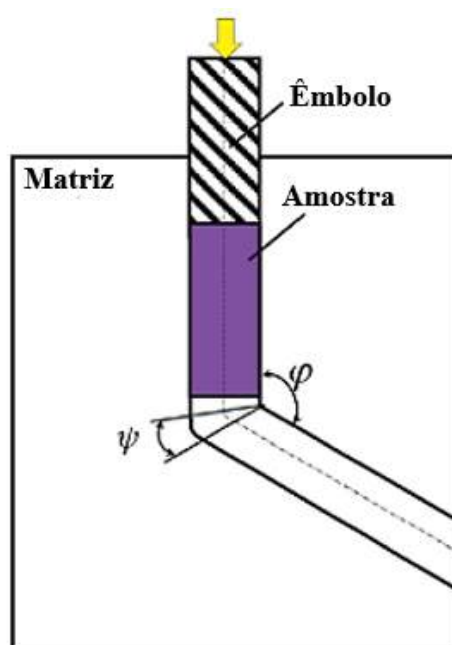


Figura 2.3 – Esquemático de um método convencional de ECAP.

Fonte – Adaptado de Faraji, Kim e Kashi (2018)

A deformação equivalente  $\epsilon_N$  após  $N$  passes, pode ser expressa de uma forma geral por meio da relação (DJAVANROODI; EBRAHIMI, 2010):

$$\epsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \cdot \left[ 2 \cot \left( \frac{\theta}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \csc \left( \frac{\theta}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (2.1)$$

Embora o método de ECAP efetue uma quantidade significativa de deformação na amostra, a seção transversal da amostra permanece constante. Desta forma, este método pode ser conduzido periodicamente na amostra e uma grande quantidade de deformação cumulativa pode ser alcançada (FARAJI; KIM; KASHI, 2018). Demonstra-se através da FIG. 2.4, o mecanismo de tensão de cisalhamento no plano de cisalhamento durante o processo de ECAP. O ângulo do canal na figura é definido como  $90^\circ$  e um cisalhamento simples no plano de cisalhamento converte o elemento 1 no elemento 2, assim sendo, afirma-se que a deformação ocorre localmente na interseção dos dois canais e uma pequena região é chamada de plano de cisalhamento.

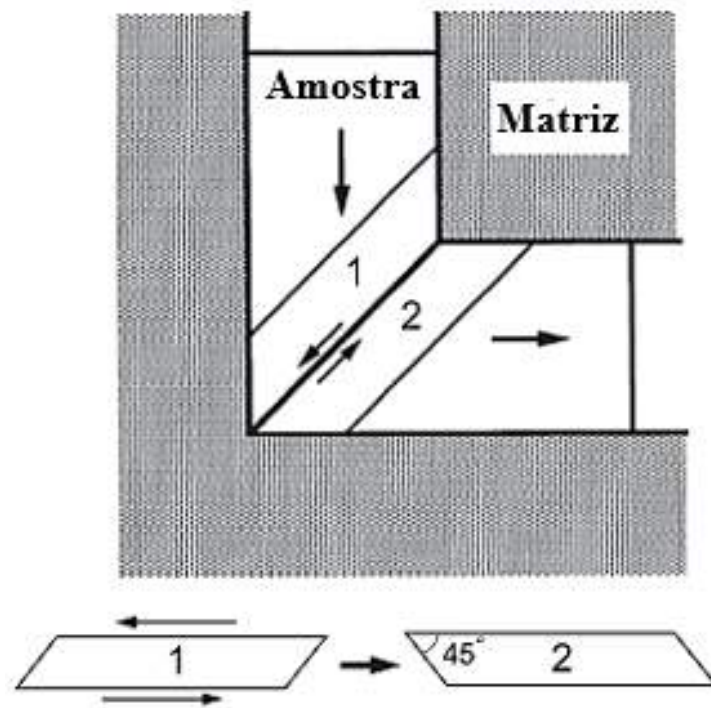


Figura 2.4 – Mecanismo de cisalhamento em um plano de cisalhamento no processo de ECAP.

Fonte – Adaptado de Faraji, Kim e Kashi (2018)

Por meio do processamento por ECAP, promove-se no material mudanças na microestrutura e no tamanho de grão, resultantes da grande deformação plástica que ocorre em uma região estreita no plano de interseção dos dois canais. Estes diferentes sistemas de cisalhamento podem ser ativados durante o ECAP utilizando diferentes rotas. Variando-se a rota de processamento e a deformação total imposta, pode-se obter microestruturas com diferentes formas e contornos de grãos. No processo de refinamento de grão por ECAP, a desorientação entre os subgrãos aumentam com o número de passes.

Alguns desses subgrãos tornam-se grãos com contornos de alto ângulo (HOSEINI et al., 2008). Na FIG. 2.5 é demonstrado as diferentes rotas e seus respectivos planos de cisalhamento no método ECAP convencional.

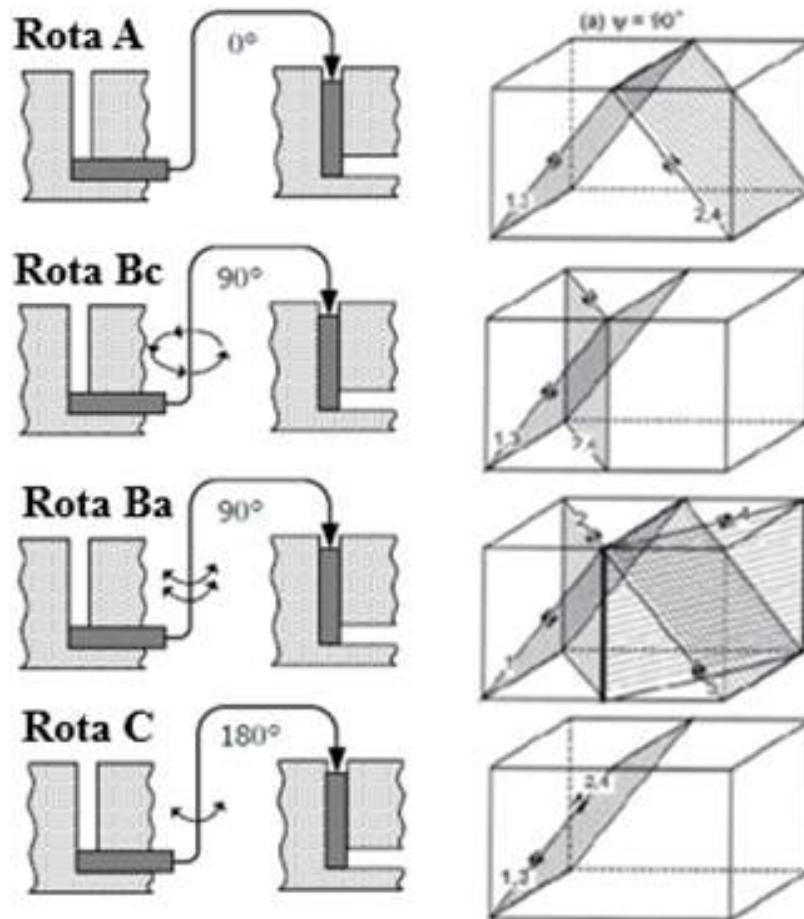


Figura 2.5 – Diferentes rotas A, B<sub>C</sub>, B<sub>A</sub> e C e seus respectivos planos de cisalhamento no método de ECAP.

Fonte – Adaptado de Faraji, Kim e Kashi (2018), Rosochowski (2017)

Dentre essas possíveis rotas, podem ser citadas:

- Rota A – refere-se ao estado onde a amostra é posicionada na matriz na mesma direção entre os passes;
- Rota B<sub>C</sub> – a amostra é rotacionada 90° em torno de seu eixo longitudinal entre os ciclos subsequentes;
- Rota B<sub>A</sub> – a amostra é rotacionada 90° com sentido alternado em torno de seu eixo longitudinal entre os ciclos subsequentes;
- Rota C – a amostra é rotacionada 180° em torno do seu eixo longitudinal entre os ciclos consequentes.

De acordo com Valiev (2000), no método de ECAP convencional, as rotas distinguem-se em função das suas direções de cisalhamento na repetição dos passes dos corpos de prova na interseção dos canais. Por este motivo, durante o processo de ECAP, ocorre uma mudança do formato esférico do grão internamente da amostra. Desta maneira, na interseção dos canais o grão toma um formato elipsoidal. Este processo de transformação ocorre após o primeiro passe devido ao cisalhamento puro. Na FIG. 2.6 é demonstrado esse processo de transformação da célula por meio da rota A e C.

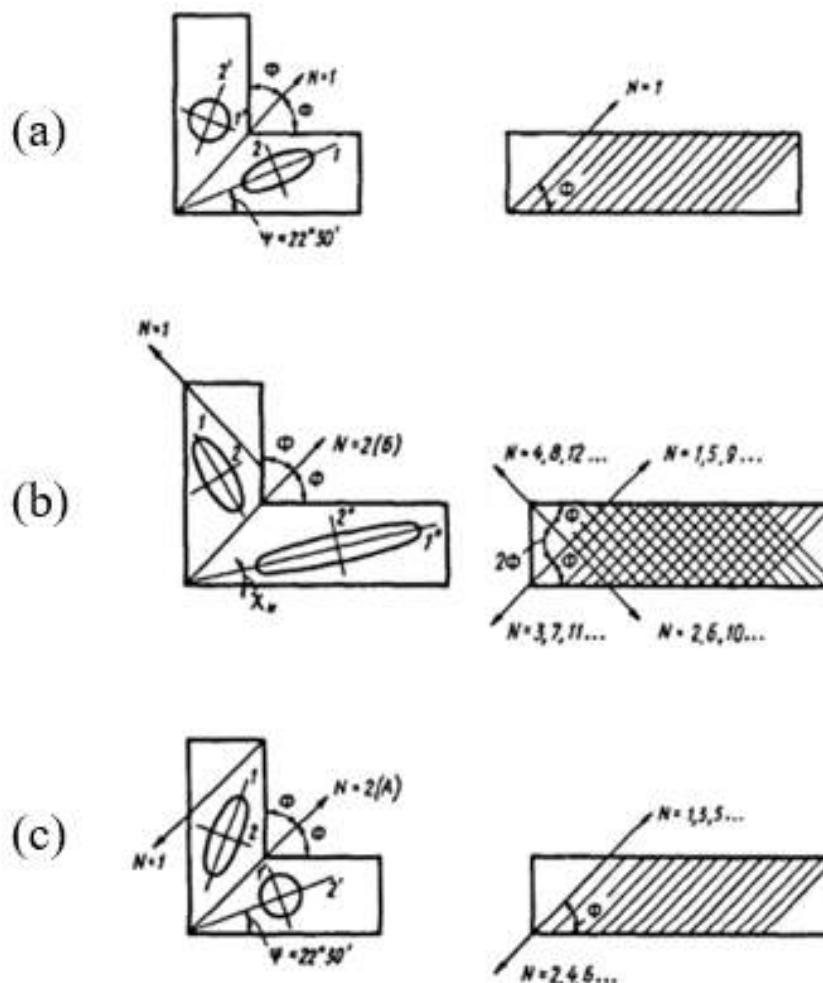


Figura 2.6 – Regime de cisalhamento simples durante o processo de ECAP: a) 1 passe; b) Passes subsequentes por meio da rota A; c) Passes subsequentes por meio da rota C.

Fonte – Adaptado de Valiev, Islamgaliev e Alexandrov (2000)

Como pode ser verificado na figura anterior, cada rota possui sua particularidade. Por meio da rota A, os passes seguintes resultam em um aumento da extensão do eixo 1 e o elipsoide é alongado. Ao mesmo tempo que isto ocorre, a direção de cisalhamento gira em torno do seu eixo, perpendicular à seção longitudinal dos canais através do ângulo  $2\phi$ . Já para a rota B, a repetição de passes conduz a uma mudança na direção de cisalhamento e o plano de cisalhamento é girado em um ângulo de  $120^{\circ}$ . Com a deformação gerada durante

a repetição de passes por meio da rota C, leva-se a um cisalhamento no mesmo plano, mas em direção oposta. Desta maneira, o grão volta a tomar a forma esférica (VALIEV; ISLAMGALIEV; ALEXANDROV, 2000). Esta rotação pode verificada na FIG. 2.7.

Valiev e Langdon (2006) demonstram em sua pesquisa que as rotas de processamento de ECAP podem ser associadas a diferentes tipos de sistemas de deslizamento. Na rota C, o cisalhamento continua no mesmo plano em cada passagem consecutiva através do canal da matriz, mas a direção de cisalhamento é revertida em cada passe. Desta forma a rota C é denominada um processo de deformação redundante, pois a deformação é restaurada após cada número par de passes. Pode-se afirmar que na rota Bc, evidencia-se também um processo deformação redundante porque o deslizamento no primeiro passe é cancelado pelo deslizamento no terceiro passe e o deslizamento no segundo passe é cancelado pelo deslizamento no quarto passe. Opondo-se a este comportamento, já as rotas A e Ba, não são um processo de deformação redundante. A rota A possui dois planos de cisalhamento separados, os quais intersectam-se em um ângulo de 90° e a rota Ba possui quatro planos distintos de cisalhamento que se intersectam em um ângulo de 120°. Nas rotas A e B<sub>A</sub>, há uma cumulativa adição de deformação em cada passe separado pela matriz. Verifica-se na FIG. 2.7 a implicação desses sistemas de deslizamento, onde os planos X, Y e Z correspondem aos três planos ortogonais.

Rota	Plano	Número de Passes								
		0	1	2	3	4	5	6	7	8
A	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
B <sub>A</sub>	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
B <sub>C</sub>	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
C	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭

Figura 2.7 – Distorções introduzidas na amostra através de cada rota em função do número de passes.

Fonte – Adaptado de Valiev e Langdon (2006)

De acordo com Faraji *et al.* (2018), no método de ECAP o número de ciclos e os tipos de rotas têm uma influência importante no refinamento de grão que, por sua vez,

afeta diretamente nas propriedades mecânicas.

Algumas variações de projetos nos canais da matriz de ECAP podem ser encontradas na literatura (LOWE; VALIEV, 2004; AZUSHIMA et al., 2008; SADASIVAN; BALASUBRAMANIAN; RAMESHBAPU, 2020). Estas variações visam reduzir o número de operações, como a mudança da direção da amostra entre os passes consecutivos no processo de ECAP e para aumento de eficiência. Desenvolveu-se assim, soluções como a criação de matrizes com canais com um número maior de voltas e embora esses formatos de matrizes não fazem parte do escopo do presente trabalho, eles são de grande importância para o estudo do processo de ECAP. Pode-se citar como exemplo algumas dessas matrizes que foram desenvolvidas com este objetivo:

- canal com forma de “S” que representa a rota C;
- canal em forma de “U” com duas voltas que é equivalente ao passe pela rota A;
- canal quadrado com duas voltas e todos os ângulos iguais a  $90^\circ$ , equivalente a rota B;
- canal com 3 voltas para estabelecer dois passes consecutivos da rota B, o qual é utilizado para processamento do alumínio comercialmente puro.

Há outros tipos de matrizes que podem ser citadas, que são fabricadas com esta finalidade de reduzir-se o número de passes durante o processo de ECAP, embora não apenas o número de voltas é alterado, como também todo o projeto pelo qual a amostra irá passar pelo canal. Alguns exemplos dessas matrizes confeccionadas para o processamento de ECAP, porém não convencional, são: matriz rotativa, extrusão lateral, matriz multipasses, ECAP por torção, ECAP com pressão traseira, ECAP expansivo, ECAP com canais paralelos e, por fim, o ECAP com canais de saída estrangulados. Verifica-se na FIG. 2.8 alguns desses exemplos de matrizes com um maior número de voltas.

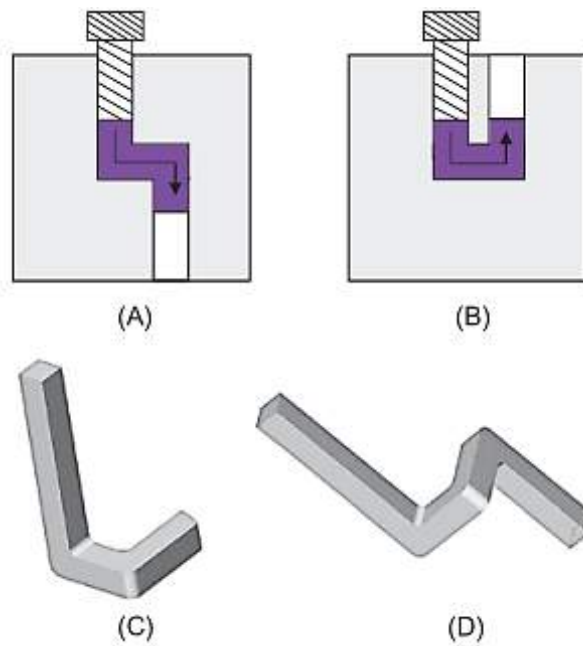


Figura 2.8 – Canais projetados para ECAP multipasses: (A) canal em formato “S”, (B) canal em formato “U”, (C) canal quadrado com duas voltas, e (D) canal quadrado com 3 voltas.

Fonte – Adaptado de Faraji, Kim e Kashi (2018)

## 2.2.1 Parâmetros de Processo

### 2.2.1.1 Influência da Temperatura

De acordo com Helman e Cetlin (2010), na conformação mecânica é comum determinar a temperatura de processamento de um dado material em relação à sua temperatura de início de fusão, ambas em Kelvin (K). Denomina-se o quociente desta relação, temperatura homóloga (adimensional) por meio da Equação 2.2.

$$T_h = \frac{T}{T_F} \quad (2.2)$$

Onde,

T - temperatura da peça (K);

TF - temperatura de início de fusão do metal (K);

Th - temperatura homóloga.

Verifica-se na FIG. 2.9 que com o aumento da temperatura  $T_h$ , há uma diminuição da resistência mecânica dos metais. Para a conformação mecânica, esse fator pode resultar em uma menor potência dos equipamentos que será necessária para executar a operação à medida que  $T_h$  aumenta. Necessita-se eventualmente limitar o valor de  $T_h$ , pois à medida que essa temperatura se eleva ocorre o aumento das taxas de oxidação do metal ao ar.

Pode-se citar alguns metais como o zircônio e o titânio que se tornam completamente frágeis devido a violenta oxidação em altas temperaturas (HELMAN; CETLIN, 2010).

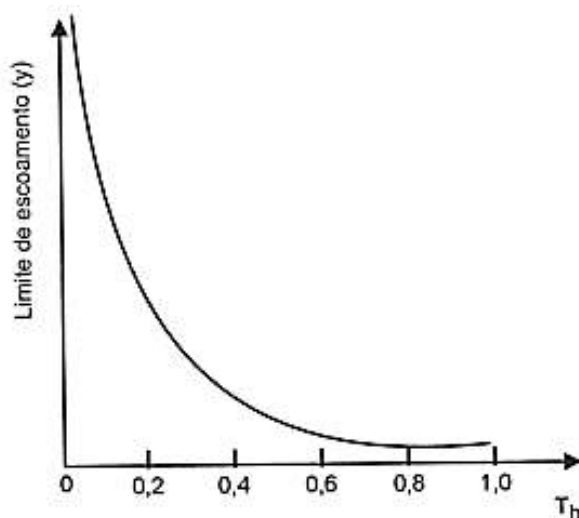


Figura 2.9 – Típica variação do limite de escoamento de um metal em função do aumento de  $T_h$ .

Fonte – Adaptado de Helman e Cetlin (2010)

Helman e Cetlin (2010) reiteram que, a partir do momento que o metal começa a ser deformado, pode-se classificar comumente esta operação como deformação a frio ou a quente. Nessa primeira classificação, no qual o metal é deformado a frio, o material é endurecido por encruamento durante a deformação. Já na deformação a quente, verifica-se um amaciamento simultaneamente com o encruamento, no qual a tensão de escoamento do metal reduz com a temperatura. Normalmente a deformação a quente ocorre para  $T_h$  acima de cerca de 0,6.

Para o presente estudo, utilizou-se uma terceira classificação definida como deformação a morno. De acordo com a literatura, pode-se definir este processo como o trabalho realizado na faixa de temperatura homóloga entre 0,35 à 0,5 (BELYAKOV; MIURA; SAKAI, 1998; SENTHILVELAN; RAGHUKANDAN; VENKATRAMAN, 2003; VIJAYASHAKTHIVEL; DATH; KRISHNAMURTHY, 2014).

Quando deseja-se conferir aos metais grande deformação a frio, frequentemente utilizam-se os ciclos de deformação/recristalização estática, para que desta forma não seja limitada a sua capacidade de deformação a frio pela ocorrência de fratura. O processo de recristalização estática ou simplesmente recristalização é denominado por meio destes ciclos, nos quais o material endurecido pela deformação é aquecido após o processamento a temperaturas homólogas acima de 0,5, ocorrendo o amaciamento. Esse processo pode ser empregado após outra deformação a frio do material (HELMAN; CETLIN, 2010).

Segundo Helman e Cetlin (2010), por meio da observação da microestrutura



metalográfica de um material deformado a frio, revela-se normalmente grãos alongados na direção em que o material sofreu maior deformação, contudo demonstra-se a ocorrência de um rearranjo da microestrutura com grãos equiaxiais após a recristalização estática. A temperatura de recristalização e a deformação sofrida influenciará diretamente no tamanho dos grãos.

Por meio da deformação a quente, pode-se deformar extensamente um metal devido ao seu amaciamento, gerado pela recuperação que ocorre concomitante com a deformação. Esse processo não ocorre sempre e em alguns metais, como é o caso do alumínio, observam-se grãos alongados na sua microestrutura imediatamente após a deformação. Para verificar a ocorrência ou não deste fenômeno, deve-se examinar a microestrutura imediatamente após a conformação, pois curtos períodos de tempo decorridos após a deformação podem ser suficientes para que seja promovida a recristalização material, fenômeno este diferente daquele que pode estar ocorrendo durante a deformação (HELMAN; CETLIN, 2010).

Na pesquisa realizada por Shuai *et al.* (2020), demonstrou-se um estudo com a liga de alumínio AA8176, no qual esta foi processada por ECAP pela a rota B<sub>C</sub> em duas condições diferentes de temperatura, ambiente e a 150 °C. Observou-se que a microestrutura do material apresentou diferenças em função da variação de temperatura. No primeiro passe realizado em temperatura ambiente, esta apresentava grãos grosseiros originais alongados ao longo da direção de alongamento. Já o quando submetido sob temperatura mais elevada, apresentou uma microestrutura composta de grãos grosseiros originais com subgrãos internos e pequenos grãos novos refinados. Após o 4º passe realizado em temperatura ambiente, o material apresentou uma microestrutura composta por grãos finos, localizando-se na região de interseção das bandas de deformação e os grãos grosseiros entre essas bandas. Quando realizou-se na condição de mesmo número de passes, embora na temperatura de 150 °C, exibia-se grãos grosseiros com fragmentação significativa e uma microestrutura dominada por bandas de deformação. Demonstra-se na FIG. 2.10 as imagens da microestrutura desse material nas 4 condições de número de passes e temperatura citados.

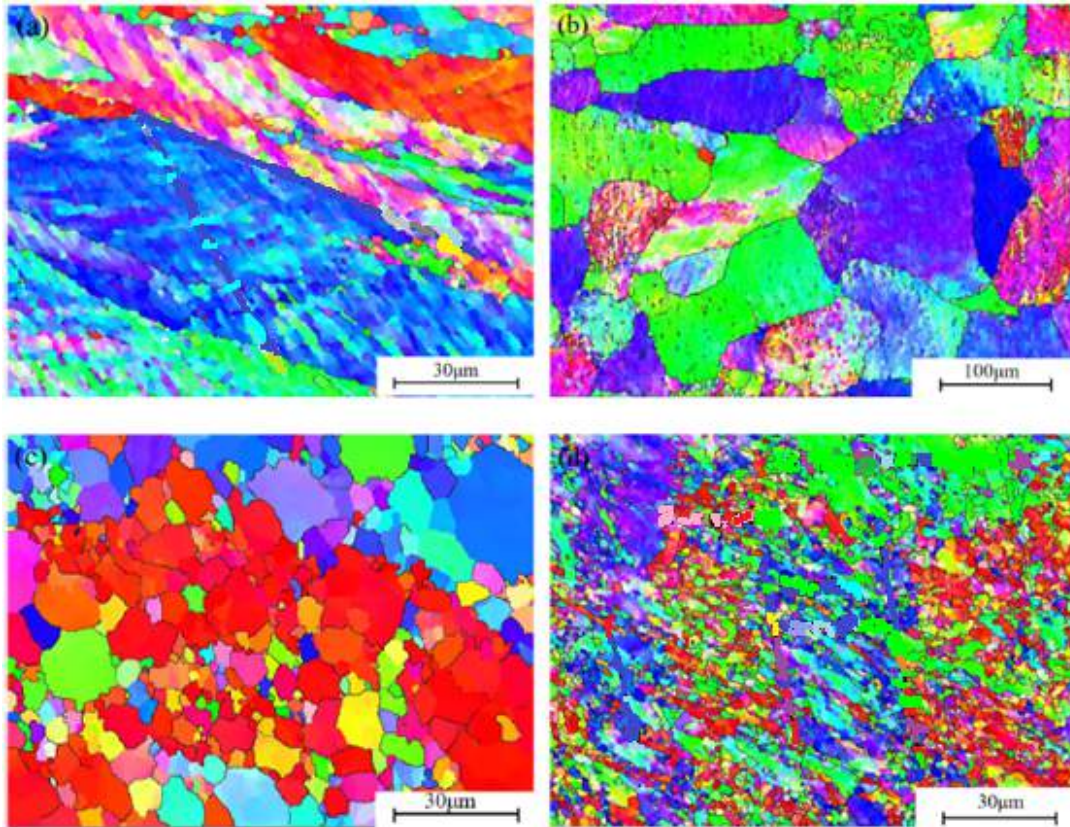


Figura 2.10 – Liga de alumínio AA8176, no qual esta foi processada por ECAP. (a) 1 Passe (ambiente); (b) 1 Passe (150 °C); (c) 4 Passes (ambiente); e (d) 4 Passes (150 °C).

Fonte – Adaptado de Shuai et al. (2020)

Sitdikov *et al.* (2012) avaliaram em seus estudos a evolução da liga comercial de alumínio Al-6Mg-0,3Sc em função do processamento por ECAP até 12 passes por meio da rota A na condição de temperatura ambiente e a morno (~250 °C). De acordo com a pesquisa, escolheu-se esta rota por ser a mais efetiva para a formação de estrutura de grãos finos com contorno de alto ângulo. Verificou-se que o material apresentou valores mais altos de dureza quando processados por ECAP em temperaturas mais baixas. Observou-se um encruamento notável nos primeiros passes, seguido por uma redução de sua taxa logo depois, até que finalmente ocorre uma estabilização desta a altas deformações. Sugeriu-se que a atenuação da dureza da microestrutura produzida por ECAP a morno, foi atribuída a aceleração da taxa de recuperação dinâmica controlando as mudanças estruturais. Na FIG. 2.11 observa-se as variações de microdureza por meio das modificações microestruturais ocorridas no material em função da variação de temperatura.

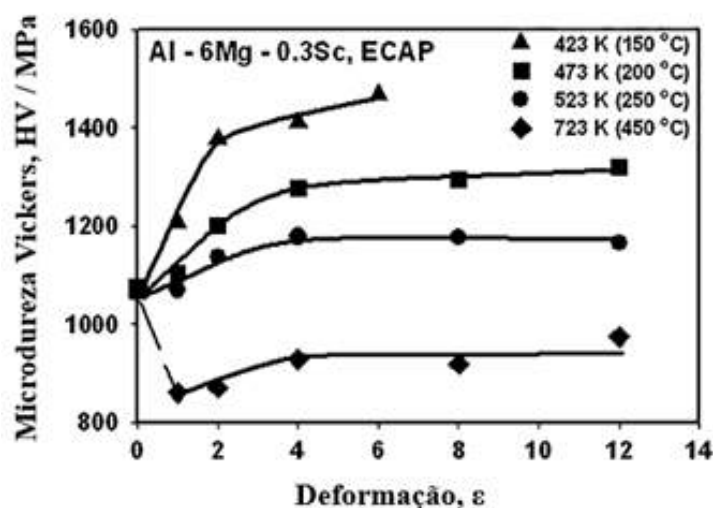


Figura 2.11 – Mudanças de dureza na liga de alumínio Al-6Mg-0,3Sc em função do processamento de ECAP submetido em temperaturas diferentes.

Fonte – Adaptado de Sitdikov et al. (2012)

Em outra pesquisa, realizada por Vijayashakhivel *et al.* (2014), é ilustrada a importância da temperatura de processamento para obtenção de maior resistência com ductibilidade para o cobre comercialmente puro. Neste estudo, o material foi processado por ECAP por meio da rota C e comparou-se suas propriedades em função de duas diferentes condições de temperatura, ambiente e a morno com 220 °C. Verificou-se que na temperatura ambiente o cobre apresentou um aumento de resistência progressiva até o terceiro passe com um desvio na dureza e no alongamento, que foi atribuído às possíveis falhas superficiais geradas depois de certo número de passes devido a variações da taxa de deformação durante o ECAP. Já no processamento a morno, verificou-se depois do primeiro e do segundo passe, que o material exibiu um aumento repentino da resistência e do seu valor de dureza. Atribuiu-se este fato ao encruamento experimentado pelo material durante os passes iniciais e sua alternância de passes por meio da rota C, onde resultou em uma recuperação da estrutura cristalina do material após o segundo passe devido a uma reversão do caminho de deformação. Demonstra-se na TAB. 2.1 a variação das características do processamento do cobre por ECAP nas duas condições diferentes de temperatura.

Tabela 2.1 – Processamento do cobre por ECAP em temperatura a frio e a morno.

ECAP (temperatura ambiente)			
Nº de Passes	LRT (MPa)	Alongamento	Dureza Vickers (Hv)
0	205	41	82
1	398	19,5	145,5
2	450	15	131,3
3	460	13	149,3
4	420	9,6	144,6
ECAP (temperatura a morno)			
Nº de Passes	LRT (MPa)	Alongamento	Dureza Vickers (Hv)
0	205	41	82
1	360	24,7	143,7
2	380	17,4	129,8
3	460	13,1	147,2
4	480	11,4	135,8

Fonte – Adaptado de Vijayashakthivel, Dath e Krishnamurthy (2014).

Khelfa *et al.* (2019) realizaram uma pesquisa onde avaliou-se a evolução microestrutural da liga de alumínio AA 6082-T6 e esta foi processada por ECAP por meio da rota Bc na condição a morno com temperatura de 250 °C. Escolheu-se realizar o ensaio nesta condição térmica para que fosse evitada trincas e a segmentação dos corpos de prova. Verificou-se neste estudo a variação da média do tamanho de grão em função do número de passes via ECAP. Antes de processado, o material apresentava tamanho de grão médio de ~32  $\mu\text{m}$  e logo depois do primeiro passe, este reduziu-se para ~3,64  $\mu\text{m}$ . Chegou-se ao fim do processo, após o oitavo passe, com 0,73  $\mu\text{m}$ . Desta forma, foi observado que a evolução da liga AA6082 a altas temperaturas apresentava comportamento similar da liga AA6060 também processada por ECAP, contudo em temperatura ambiente. Esta última liga após uma sucessão de oito passes, apresentou uma média de tamanho de grão em torno de 0,5  $\mu\text{m}$ , valor este bem próximo do encontrado para a outra liga após o mesmo número de passagens. Na FIG. 2.12 demonstra-se a redução do tamanho de grão gradativo da liga AA 6082-T6 em função do número de passes via ECAP.

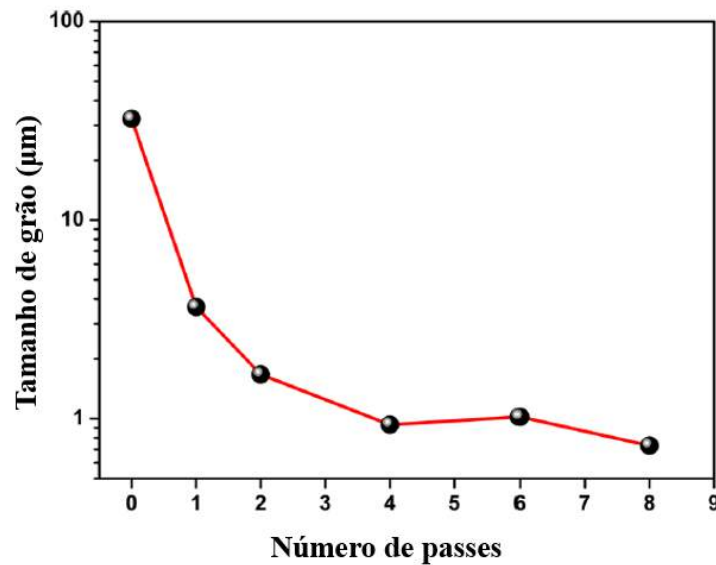


Figura 2.12 – Redução gradativa do tamanho de grão da liga AA 6082-T6 em função do número de passes via ECAP.

Fonte – Adaptado de Khelfa et al. (2019)

#### 2.2.1.2 Influência das Variáveis Metalúrgicas e Mecânicas

Mendes *et al.* (2014) realizam em sua pesquisa um estudo de refinamento de grão da liga de alumínio AA1070, que apresentava inicialmente estrutura granular grosseira. Esta redução de grão foi realizada por meio da passagem do material via extrusão em canal angular igual conduzida pela rota A. Verificou-se neste estudo que a deformação verdadeira acumulada foi de 5,95 e o tamanho de grão do material foi reduzido em 85% ao final do quinto passe, comparando-se com a sua microestrutura de partida. Neste estudo ainda foi possível verificar que o processamento via ECAP através da rota A não levou ao desenvolvimento de homogeneidade da distribuição de dureza em nenhum dos cinco passes de deformação. Verificou-se por meio deste estudo que a Rota A foi efetiva no refinamento da microestrutura e para a formação de contornos de alto ângulo. Demonstra-se na FIG.2.13 a evolução do refinamento da microestrutura ao longo dos cinco passes de deformação.

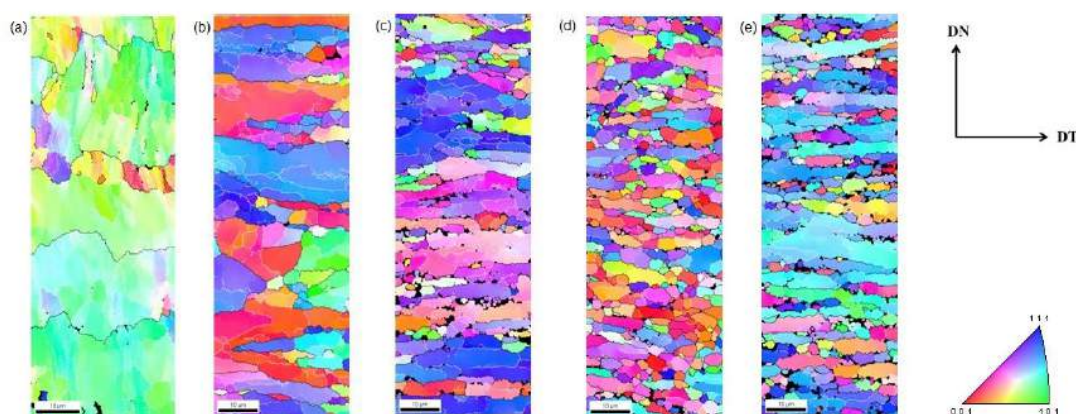


Figura 2.13 – Mapa da evolução do refinamento de grão da liga de alumínio AA1070 por meio ECAP via rota A ao longo de cinco passes. a) 1<sup>o</sup> passe, b) 2<sup>o</sup> passe, c) 3<sup>o</sup> passe, d) 4<sup>o</sup> passe e e) 5<sup>o</sup> passe.

Fonte – Adaptado de Mendes et al. (2014)

No estudo realizado por Irfan *et al.* (2017) demonstrou-se um refinamento da microestrutura do cobre comercialmente puro processado por ECAP até 4 passes. Mostrou-se que inicialmente o cobre apresentava um tamanho de grão médio de 1000 nm e após processamento 600 nm. Ainda neste estudo foi possível verificar um aumento da dureza do material em função deste refinamento da microestrutura. Notou-se que inicialmente antes de processado, o cobre apresentava valor dureza de 51 Hv e ao término do quarto passe apresentava valor de dureza de 152 Hv. Essas medições foram realizadas nas seções transversais do corpo de prova. Atribuiu-se este aumento de dureza após o primeiro passe devido a geração de discordâncias, ao aumento de densidade de discordâncias e a formação de estrutura de grãos-ultrafinos. Na FIG. 2.14 é demonstrado a refinamento da microestrutura e a evolução da dureza do cobre em função do processamento por ECAP.

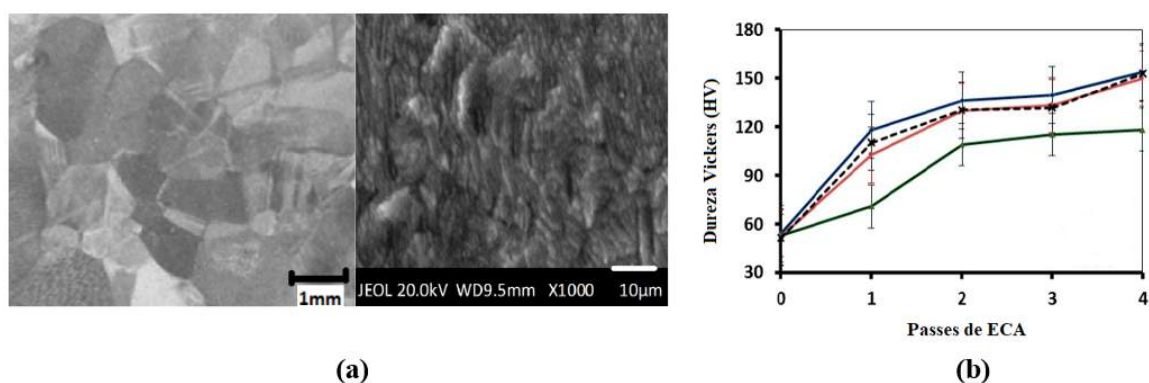


Figura 2.14 – Cobre comercialmente puro processado por ECAP. (a) Refinamento da microestrutura; e (b) Aumento da Dureza em função da evolução do número de passes.

Fonte – Adaptado de Irfan et al. (2017)



### 2.2.1.3 Influência da Textura Cristalográfica

Os materiais cristalinos no estado sólido apresentam, em geral, estrutura policristalina e estes são caracterizados quando cada grão é um cristal simples e a sua orientação difere dos demais no seu entorno. Desta forma, estes podem ser definidos como um agregado de cristais simples que podem apresentar diferentes orientações. Já os materiais policristalinos que possuem muitos grãos com a mesma orientação são caracterizados como texturizados. A textura pode ser definida de maneira mais simples como uma orientação preferencial de grãos (SUWAS; RAY, 2014). Muitas propriedades dos materiais são específicas da textura e dos níveis desta. Pode-se citar algumas delas, como: módulo de elasticidade; coeficiente de Poisson; resistência mecânica; ductilidade; dureza; permeabilidade magnética; condutividade elétrica; e expansão térmica em materiais não cristalinos (ENGLER; RANDLE, 2010).

Com as variações das direções cristalográficas e seus planos, um cristal individual pode apresentar diferentes propriedades físicas, mecânicas e químicas. A combinação dos cristais individuais, que formam um material policristalino, exerce uma importante influência sobre as propriedades desse material. Materiais cristalinos apresentam propriedades anisotrópicas em virtude dos diferentes arranjos de átomos em diferentes direções em um cristal. Já os policristalinos naturais ou fabricados, raramente apresentam orientação de grão com distribuição aleatória (SUWAS; RAY, 2014). Na maioria dos materiais há um padrão na orientação que está presente e esta tendência para formação de certa orientação é causada primeiro durante a cristalização no processo de fundição e recristalização por processos termomecânicos (ENGLER; RANDLE, 2010).

Sousa *et al.* (2018) apresentaram em seu artigo uma comparação da evolução da textura do cobre comercialmente puro. Nesta pesquisa realizou-se uma comparação entre dois processos de deformação plástica, um convencional e outro por extrusão por canal angular. Por meio das caracterizações foi possível avaliar a evolução da textura do cobre após 3 passes via ECAP por meio da rota Bc. Verificou-se neste estudo que houve uma diminuição da intensidade da textura com o avanço do número de passes, eliminando-a praticamente após o último passe. Esta redução foi devido a direção da deformação cisalhante imposta pelo processo ser diferente em cada passe, levando a uma dispersão da textura. Na FIG.2.15 demonstra-se a redução da textura com a aumento dos passes.

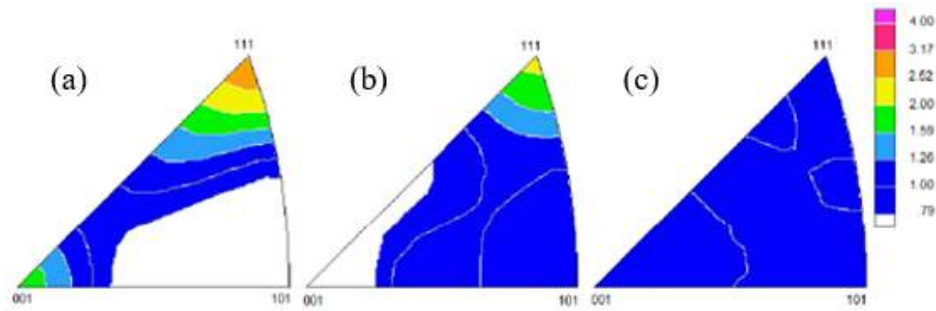


Figura 2.15 – Figuras de Polo Invertida (100) da evolução da textura das amostras de cobre puro submetidas a deformação cisalhante por meio ECAP via rota  $B_C$  após: a)1, b)2 e c)3 passes.

Fonte – Adaptado de Sousa, Sordi e Brandão (2018)

Suwas e Mondal (2019) demonstram em seu estudo diversas características da formação de textura geradas por grandes rotações de grãos devido a ação de modos diferentes de deformação plástica severa e suas mudanças microestruturais. Nesta pesquisa comparou-se alguns materiais com diferentes tipos de estrutura cristalina e em virtude do interesse da presente pesquisa, deu-se preferência aos materiais cúbicos de face centrada extrudados por canal equiangular. As texturas descritas em materiais processados por ECAP são relacionadas ao plano de cisalhamento (PC) e a direção de cisalhamento (DC). Consiste tipicamente de fibras, designadas como Fibra A com  $\{111\} \parallel PC$  e a Fibra B com  $\langle 111 \rangle \parallel DC$ . A Fibra A contém as componentes de textura A,  $\bar{A}\bar{A}$ ,  $A_1^*$ ,  $A_2^*$ , enquanto a Fibra B contém as componentes A,  $\bar{A}\bar{A}$ , B,  $\bar{B}\bar{B}$  e C, como pode ser verificado por meio da TAB. 2.2 no qual é demonstrado as componentes de textura correspondentes da Fibra A e B para materiais com estrutura com cúbica de face centrada (CFC). A maioria das componentes de textura estão alinhadas ao longo dessas fibras. As texturas envolvidas durante processos de DPS são basicamente texturas de deformação e pode-se citar como parâmetros de controle desta: o caminho de deformação imposto; fatores cristalográficos que governam os mecanismos de deformação, como por exemplo deslizamentos e maclas; e por último a textura e microestrutura iniciais.



Tabela 2.2 – Componentes de textura Fibra A e Fibra B.

CFC	
Componente	{hkl}<uvw>
A1*	(111)[-1-12]
A2*	(111)[11-2]
A	(1-11)[110]
$\bar{A}$	(-11-1)[-1-10]
B	(1-12)[110]
$\bar{B}$	(-11-2)[-1-10]
C	{001}110

Fonte – Adaptado de Suwas e Mondal (2019).

Suwas e Mondal (2019) realizaram em sua pesquisa o processamento do alumínio via ECAP. Através deste ensaio foi possível notar que as fortes texturas cúbicas presentes no material inicialmente, prevaleceram após um passe e verificou-se a presença da componente ao longo da fibra  $\langle 001 \rangle$  || TD (direção transversal). Por meio das FDOC's, observou-se um forte enfraquecimento da intensidade ao longo das componentes de textura  $A_1^*$  e C, enquanto outros componentes como  $A/\bar{A}\bar{A}$  e  $B/\bar{B}\bar{B}$  começaram a se formar. Pôde-se notar que uma textura característica se desenvolveu a partir do segundo passe e que mais passes levaram a uma mudança na intensidade relativa e a um leve desvio na posição da máxima das componentes de textura. Para a Rota A, a componente de textura mais forte foi a  $A_1^*$ ; e para a Rota  $B_C$ , a componente mais forte foram as  $B/\bar{B}\bar{B}$ . Além disso, observou-se que quando o material foi deformado pela Rota A, a textura começou a enfraquecer com os passes subsequentes. Já pela Rota  $B_C$ , a textura fortaleceu-se continuamente. Em um outro ensaio realizado com cobre, verificou-se um fortalecimento das componentes  $B/\bar{B}\bar{B}$  quando deformados através da rota A e uma forte componente  $A_1^*$  com alguma quantidade da componente  $B/\bar{B}\bar{B}$  quando deformado pela a rota  $B_C$ .

De acordo com Suwas e Mondal (2019), a heterogeneidade das texturas de ECAP em materiais CFC's dependem de alguns fatores, como: fortemente da energia de defeito de empilhamento; da textura inicial; da rota de processamento; do número de passes; e da distância do topo para a base da amostra. Afirmam que com a redução da energia de defeito de empilhamento, o fortalecimento das componentes  $B/\bar{B}\bar{B}$  ocorrem devido a propensão a maclação ou ao impedimento à atividade de deslizamento devido a presença de precipitados. Reiteram ainda que o efeito da textura inicial, diminui com o aumento do número de passes. Com a evolução da textura, a rota A apresenta um reforço com o aumento do número de passes e já a rota  $B_c$ , enfraquece à medida que se incrementa os passes. Por fim, a intensidade da textura é uma função da sua distância do topo para a base da amostra, com maior fortalecimento da textura no topo. Demonstra-se na FIG. 2.16 a evolução da textura do cobre por meio do processamento via ECAP em função das

diferentes rotas.

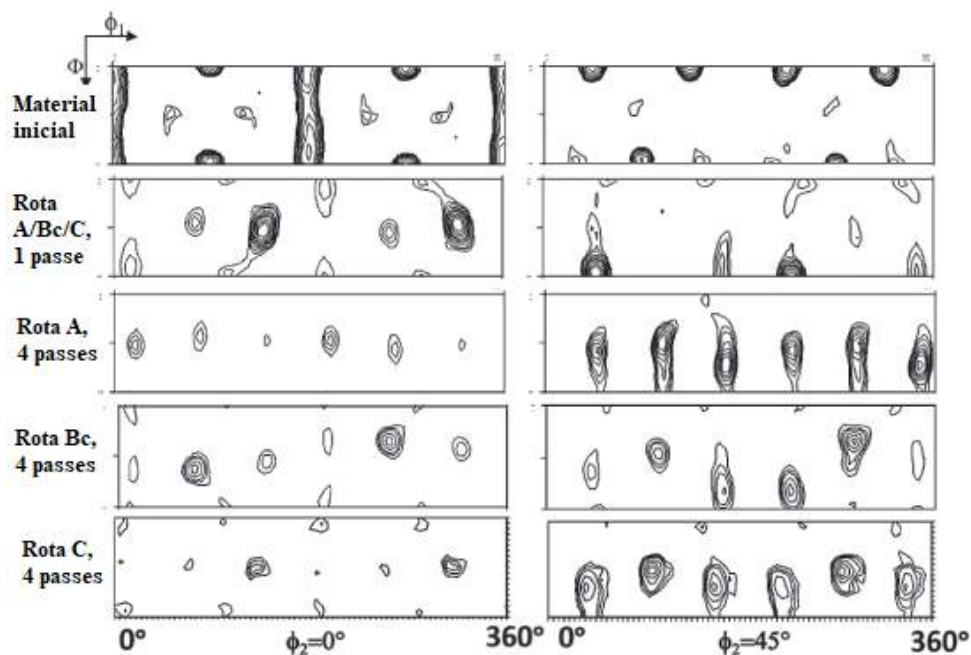


Figura 2.16 – Evolução da textura do Cu-0,3%Cr durante o processamento via ECAP em função das diferentes rotas até 4 passes.

Fonte – Adaptado de Suwas e Mondal (2019)

## 2.3 Estado da Arte

De acordo a literatura, diversas são as pesquisas realizadas (BAGHERPOUR et al., 2018; KULAGIN et al., 2019; WANG et al., 2020; HORITA et al., 2020) nos últimos anos relacionadas ao estudo de deformação plástica severa. O processo de DPS pode ser aplicado para diversos tipos de materiais como poliméricos (BELOSHENKO et al., 2019), compósitos (EDALATI, 2019; NITHEESHWARAN et al., 2020) e principalmente para materiais metálicos (AGARWAL et al., 2021; GAUTAM; BISWAS, 2021; ZHAO et al., 2021), os quais são os de maior interesse na presente pesquisa. Diversos artigos foram publicados referentes aos estudos de DPS utilizando extrusão por canal angular (AGARWAL et al., 2021; QUARTIERMEISTER et al., 2020; KRAJŇÁK et al., 2019), este que se classifica como uma das técnicas mais eficientes para o refinamento de microestruturas com tamanho de grãos abaixo de 1  $\mu\text{m}$  comparados com outras técnicas tradicionais.

Notou-se que várias dessas pesquisas (BULUTSUZ; CHROMINSKI, 2020; ABBAS; HUANG, 2020; QI et al., 2020; ZHANG et al., 2019) visavam a análise da microestrutura e suas propriedades mecânicas em relação aos processos de deformação plástica severa escolhido. Na pesquisa realizada por Akbarzadeh *et al.* (2020) foi proposto um novo método de DPS, o qual consistia em uma combinação de extrusão e o processo de ECAP. Este novo processo continha duas zonas de cisalhamento, o qual podia levar a uma estrutura

de grãos ultrafinos em um menor número de passes comparado com o processo de ECAP comum. Por meio deste estudo, verificou-se que o material apresentou uma redução de tamanho de grão de 18  $\mu\text{m}$  para 820 nm, bem como um aumento de dureza de 41,8 para 125 HV. Na FIG.2.17 é demonstrado este novo processo de DPS.

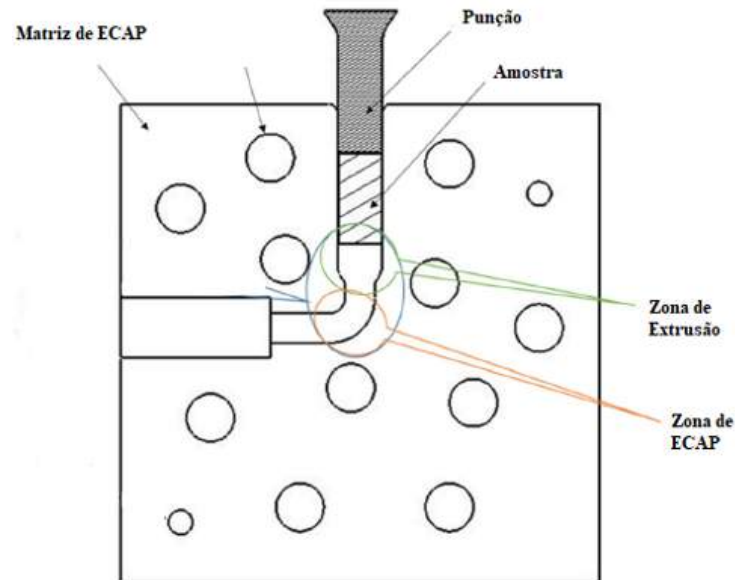


Figura 2.17 – Processo de DPS via ECAP combinado com Extrusão.

Fonte – Adaptado de Akbarzadeh et al. (2020)

Em outra pesquisa realizada por Elhefnawey *et al.* (2020), investigou-se o efeito do ECAP na liga de alumínio AA7075-T6, o qual foi sucessivamente processada até o sexto passe em temperatura ambiente através da rota  $B_C$ . Verificou-se que por meio desta pesquisa que a evolução do número de passes, houve um efeito direto na microdureza do material. A amostra como recebida apresentava uma dureza de 165 HV e depois de processada através de todos os 6 passes de ECAP, alcançou um valor de dureza de 223 HV aproximadamente. De acordo com os autores, este aumento de microdureza foi atribuído ao refinamento de grão, a alta densidade de discordâncias e a fragmentação dos precipitados para o formato de finas esferas que foram induzidas durante o processo de ECAP. Demonstra-se na FIG. 2.18 a evolução da microdureza em função da evolução do número de passes.

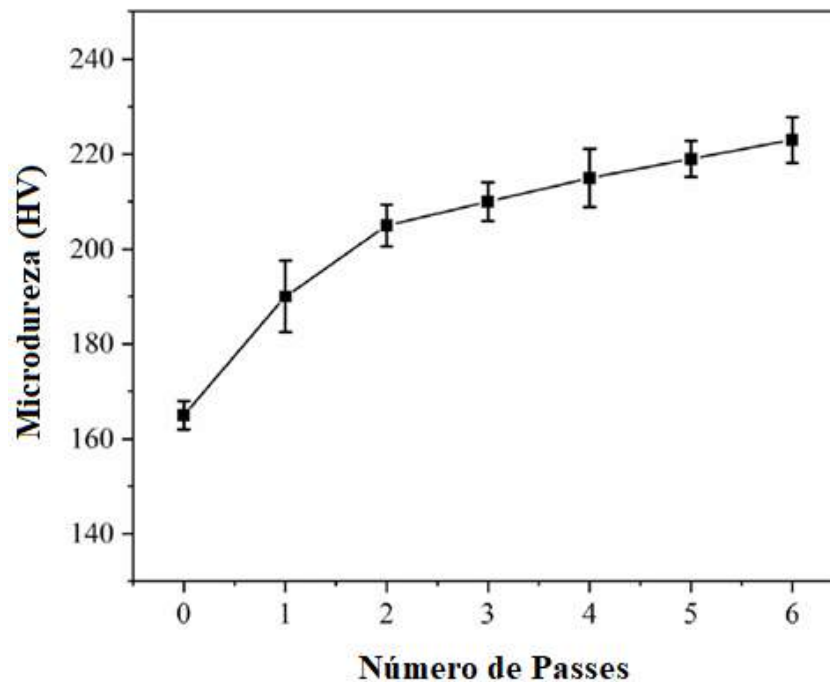


Figura 2.18 – Evolução da microdureza da liga de alumínio AA7075-T6 em função do número de passes de ECAP.

Fonte – Adaptado de Elhefnawey et al. (2020)

No estudo realizado por Alawadhi *et al.* (2021), buscou-se avaliar a relação da resistência com a ductilidade do cobre livre de oxigênio com grãos ultrafinos, processado por ECAP via rota Bc na temperatura ambiente. Foi possível notar através da análise da evolução microestrutural que o material inicialmente recozido contém relativamente grandes grãos com uma média de tamanho de 24  $\mu\text{m}$  com 88% apresentando contorno de alto ângulo e chegando ao fim de todos os passes, apresentando uma microestrutura homogênea com contornos bem definidos. Apresenta também uma matriz de grãos equiaxiais com tamanho médio de aproximadamente 0,6  $\mu\text{m}$  com 88% apresentando contorno de alto ângulo. Esta evolução da microestrutura pode ser verificada na FIG.2.19.

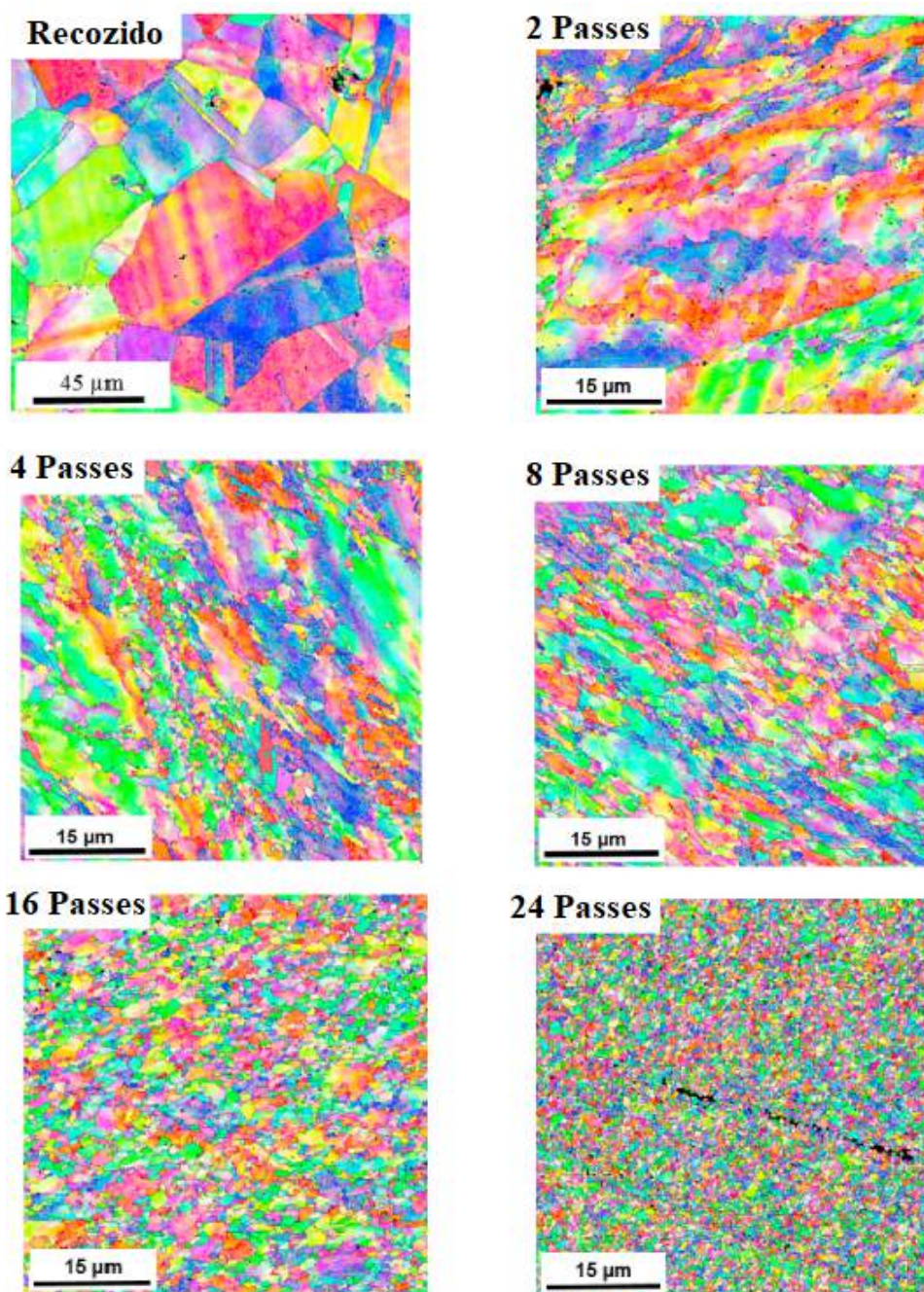


Figura 2.19 – Evolução da microestrutura em função do número de passes de ECAP.

Fonte – Adaptado de Alawadhi et al. (2021)

Ainda na pesquisa realizada por Alawadhi *et al.* (2021), verificou-se que a densidade de discordâncias variou com o número de passes de ECAP, partindo de  $\sim 3,9 \cdot 10^{12} \text{ m}^{-2}$  na condição inicial recozida, mas aumenta para um valor máximo de  $\sim 4,0 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$  depois de 16 passes e volta a decrescer para  $\sim 2,2 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$  depois dos 24 passes. Este decréscimo depois de um alto número de passes pode ser entendida pelo o processo de recuperação dinâmica pelo o qual o material passa. A microdureza é outra característica do material que muda de acordo com o número de passes. Inicialmente apresenta um valor de 41 Hv para a amostra apenas recozida, mas aumenta abruptamente para 105 Hv depois



de 2 passes, chegando ao seu máximo valor de 120 Hv depois de 16 passes, embora volte a decrescer ligeiramente chegando ao valor de 112 Hv depois dos 24 passes, porém de forma muito mais significativa observa-se o decréscimo da densidade de discordâncias. Esta redução do valor da microdureza também pode ser justificada pela recuperação dinâmica apresentada pelo material. Demonstra-se na figura FIG.2.20 a evolução da densidade de discordâncias e do valor de microdureza Vickers em função do número de passes de ECAP.

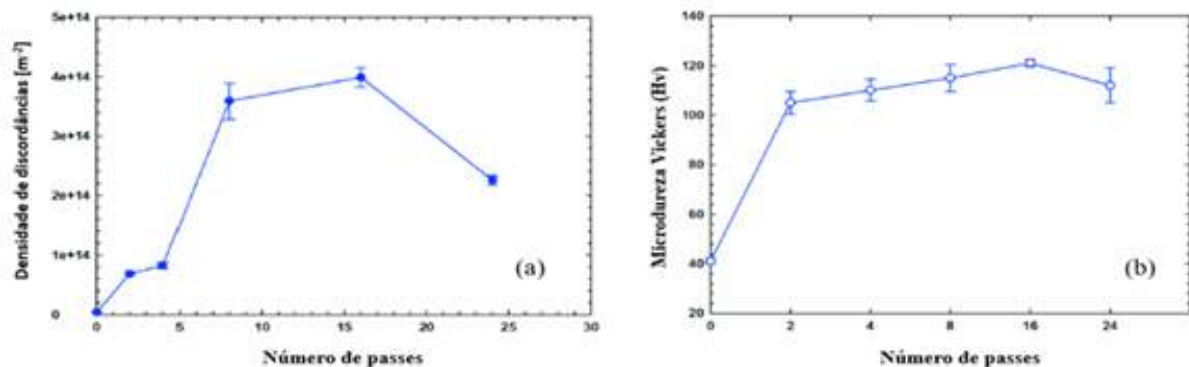


Figura 2.20 – Modificações das propriedades mecânicas do cobre livre de oxigênio em função do aumento do número de passes de ECAP. (a) Evolução da densidade de discordâncias; (b) evolução da microdureza Vickers .

Fonte – Adaptado de Alawadhi et al. (2021)

Na pesquisa realizada por Safari e Joudaki (2020) comparou-se as propriedades mecânicas de dois materiais que passaram por refinamento de grão através de um método de deformação plástica severa. Utilizaram-se nesta pesquisa o alumínio comercialmente puro e a liga de alumínio AA6063, os quais foram processados por ECAP em duas condições de temperatura (ambiente e a 150 °C) por meio da rota C até 8 passes. Neste ensaio, para a deformação das amostras utilizou-se uma matriz com ângulo entre canais de  $\Phi = 120^\circ$  e um ângulo de curva de  $\phi = 20^\circ$ . Depois de processados, realizou-se um ensaio de tração com os corpos de prova e desta forma, comparou-se os valores de dureza com os resultados obtidos de limite de resistência desses dois materiais em função da evolução no número de passes. Verifica-se por meio da FIG.2.21 que a liga de alumínio AA6063 apresentou um incremento de seu limite de resistência a tração, enquanto que seu valor de dureza apresentou um pequeno aumento nos primeiros passes e mantendo-se praticamente constante nos passes subsequentes. Já o alumínio puro apresentou comportamento oposto, apresentando um pequeno aumento do limite de resistência a tração após os passes iniciais e mantendo-se praticamente constante nos passes restantes, ao mesmo tempo que o valor de dureza evoluiu de forma gradativa na sequência do número de passes nas duas condições de temperatura.

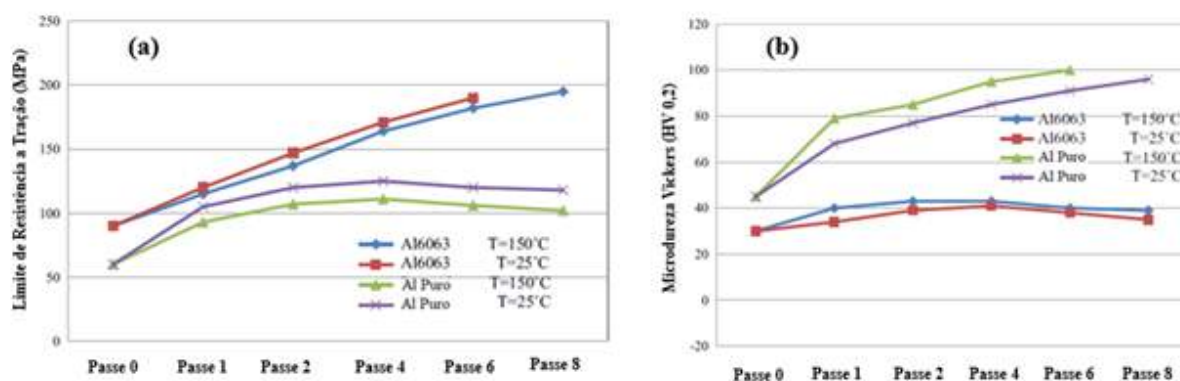


Figura 2.21 – Mudanças das propriedades mecânicas do alumínio comercialmente puro e da liga de alumínio AA6063 em função do subsequente número de passes de ECAP: (a) Evolução do limite de resistência à tração; (b) evolução da microdureza Vickers.

Fonte – Adaptado de Safari e Joudaki (2020)

Em uma outra pesquisa realizada por Huang *et al.* (2020), efetuou-se o processamento da liga Cu-0,25Se-0,25Te por ECAP através da rota BC até 8 passes em temperatura ambiente. Neste estudo investigou-se as propriedades do material em função das mudanças microestruturais. Desta forma, notou-se que o material antes de ser processado consistia em uma microestrutura não deformada e com grãos equiaxiais com tamanho médio de 80  $\mu\text{m}$ . Já após o primeiro passe, este apresentava uma característica microestrutural mais heterogênea, com grãos deformados de maneira desigual com comprimento de 50  $\mu\text{m}$  e largura em torno de 20  $\mu\text{m}$ . Depois da realização do segundo e o quarto passes, os grãos apresentavam-se mais alongados ao longo do plano de cisalhamento e uma estrutura em forma de tiras apareceu. Notou-se também que os grãos ao término do quarto passe, exibiam aparentemente uma largura menor do que a apresentada após o segundo passe. Ao término do oitavo passe, observou-se que os grãos em formatos de tiras foram fracionados em grãos finos e equiaxiais com tamanho em torno de 5  $\mu\text{m}$ . Verifica-se na FIG.2.22 as diferentes microestruturas apresentadas depois do processamento por ECAP.

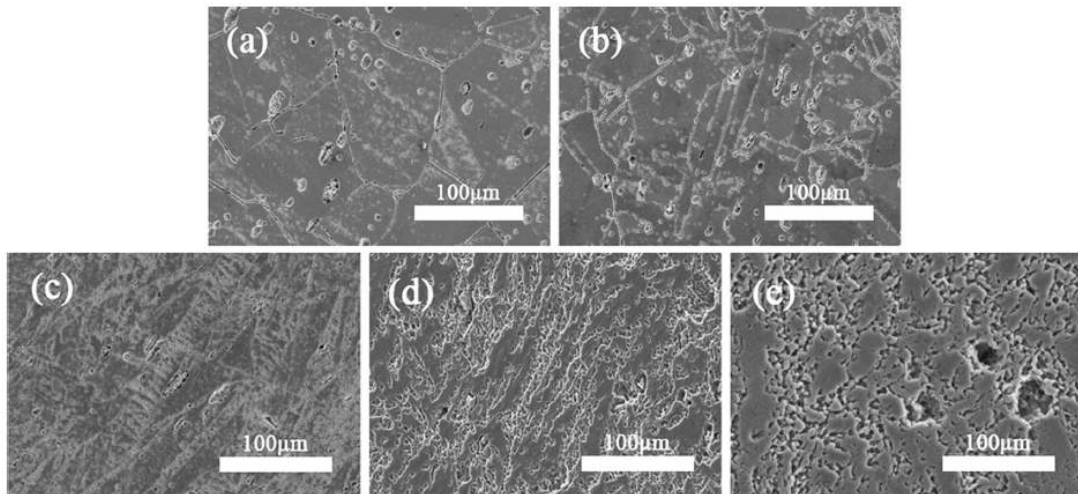


Figura 2.22 – Microestruturas das amostras da liga Cu-0,25Se-0,25T depois de diferentes passes de ECAP: (a) 0 passes; (b) 1 passe; (c) 2 passes; (d) 4 passes; e (e) 8 passes.

Fonte – Adaptado de Huang et al. (2020)

Huang *et al.* (2020) ainda avaliaram as variações ocorridas nos valores de microdureza do material em função do aumento do número de passes através do processamento por extrusão em canal angular. Observou-se que houve uma melhora notável da dureza após o primeiro passe, tendo um aumento gradual na continuação do processo devido ao refinamento da microestrutura. O aumento da dureza ocorreu devido a redução do tamanho de grão e ao aumento do número de discordâncias e da deformação. Avaliou-se também neste estudo, o efeito da temperatura de recozimento das amostras após processadas e sua relação com a microestrutura e as propriedades mecânicas. Demonstra-se na FIG.2.23 o efeito da temperatura de recozimento na condutividade elétrica e na dureza das amostras em função da evolução do número de passes de ECAP.



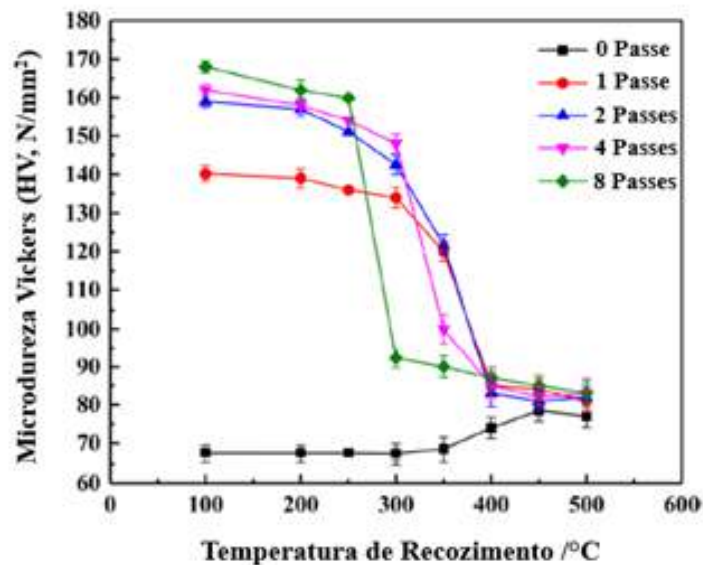


Figura 2.23 – Efeito da temperatura de recozimento na microdureza das amostras da liga Cu-0,25Se-0,25T submetidas aos diferentes números de passes de ECAP.

Fonte – Adaptado de Huang et al. (2020)

Zhao *et al.* (2020) realizaram em sua pesquisa onde comparou-se as propriedades mecânicas e microestruturais da liga de alumínio 6063 que foi submetida ao processamento por ECAP em três condições de temperatura através da rota  $B_C$  até 8 passes. As temperaturas escolhidas para a realização dos testes foram a ambiente, 200 °C e por fim, duas etapas de temperaturas de acordo com os pesquisadores, onde inicialmente foi realizado o primeiro passe a 200 °C e os subsequentes em temperatura ambiente. Verifica-se na FIG.2.24 as mudanças microestruturais apresentadas pelo material antes de processado e após o primeiro passe em duas condições de temperatura. Foi observado pelos autores que os grãos originalmente equiaxiais foram alongados praticamente ao longo da direção de cisalhamento devido a deformação severa cisalhante. Algumas subestruturas ocorreram nas amostras deformadas como bandas de deslizamento e de deformação, derivados dos deslizamentos cristalográficos. A liga também apresentou bandas de cisalhamento derivados da deformação localizada, as quais tinham um ângulo de 45° com a direção de extrusão e sendo paralelo com a direção de cisalhamento.

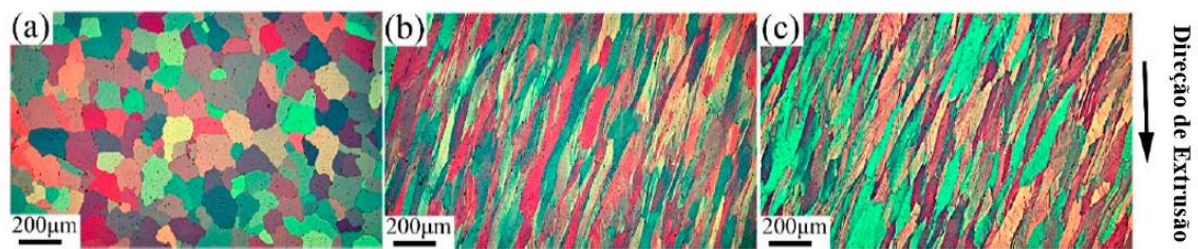


Figura 2.24 – Microestrutura da liga de alumínio 6063 em diferentes condições: (a) antes de processada por ECAP; (b) processada após um passe em temperatura ambiente; e (c) processada após um passe a 200 °C

Fonte – Adaptado de Zhao et al. (2020).

Demonstrou-se ainda neste estudo apresentado por Zhao *et al.* (2020) a avaliação da dureza Vickers apresentada pelo material nas diferentes condições de temperatura em função da evolução do número de passes. Notou-se que o processamento via extrusão em canal angular a 200 °C levou a uma redução do valor de dureza com os passes subsequentes. Já na condição de ambiente e em duas etapas de temperatura, proporcionaram uma melhora gradual da dureza com o aumento do número de passes. Verifica-se na FIG.2.25 esta evolução desta propriedade mecânica citada em função da sequência de passes de ECAP.

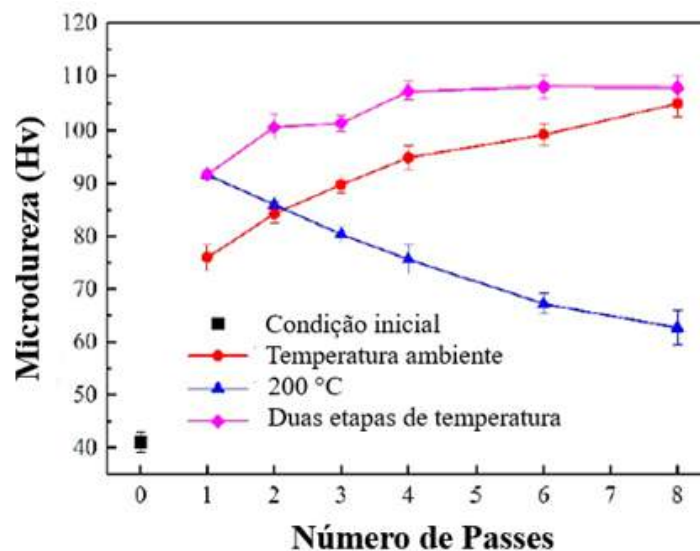


Figura 2.25 – Evolução da microdureza da liga de alumínio 6063 em função do número de passes do processamento por ECAP em diferentes condições de temperatura.

Fonte – Adaptado de Zhao et al. (2020).

Em outra pesquisa, Alateyah *et al.* (2021) realizaram o processamento do cobre puro através de ECAP em dois regimes diferentes de temperatura, ambiente e à 200 °C. Em ambas as condições foram realizados até 4 passes pela Rota Bc. Para o processamento das

amostras foi utilizada uma matriz que possuía ângulo interno de  $\phi = 120^\circ$  na interseção dos canais e um ângulo externo de  $\psi = 20^\circ$ . Com esta geometria foi imposta uma deformação equivalente em torno de 0,65 por passe, valor este bem próximo da obtido pela matriz utilizada na presente pesquisa, que é de 0,67. Neste estudo verificou-se as propriedades mecânicas e a distribuição de dureza das amostras nas diferentes condições de temperatura e números de passes de ECAP. Demonstra-se na TAB. 2.3 as propriedades mecânicas obtidas em tração das amostras nas diferentes condições e número de passes do processamento por ECAP e seus respectivos valores de dureza.

Tabela 2.3 – Propriedades mecânicas obtidas em tração e valores de dureza do cobre puro processadas por ECAP

Cond. de Proces.	Temp. de Proces.	Valor de Dureza (HV)		Lim. Esc. (MPa)	LRT (MPa)	Along. (%)
		Centro	Perifér.			
Estado Inicial	—	$55 \pm 2$	$55 \pm 2$	122	170	41,5
1-P	Temp. Ambiente	$108 \pm 2$	$126 \pm 2$	280	299,5	25,3
2-B <sub>C</sub>		$115 \pm 2$	$129 \pm 2$	324	364	25,3
4-B <sub>C</sub>		$127 \pm 2$	$158 \pm 3$	272	381	30
1-P	200 °C	$102 \pm 1$	$116 \pm 3$	292	302	26,8
4-B <sub>C</sub>		$113 \pm 2$	$128 \pm 1$	292	330	28,5

Fonte – Adaptado de Alateyah et al. (2021).

Ainda neste estudo feito por Alateyah *et al.* (2021), verificou-se a evolução microestrutural e a textura cristalográfica do material nas diferentes etapas do processo de deformação plástica severa por ECAP. Foi observado que após o primeiro passe em temperatura ambiente, ocorreu o refinamento da microestrutura, onde esta partiu inicialmente com tamanho de grão com  $3,89 \mu\text{m}$  e após ser processado, reduziu para abaixo de submicrons e com uma alta densidade de maclas. Além disto, verificou-se um aumento notável da densidade de contornos de grão de baixo ângulo. Na TAB. 2.4 demonstra-se o refinamento de tamanho de grão em função das diferentes condições de processamento de ECAP e temperatura.

Tabela 2.4 – Refinamento de tamanho de grão do cobre puro em função das diferentes temperatura e condições de processamento de ECAP.

Cond.de Proces.	Temp.de Proces.	Tam.Grão Médio ( $\mu m$ )	Desv. Pad. ( $\mu m$ )	Tam.Grão Min. ( $\mu m$ )	Tam.Grão Máx. ( $\mu m$ )
Estado Inicial	—	5,1	3,7	0,2	27,2
1-P	Temp. Ambiente	3,9	2	0,6	25,5
2-Bc		3,0	2,5	1,2	24,0
4-Bc		3,5	3	1,2	24
1-P	200°C	4,4	3,4	1,2	21,7
4-Bc		2,5	1,7	1,2	15,5

Fonte – Adaptado de Alateyah et al. (2021).

Alateyah *et al.* (2021) demonstraram que o material antes de deformado por ECAP, apresentava uma alta intensidade de textura em torno de 7 vezes, entretanto logo após o primeiro passe, esta foi completamente transformada para uma textura de cisalhamento simples com intensidade em torno de 4. Os pesquisadores verificaram também que após o segundo e o quarto passe através da rota B<sub>C</sub>, a textura parecia completamente à textura de cisalhamento simples em torno de 7 novamente. Verifica-se na FIG.2.26 as figuras de polo características das texturas das amostras em diferentes condições de processamento por ECAP.

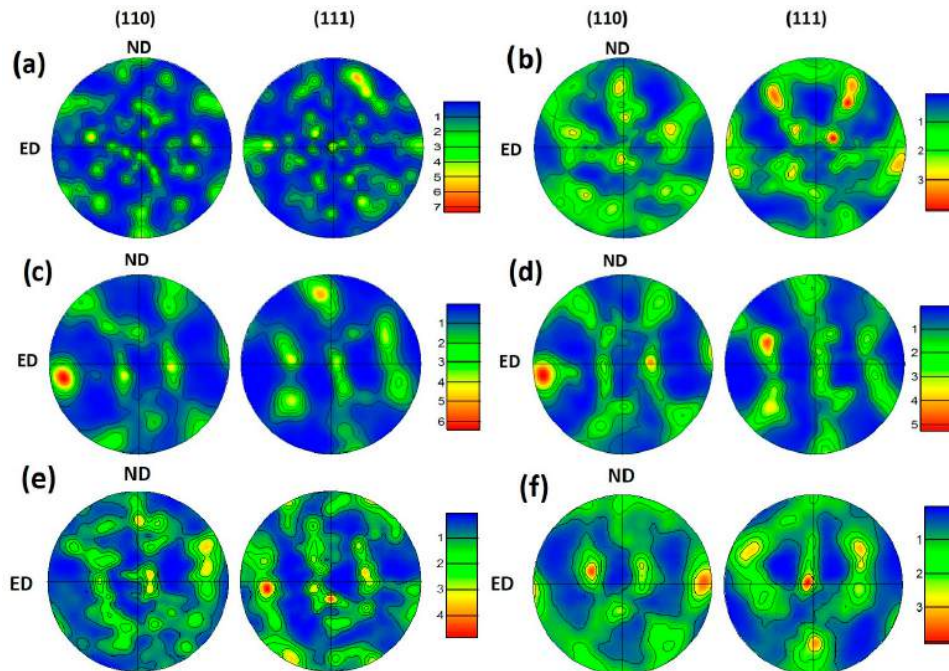


Figura 2.26 – Figuras de polo (110) e (111) do Cu comercialmente puro. (a) Material na condição inicial; (b) 1 passe – temp. ambiente; (c) 2º passe Rota Bc – temp. ambiente; (d) 4º passe Rota Bc – temp. ambiente; (e) 1 passe – 200 °C; e (f) 4º passe Rota Bc – 200 °C.

Fonte – Adaptado de Alateyah et al. (2021).

Sendo assim, pode-se observar que o processo de ECAP é uma boa alternativa quando deseja-se obter uma microestrutura com tamanho de grão submicrométrico, podendo chegar até a uma escala nanométrica. Desta forma, classifica-se como uma das técnicas mais eficientes para este fim. Além disso, a deformação plástica severa por ECAP, é um processo que cada vez mais vem se consolidando como uma excelente opção para o aumento da dureza nos materiais metálicos por meio do refinamento de grão. Diante deste quadro, o presente trabalho propôs a realização do processamento do cobre eletrolítico por ECAP por meio de duas rotas até 4 passes, realizando o ensaio em duas diferentes condições de temperaturas, para que ao final deste processo, fossem comparados as propriedades microestruturais e os valores de dureza obtidos.

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

Neste trabalho realizou-se um estudo das características microestruturais do cobre eletrolítico processado por deformação plástica severa via extrusão por canal angular em diferentes condições de processamento. Para isto, o material foi deformado em duas temperaturas (ambiente e a morno) e por até 4 passes, por duas rotas diferentes, rota A e B<sub>C</sub>. Além disso, para este trabalho, foram realizadas as caracterizações microestruturais por meio de difração de raios X e microscopia de varredura eletrônica. Por meio destas técnicas, analisou-se a evolução da textura e a sua variação de densidade de discordâncias em função da sucessiva passagem do material pela matriz até o quarto passe, para ambas condições de temperatura. Em paralelo à caracterização microestrutural, realizou-se também a análise de microdureza Vickers nas amostras de cada etapa do processo. Para uma melhor compreensão dos procedimentos experimentais realizados nesta pesquisa, foi disposto na FIG.3.1 um fluxograma demonstrando todas as etapas.

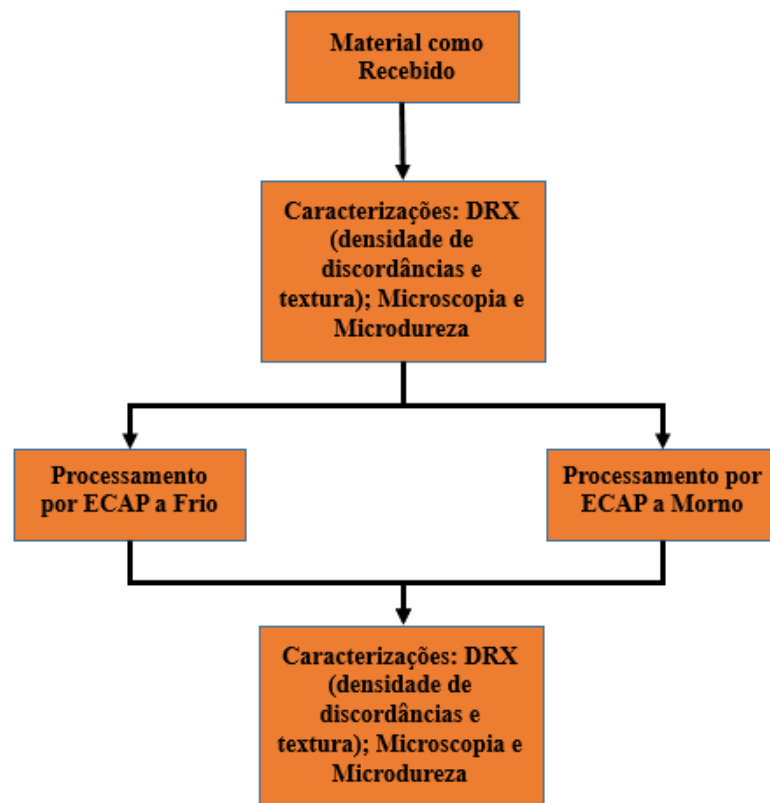


Figura 3.1 – Fluxograma das etapas experimentais.

### 3.1 Material Utilizado

O material desta pesquisa consistiu no cobre eletrolítico fornecido pela empresa Paranapanema. O material foi adquirido em barras de 1 metro de seção circular com diâmetro de 9,56 mm. De acordo com as informações passadas pelo fornecedor, a composição química do cobre eletrolítico pode ser verificada na TAB. 3.1.

Tabela 3.1 – Limites de Composição Química do Cobre Eletrolítico 6060 (%).

Cu	O
99,998	0,0002

De acordo com a empresa fornecedora do material, para a fabricação das barras redondas, o cobre passou por extrusão contínua, seguido de trefilação por máquinas automáticas. Deu-se preferência para este material por ser monofásico, uma microestrutura simples, bem conhecido e de grande quantidade disponível de dados experimentais na literatura para efeito de comparação de resultados. O cobre puro já apresenta uma boa conformabilidade em temperatura ambiente e mesmo assim foi submetido ao ensaio a morno para que fossem também analisadas as mudanças microestruturais, texturais e de sua propriedade dureza em função da temperatura de processamento. Sendo assim, foi possível acompanhar as variações de dureza, à medida que se aumentava o número de passes ao longo do processo de ECAP.

Para a confecção das amostras, as barras de seção circular recebidas foram seccionadas em corpos de prova com comprimento de 80 mm por uma cortadora metalográfica modelo CM 40 Teclago. Foram cortados nessas dimensões para que atendessem às dimensões da matriz. Na FIG.3.2 verifica-se os corpos de prova que foram utilizados no processo de ECAP.

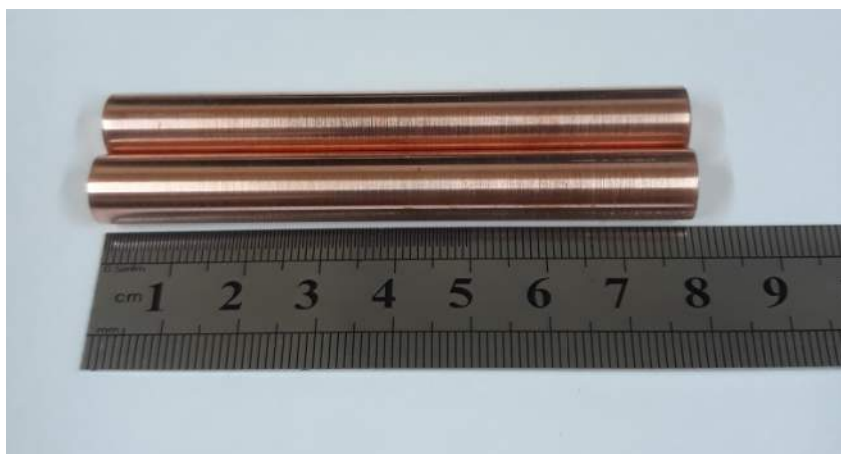


Figura 3.2 – Corpos de prova para o processo de ECAP.

### 3.1.1 Nomenclatura das Amostras

As amostras foram classificadas de acordo com o número de passes e a rota escolhida (Rota A ou Bc) que foram submetidas no ensaio via ECAP. Além disto, foram diferenciadas por meio da sua condição de temperatura. Na TAB. 3.2 verificam-se como foram estruturadas essa diferenciação das amostras para cada uma de suas condições.

Tabela 3.2 – Sigla das amostras e suas condições.

SIGLA	CONDIÇÃO
CR	Cobre como recebido
1PF	processada via ECAP com 1 Passe a frio
2PRAF	processada via ECAP com 2 Passes pela rota A a frio
3PRAF	processada via ECAP com 3 Passes pela rota A a frio
4PRAF	processada via ECAP com 4 Passes pela rota A a frio
2PRBCF	processada via ECAP com 2 Passes pela rota Bc a frio
3PRBCF	processada via ECAP com 3 Passes pela rota Bc a frio
4PRBCF	processada via ECAP com 4 Passes pela rota Bc a frio
1PM	processada via ECAP com 1 Passe a morno
2PRAM	processada via ECAP com 2 Passes pela rota A a morno
3PRAM	processada via ECAP com 3 Passes pela rota A a morno
4PRAM	processada via ECAP com 4 Passes pela rota A a morno
2PRBCM	processada via ECAP com 2 Passes pela rota Bc a morno
3PRBCM	processada via ECAP com 3 Passes pela rota Bc a morno
4PRBCM	processada via ECAP com 4 Passes pela rota Bc a morno

## 3.2 Deformação Plástica Severa via ECAP

As amostras de cobre foram submetidas ao processo de deformação plástica severa via extrusão por canal angular para que fossem analisadas as suas modificações microestruturais e sua variação de dureza em função do grande acúmulo de deformação imposta ao material nas diferentes temperaturas. O ensaio foi realizado nas dependências do Laboratório de Instrumentação e Tecnologia Mecânica (LITMec) no Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF).

### 3.2.1 ECAP a Frio

Para a realização do processo de ECAP a frio este estudo utilizou uma matriz projetada e desenvolvida numa parceria entre o IME e o laboratório de Instrumentação e Tecnologia Mecânica do CBPF. Após várias readequações e ajustes no projeto, a matriz foi confeccionada. O presente trabalho acadêmico é o primeiro estudo de DPS por ECAP realizado por completo nas dependências do IME utilizando esta matriz.



Esta matriz foi confeccionada com aço ferramenta H13 e seus canais foram nitretados para que garantisse uma maior resistência ao desgaste, importantes em função dos esforços sofridos com o processo de ECAP. No desenvolvimento da matriz, algumas características mecânicas tiveram que ser devidamente analisadas antes da sua confecção de fato. Pode-se citar algumas delas como: determinação do número de furos na camisa para que fosse garantida uma boa área de contato entre a camisa e matriz; determinação da distribuição dos furos para um melhor alinhamento das matrizes, sendo esta bipartida; adoçamento dos ângulos em cantos vivos e avaliação da melhor espessura das paredes da camisa da matriz para que garantisse uma maior segurança durante o ensaio; e por último, determinação de um sistema de fácil remoção do corpo de prova, caso este travasse durante o ensaio de ECAP. Na FIG.3.3 demonstra-se como ficou o projeto da matriz depois de finalizado, após todo estudo realizado para a sua confecção.

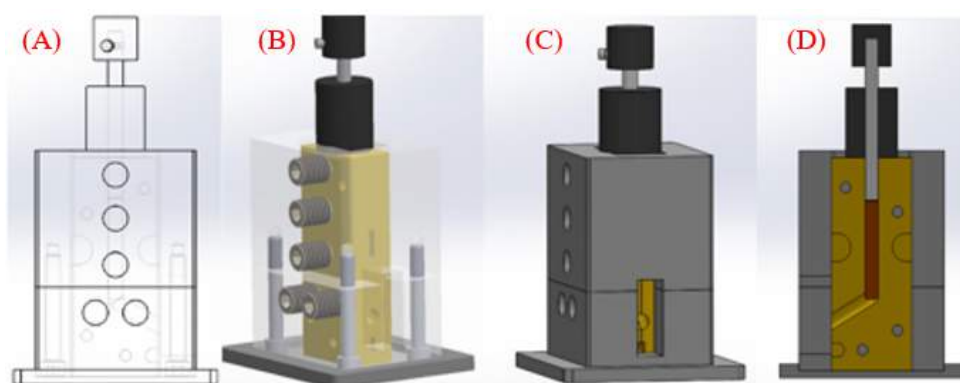


Figura 3.3 – Projeto da Matriz de ECAP desenvolvida no IME. (A) Esquemático, (B) Desenho 3D, (C) Projeto completo (vista externa) e (D) Desenho do corte evidenciando os detalhes internos.

A matriz foi provida de um canal com  $\Phi = 120^\circ$ ,  $\psi = 23^\circ$ ,  $R = 4$  e  $r = 2$  e diâmetro de 10 mm, conforme mostrado na FIG.3.4 esquemática.

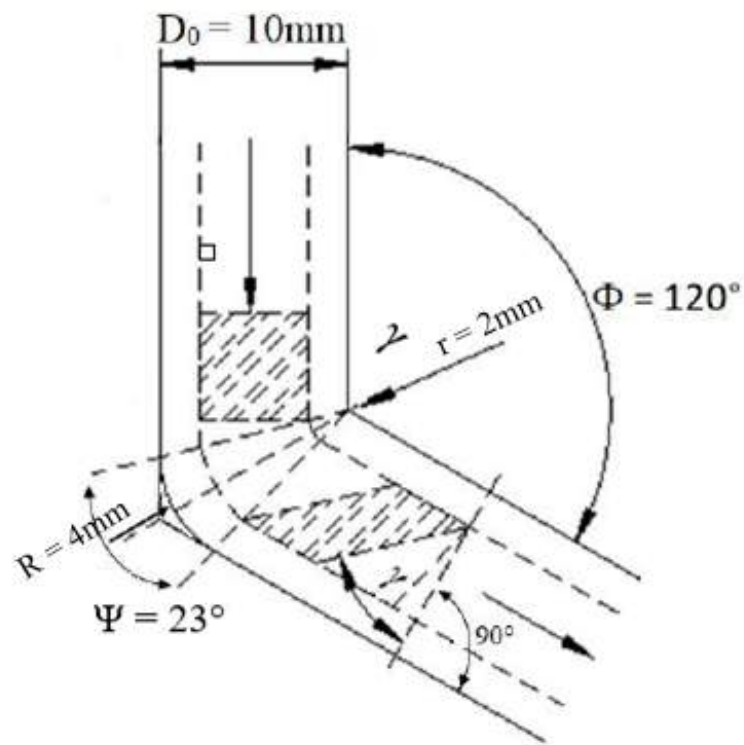


Figura 3.4 – Esquemático da Matriz de ECAP desenvolvida no IME.

Na FIG.3.5 é apresentada a matriz que foi confeccionada para o ensaio de ECAP.

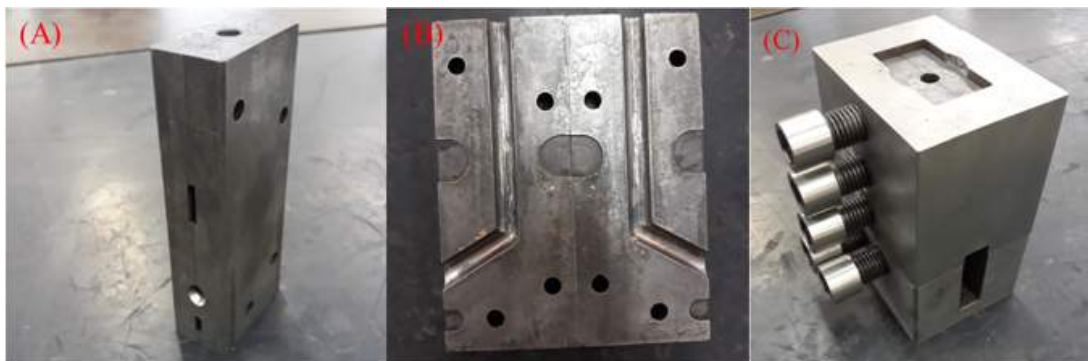


Figura 3.5 – Matriz de ECAP. (A) Matriz fechada, (B) bipartida e (C) montada com a camisa.

Na FIG.3.6 é apresentado o aparato montado para a realização do ensaio de ECAP a frio, no qual foi utilizado uma prensa hidráulica modelo 37 da fabricante Panambra, carga máxima de operação de 40 toneladas.



Figura 3.6 – Aparato montado para o ensaio de DPS via ECAP a frio.

Na TAB. 3.3 é mostrado a deformação equivalente correspondente a configuração desta matriz, como resultado para cada passe efetuado.

Tabela 3.3 – Deformação equivalente para cada passe de ECAP.

<b>Passes</b>	<b><math>\epsilon_{\text{equivalente}}</math></b>
1	0,67
2	1,33
3	2,00
4	2,67

Antes das amostras serem deformadas, necessitaram ser devidamente lixadas para um perfeito acabamento superficial, para que desta forma o atrito entre a amostra e o canal da matriz fosse o menor possível. Também auxiliando na redução do atrito, utilizou-se um óleo lubrificante desemgripante e uma graxa com composição de grafite com bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ). As amostras foram submetidas ao processo de lixamento na sequência de 400, 600, 1200 e 2000 mesh antes da realização de cada passe. Após deformadas, as amostras necessitaram ser usinadas em um torno mecânico modelo Nardini-350, gerando uma folga mínima para que se readequassem novamente ao diâmetro do canal da matriz.

A cada passe do ECAP a frio, foi utilizada uma carga de aproximadamente de 7000 kgf. As amostras como recebidas (CR) foram processadas por duas diferentes rotas de ECAP, os quais foram realizadas 4 passagens dos corpos de prova em cada uma delas. As duas rotas escolhidas, foram: Rota A (todos os passes do corpo de prova sempre com a mesma orientação) e a Rota Bc (rotação de  $90^\circ$  no sentido anti-horário a cada passe).

### 3.2.2 ECAP a Morno

Para a realização dos ensaios de ECAP a morno, foi utilizada a mesma matriz do processo a frio, descrito na detalhadamente no subitem anterior. Para esta condição de ensaio, necessitou-se da construção de um forno que atendesse às necessidades experimentais do presente estudo.

Para o desenvolvimento do forno, considerou-se como parâmetro as dimensões da matriz. Este projeto baseou-se em um protótipo desenvolvido e construído pelo professor Julio Cesar Soares de Oliveira do IME. Em conjunto a isto, utilizou-se exemplos disponíveis na literatura de outros tipos de fornos que empregaram sistemas de aquecimento semelhantes, embora para outras aplicações.

Um desses estudos, foi o realizado por Lee *et al.* (2015), onde foi construído um forno de lâmpadas halógenas para a realização de testes termomecânicos por meio de ensaios de tração em alta temperatura. Já Sarin *et al.* (2006), desenvolveu-se um outro forno com princípio construtivo por meio de lâmpadas halógenas, que tinha como finalidade ser utilizado como um forno de imagem térmica para conduzir experimentos de difração de Raios X em alta temperatura. Em uma outra pesquisa, realizada por Lorenz *et al.* (1993), confeccionou-se um forno de espelhos para operar com difração de nêutrons em alta temperatura, e tinha também como elemento de aquecimento lâmpadas halógenas.

Baseando nesses estudos precedentes, fabricou-se o forno da presente pesquisa utilizando-se uma estrutura de alumínio de seção tubular com espessura de parede de aproximadamente de 3 mm. Empregou-se 4 lâmpadas halógenas do tipo palito de 190 mm, com potência de 1000 W e alimentação 127 V. Na conexão das lâmpadas, utilizaram-se soquetes do tipo R7s, os quais foram dispostos equidistantes na parte interna no forno para que houvesse uma distribuição térmica mais homogênea na câmara interna. No Apêndice A encontra-se o desenho técnico e as vistas do projeto do forno de lâmpadas halógenas construído para o ensaio de ECAP a morno.

O estudo de análise térmica, resultou-se de cálculos em função do material utilizado na confecção da matriz e seu volume, e por fim baseou-se na temperatura que desejava-se atingir durante o ensaio a morno na presente pesquisa. A fim de reduzir a troca térmica do interior da câmara com o ambiente externo, foi instalado uma manta cerâmica maleável de 25 mm de espessura, e esta foi fixada na parede interna da estrutura do forno por meio de uma pasta adesiva para alta temperatura. Na FIG. 3.7 demonstra-se o forno que foi construído no Laboratório de Tratamentos Termomecânicos do IME. Além disso, demonstra-se no Apêndice B o aparato que foi montado da matriz de ECAP com o forno de lâmpadas para realização do ensaio a morno.

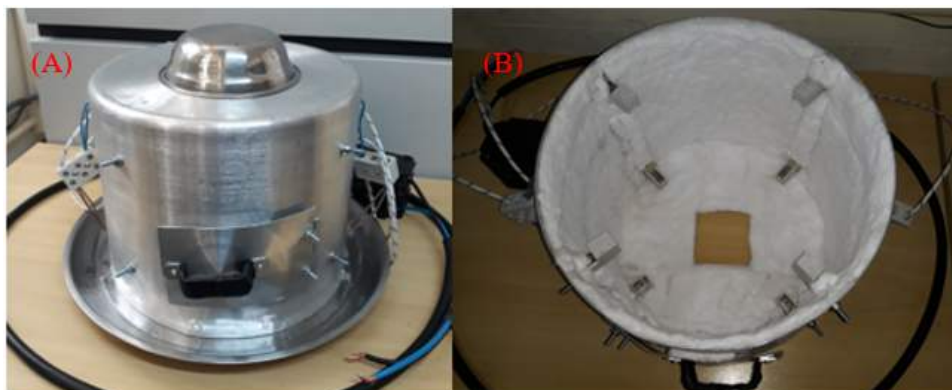


Figura 3.7 – Forno para os ensaios termomecânicos por DPS construído no IME. (A) Vista externa do equipamento e (B) Detalhes internos.

O circuito elétrico do forno foi alimentado por meio de um transformador de potência ajustável (Variac), fabricado pela General Radio Co., tipo 50 A, entrada 127 V, corrente máxima de operação de 45 A, tensão máxima de 135 V e carga máxima de 5 kVA. A montagem do circuito elétrico foi composta por um cabo de 6 mm com proteção para alta temperatura e outro comum de 10 mm de diâmetro. Para a interligação dos cabos, utilizaram-se 2 conectores de cerâmica e um disjuntor para chaveamento do circuito. O Variac utilizado na alimentação e no controle de temperatura do forno é demonstrado na FIG.3.8.



Figura 3.8 – Variac utilizado na alimentação do forno.

As amostras nesta condição a morno foram processadas na faixa de aproximadamente 350 °C, o qual foi escolhida em função de outros estudos que realizaram o processamento do cobre por ECAP a morno, como por exemplo nos trabalhos de Bahadori *et al.* (2013) e Neishi *et al.* (2001). Particularmente utilizou-se uma graxa a base de cobre e bissulfeto de molibdênio ( $\text{MoS}_2$ ) resistente à altas temperaturas, tendo como finalidade reduzir o atrito. As amostras, após cada passe, foram usinadas no torno mecânico modelo

Nardini-350. Foi utilizada uma carga de aproximadamente de 1000 Kgf em cada passe do ECAP a morno, também para esta condição de temperatura, as amostras como recebidas (CR) foram processadas nas duas diferentes rotas de ECAP até 4 passes.

### 3.3 Caracterizações das Amostras

Primeiramente seccionou-se os corpos de prova em duas partes (A e B) por meio de uma cortadora metalográfica. Em seguida, utilizou-se uma máquina de corte de precisão, com disco diamantado, para seccioná-las de maneira simétrica no sentido longitudinal, e na FIG. 3.9 são mostrados esses cortes. Após esse processo, as amostras foram embutidas em resina de secagem a frio. Na parte A foram realizadas as caracterizações por DRX, microscopia e microdureza, o qual esta última também foi realizada na parte B.

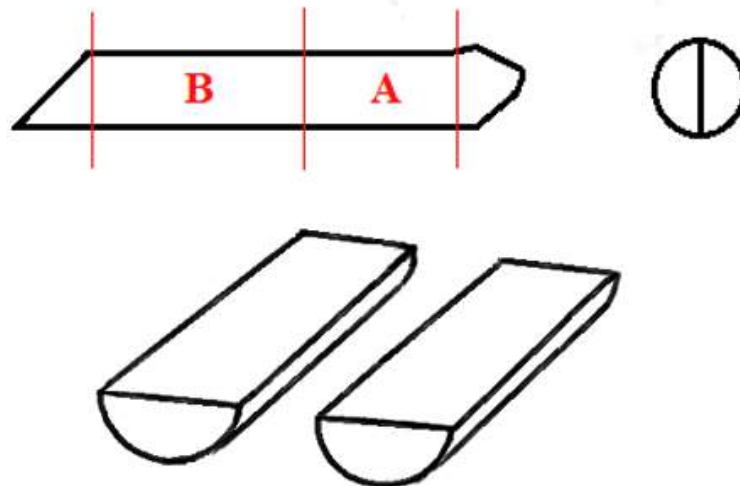


Figura 3.9 – Cortes das amostras de ECAP para realização das caracterizações.

#### 3.3.1 Análise de Microdureza Vickers

Para a realização do ensaio de microdureza Vickers utilizou-se a norma ASTM E384. Os ensaios foram realizados nas dependências do Laboratório de Materiais (LAMAT) do Centro Federal de Educação Tecnológica do Rio de Janeiro (Cefet/RJ). O equipamento para esta análise foi um microdurômetro Wilson Instruments, Modelo 422MVD. Realizaram-se 15 indentações com a aplicação de carga de 100 gf por 15 segundos, onde estas foram divididas em três perfis de microdureza com cinco medições no início, meio e fim do corpo de prova como demonstrado na FIG.3.10.

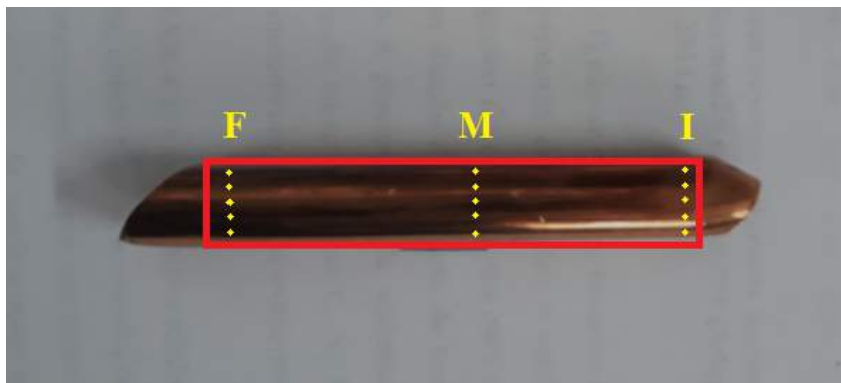


Figura 3.10 – Medições de microdureza Vickers ao longo do CP de ECAP processado.

### 3.3.1.1 Preparação das Amostras para Análise de Microdureza

Para a preparação das amostras para a análise de microdureza, as amostras foram submetidas ao processo de lixamento na sequência de 400, 600, 1200 mesh. Em seguida foi realizado o polimento por meio de pasta de diamante de 6  $\mu\text{m}$ . Ambos os processos, como lixamento e polimento, foram realizados em uma lixadeira semi-automáticas AROTEC ARAPOL 2V.

### 3.3.2 Microscopia de Varredura Eletrônica (MEV)

Para as análises microestruturais, utilizou-se um microscópio de varredura eletrônica (MEV), modelo FEI Quanta FEG 250 nas dependências do Instituto Militar de Engenharia. Os parâmetros para realização das aquisições das imagens através do MEV, podem ser verificados na TAB. 3.4.

Tabela 3.4 – Parâmetros para realização das imagens no MEV.

Parâmetros	Valores
Tensão	10 kV
Distância de trabalho (WD)	10,0 mm
Spot Size	5
Abertura	5

#### 3.3.2.1 Preparação das Amostras para Análise de MEV

Para a análise de microscopia, iniciou-se a preparação das amostras a partir do processo de lixamento por meio da sequência de 400, 600, 1200, 2000, 2500 e 4000 mesh. Realizou-se posteriormente o polimento com a utilização das pasta com partículas de diamante de tamanhos 6 e 1  $\mu\text{m}$ . Tanto para o processo de lixamento, quanto o de polimento, fez-se a utilização da lixadeira semi-automáticas de modelo AROTEC ARAPOL 2V. Por fim, as amostras foram atacadas quimicamente por meio da solução com composição seguir (VANDER, 1984):

- 5 parte de ácido nítrico PA ( $HNO_3$ );
- 5 partes de ácido acético PA ( $CH_3CO_2H$ );
- 1 parte de ácido fosfórico PA ( $H_3PO_3$ ).

### 3.3.3 Análise de Densidade de Discordâncias

Os difratogramas gerados para a análise de densidade de discordância foram obtidos por meio de um difratômetro X'PERT PRO MRD da empresa PANalytical no laboratório de Difração de Raios-X (DRX) do Instituto Militar de Engenharia. Para a inserção dos parâmetros de operação do equipamento, utilizou-se o software X'Pert Data Collector versão 2.2j, sendo os ensaios realizados na configuração foco linha. Os difratogramas das amostras foram gerados aplicando-se os parâmetros instrumentais de acordo com a tabela a TAB. 3.5.

Tabela 3.5 – Parâmetros instrumentais utilizados na Difração de Raios X.

Parâmetros	Valores
Radiação	Co ( $\lambda_1 = 1,789010$ )
Filtro	Fe
Tensão do tubo	40 kV
Corrente do tubo	40 mA
<i>Soller Slit</i>	0,04 rad
<i>Mask</i>	15 mm
<i>Anti-scatter slit</i>	2°
<i>Divergence slit</i>	1°
<i>Step size</i>	0,03°
<i>Time per step</i>	50 s
<i>Scan range</i>	45° - 120°

Por meio das informações obtidas nos difratogramas, realizou-se os cálculos de densidade de discordância utilizando-se o programa CMWP disponível gratuitamente no site <http://csendes.elte.hu/cmwp/doc/cmwpintro.html>. Este programa tem a finalidade de determinar parâmetros microestruturais a partir dos perfis de difrações, sendo um desses a densidade de discordância. Aplica-se este software para análises de materiais que possuem rede cristalina hexagonal ou cúbica, sendo esta última a selecionada para os cálculos do cobre. Desta forma, obtém-se um padrão de difração teórico representado por funções analíticas no qual este ajusta-se por meio do método dos mínimos quadrados não linear ao padrão resultante da análise de difração de Raios X. Os procedimentos operacionais do CMWP foram os mesmos utilizados por Sousa (2014).



### 3.3.3.1 Preparação das Amostras para Análise de Densidade de Discordâncias

As amostras foram inicialmente lixadas por meio do sequenciamento de 400, 600 e 1200 mesh. Logo após este processo, realizou-se o polimento destas com a utilização de uma pasta de diamante sintéticos com tamanho de partícula com até 6  $\mu\text{m}$ . Uma lixadeira semi-automáticas AROTEC ARAPOL 2V foi utilizada para ambos os processos citados, lixamento e polimento. Para que fosse realizado um alívio de tensão superficial das amostras, utilizou-se uma solução de 2% de ácido nítrico diluído em álcool.

### 3.3.4 Análise de Textura Cristalográfica

Para a análise de textura utilizou-se o difratômetro, modelo X'PERT PRO MRD da empresa PANalytical no laboratório de DRX do IME, na configuração foco ponto e goniômetro modelo PW 3050/60. Na TAB. 3.6 verifica-se os parâmetros instrumentais para a análise de textura e para este procedimento utilizou-se o software X'Pert Data Collector. As figuras de polo foram obtidas a partir de medições nos planos (111), (200) e (220). Os resultados da análise de textura cristalográfica foram observados através da função de distribuição de orientação cristalinas (FDOC) obtidos pelo programa popLA.

Tabela 3.6 – Parâmetros instrumentais utilizados na análise de textura.

Parâmetros	Valores
Radiação	Co ( $\lambda_1 = 1,789010 \text{ \AA}$ )
Filtro	Fe
Tensão do tubo	40 kV
Corrente do tubo	40 mA
<i>Mask</i>	4 mm
<i>Divergence slit</i>	4°
<i>Step size</i>	5,00°
<i>Scan range</i>	0° - 360°

A partir das FDOC's, determinou-se também por meio do software popLA o fator de severidade de textura (FST) das amostras em função de cada condição de processamento. Este parâmetro foi proposto por Kallend e Davies (1972), no qual este determina uma medida do desvio padrão da FDOC quando comparada a uma mostra sem textura, que neste caso apresentaria valor nulo. Verifica-se na FIG.3.11 a imagem capturada no programa após o processamento dos dados de uma das amostras.

```

DOSBox 0.74, Cpu speed: 3000 cycles, Frameskip 0, Program: CUBAN2
200 Reflection, Trunc. error = .16 Normalization = .10E+01
220 Reflection, Trunc. error = .15 Normalization = .10E+01
Severity = .689. Generated to l = 22

ERROR ESTIMATES: 1. Polefigures
L      MEAN      111      200      220
0      .228E-06  .233E-06  .225E-06  .225E-06
2      .203E-02  .176E-02  .291E-02  .883E-03
4      .214E-02  .585E-03  .358E-02  .784E-03
6      .834E-03  .101E-02  .660E-03  .801E-03
8      .112E-02  .915E-03  .124E-02  .118E-02
10     .486E-03  .680E-03  .430E-03  .246E-03
12     .152E-03  .212E-03  .443E-04  .149E-03
14     .350E-03  .431E-03  .239E-03  .354E-03
16     .180E-03  .370E-04  .138E-03  .277E-03
18     .110E-03  .158E-03  .616E-04  .854E-04
20     .956E-04  .928E-04  .593E-04  .124E-03
22     .481E-04  .419E-05  .372E-04  .744E-04
ALL    .672E-01  .524E-01  .930E-01  .463E-01

2. Estimated avg. error in ODF .17
RE-ESTIMATING MISSING PARTS OF POLEFIGURES
Writing harmonic coefficients to 1P .HCF
Print out Wlm coefficients ? Y

```

Figura 3.11 – Dado de uma das amostras evidenciado do fator de severidade de textura (FST) após processamento pelo o programa popLA.

### 3.3.4.1 Preparação das Amostras para Análise de Textura

Para esta caracterização, utilizou-se o mesmo procedimento de preparação pelo qual passaram as amostras para a análise de densidade de discordâncias. Consistiu no lixamento das amostras na sequência de 400, 600 e 1200 mesh, seguido de polimento mecânico com pasta de diamante de 6  $\mu\text{m}$ . Para o alívio de tensão superficial utilizou-se uma solução de 2% de ácido nítrico diluído em álcool.

## 4 RESULTADOS

### 4.1 Resultados da Análise Metalográfica

Para a análise metalográfica utilizaram-se as imagens obtidas através do microscópio de varredura eletrônica. A princípio realizou-se a imagem da amostra do cobre como recebido para análise de sua microestrutura. Demonstra-se na FIG. 4.1 a imagem do cobre como recebido. Como pode ser observado, o cobre nesta condição inicial, apresentava uma microestrutura heterogênea com diferentes tamanhos dos grãos e não equiaxiais.

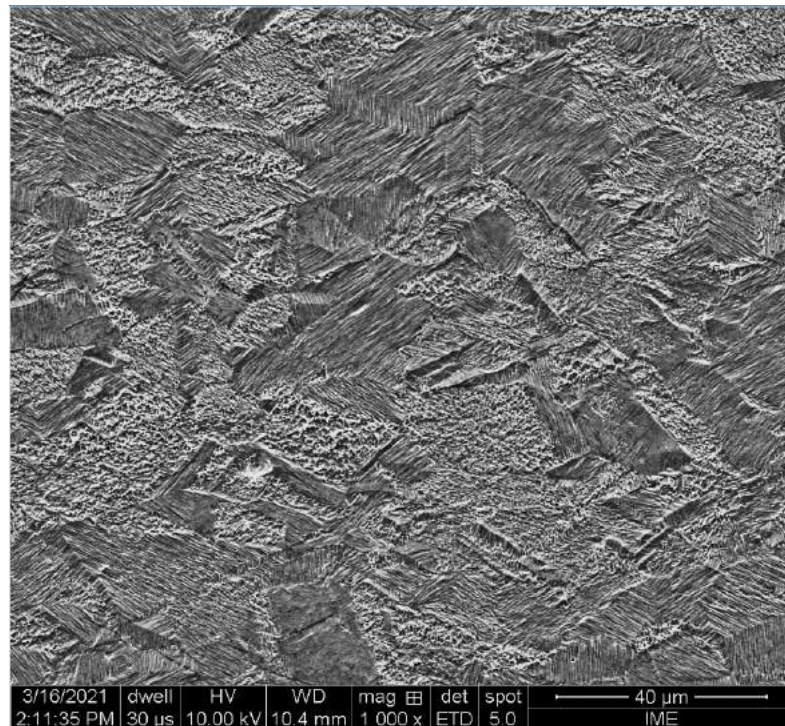


Figura 4.1 – Imagem da amostra de cobre como recebido (aumento de 1000x).

As imagens das amostras deformadas por ECAP foram realizadas nas amostras processadas com apenas um passe nas diferentes condições de temperatura. Verifica-se na FIG. 4.2, as imagens da microestrutura do cobre após o primeiro passe a frio (a) e a morno (b).

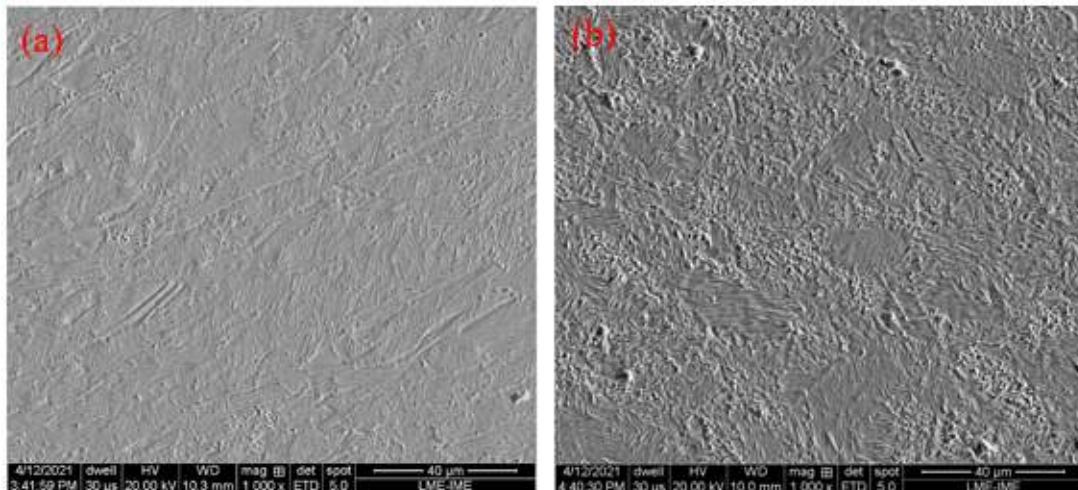


Figura 4.2 – Microestrutura das amostras de cobre como recebidas após o primeiro passe por ECAP (aumento de 1000x). (a) primeiro passe a frio (1PF); (b) primeiro passe a morno (1PM).

Como pode ser observado pela FIG.4.2(a), a microestrutura do cobre após o primeiro passe por ECAP a frio, apresentou uma microestrutura bastante deformada e alongada na direção da deformação por cisalhamento. Já por meio da FIG.4.2(b), onde verifica-se a microestrutura do cobre após o primeiro passe por ECAP a morno, nota-se uma microestrutura ainda deformada, porém não alongada e mais equiaxial, aparentemente apresentando menor deformação plástica quando comparados com os observados pelo ensaio em temperatura ambiente.

## 4.2 Resultados do Ensaio de Microdureza

A análise de dureza foi realizada nas amostras em todas as condições de passes e rotas com suas respectivas condições de temperatura, incluindo a no estado como recebido. Demonstra-se na TAB. 4.1 o resultado de dureza da amostra como recebida (CR). Nas 4.2 e 4.3 os resultados de dureza das amostras processadas por ECAP a frio e a morno, respectivamente.

Tabela 4.1 – Resultado de microdureza das amostras CR.

Amostras	Microdureza (HV0,1)
CR	102,41 ± 1,48

Tabela 4.2 – Resultado de microdureza (HV0,1) das amostras processadas a frio por ECAP.

	<b>Rota A</b>	<b>Rota Bc</b>
<b>1P</b>	128,05 ± 3,06	
<b>2P</b>	133,38 ± 3,29	133,74 ± 2,86
<b>3P</b>	133,70 ± 5,01	134,65 ± 7,10
<b>4P</b>	132,97 ± 6,64	138,78 ± 3,66

Tabela 4.3 – Resultado de microdureza (HV0,1) das amostras processadas a morno por ECAP.

	<b>Rota A</b>	<b>Rota Bc</b>
<b>1P</b>	74,18 ± 9,19	
<b>2P</b>	67,31 ± 2,63	76,02 ± 10,56
<b>3P</b>	64,89 ± 4,81	71,63 ± 5,83
<b>4P</b>	70,28 ± 6,24	66,99 ± 6,09

Por meio dos dados da TAB. 4.2 pode-se observar que os valores de dureza aumentaram gradualmente com o aumento do número de passes, de maneira notável após o primeiro passe. Este aumento pode ser atribuído principalmente ao encruamento do material e ao refinamento do grão. Nos passes subsequentes para ambas as rotas, houve um aumento de dureza menor quando comparado com o primeiro passe. Desta forma, a dureza manteve-se constante até a última passagem do corpo de prova.

Já através dos dados da TAB. 4.3 das amostras processadas a morno, observa-se que houve uma redução brusca do valor de dureza após o primeiro passe quando comparado com o material como recebido possivelmente pela contribuição de processo de recuperação que possivelmente ocorreu durante o ensaio.

### 4.3 Resultados da Análise de Densidade de Discordâncias

Os resultados da análise de densidade de discordâncias foram realizados para todas as amostras em cada condição de processamento, incluindo as antes de deformadas. Este resultado pôde ser obtido por meio do tratamento de dados, onde foi possível determinar a sua variação de acordo com a sequência do número de passes de ECAP. Na TAB. 4.4 demonstra-se o valor de densidade de discordância para a amostra CR. Pode ser verificado também por meio da TAB. 4.5 os valores obtidos de densidade de discordâncias ao término do processamento das amostras na condição a frio e na TAB. 4.6 os obtidos para a condição a morno. As reduções das densidades de discordâncias observadas na última tabela sustentam a afirmativa de recuperação ocorrida nos ensaios a morno.

Tabela 4.4 – Resultado da análise de  $\rho(1/cm)^2$  das amostras de Cu CR.

<b>Amostras</b>	<b>Microdureza (HV0,1)</b>
CR	$1,17 \cdot 10^{11}$

Tabela 4.5 – Resultado da análise de  $\rho(1/cm)^2$  das amostras de Cu do processamento a frio por ECAP.

	<b>Rota A</b>	<b>Rota Bc</b>
<b>1P</b>	$1,73 \cdot 10^{11}$	
<b>2P</b>	$1,58 \cdot 10^{11}$	$1,53 \cdot 10^{11}$
<b>3P</b>	$1,18 \cdot 10^{11}$	$1,48 \cdot 10^{11}$
<b>4P</b>	$1,30 \cdot 10^{11}$	$1,51 \cdot 10^{11}$

Tabela 4.6 – Resultado da análise de densidade de  $\rho(1/cm)^2$  das amostras de Cu do processamento a morno por ECAP.

	<b>Rota A</b>	<b>Rota Bc</b>
<b>1P</b>	$1,05 \cdot 10^{11}$	
<b>2P</b>	$1,50 \cdot 10^{11}$	$1,37 \cdot 10^{11}$
<b>3P</b>	$1,16 \cdot 10^{11}$	$1,37 \cdot 10^{11}$
<b>4P</b>	$1,10 \cdot 10^{11}$	$4,46 \cdot 10^{10}$

## 4.4 Resultados da Análise de Textura

A análise de textura foi realizada por meio de DRX e posteriormente com o tratamento desses dados obtidos, gerou-se as funções de distribuição de orientação cristalográficas (FDOC's). Desta forma, foram realizadas para cada condição de processamento das amostras por ECAP em função do número de passes e rotas em ambas as temperaturas analisadas. Os resultados de textura foram analisados caracterizando-se duas fibras parciais: (i) fibra A -  $(111) \parallel ND$  (plano de cisalhamento) contendo A  $(1-11)[110]$ ,  $\bar{A}\bar{A}(-11-1)[-1-10]$ ,  $A_1^*(111)[-1-12]$ ,  $A_2^*(111)[11-2]$ ; e (ii) Fibra B -  $(110) \parallel ED$  (direção de cisalhamento) composta como componente ideais de A  $(1-11)[110]$ ,  $\bar{A}\bar{A}(-11-1)[-1-10]$ , B  $(1-12)[110]$ ,  $\bar{B}\bar{B}(-11-2)[-1-10]$  e C  $\{001\} \langle 110 \rangle$ . Utilizou-se ábaco na notação Bunge para a interpretação das FDOC's como demonstrado na FIG. 4.3.

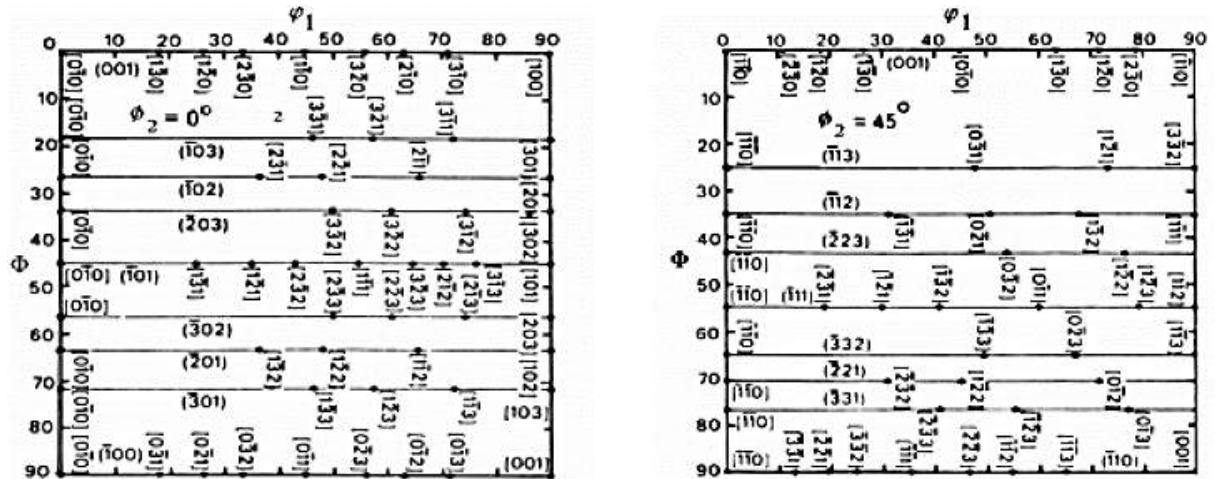


Figura 4.3 – Ábacos na notação Bunge para a interpretação das FDOC’s para as seções  $\phi_2 = 0^\circ$  e  $\phi_2 = 45^\circ$ .

Para a análise dos resultados de textura da presente pesquisa, baseou-se nas componentes de textura características para materiais CFCs deformados por cisalhamento simples como descritos anteriormente. Estas informações podem ser verificadas na TAB. 4.7.

Tabela 4.7 – Componentes de textura Fibra A e Fibra B.

Notação	{hkl}<uvw>
A <sub>1</sub> *	(111)[-1-12]
A <sub>2</sub> *	(111)[11-2]
A	(1-11)[110]
$\bar{A}\bar{A}$	(-11-1)[-1-10]
B	(1-12)[110]
$\bar{B}$	(-11-2)[-1-10]
C	{001}110

Fonte – Adaptado de Suwas e Mondal (2019), Higuera e Cabrera (2013), Higuera-Cobos, Berríos-Ortiz e Cabrera (2014).

De acordo com as variações da textura apresentada pelo material em função da sua recuperação, foram utilizadas também para auxiliar na análise dos resultados de textura da presente pesquisa, as componentes de textura de recristalização para materiais CFCs. Demonstra-se essas componentes na TAB. 4.8.

Tabela 4.8 – Componentes de textura de recristalização para materiais CFCs.

Notação	{hkl}<uvw>
Cubo (C)	{001}<100>
Cubo Rodado (RC)	{001}<110>
Cubo RD	{013}<100>
Cubo ND	{001}<310>
Goss (G)	{011}<100> {110}<001>
Goss Rodado (RG)	{112}<111>
Cobre (Cu)	{112}<111>
Cobre Rodado (RCu)	{112}<110>
Latão (B)	{011}<211> {110}<112>
Latão Rodado (RB)	{110}<111>
P	{011}<122>
Q	{013}<231>

Fonte – Adaptado de Higuera-Cobos, Berríos-Ortiz e Cabrera (2014)

Apresenta-se na FIG. 4.4, as FDOC's para a sequência de número de passes de ECAP na rota A na condição a frio e, na FIG. 4.5, as FDOC's dos mesmos passes subsequentes para a rota B<sub>C</sub> na mesma condição de temperatura. Por meio da FIG. 4.6 são introduzidas as FDOC's para a sequência de número de passes de ECAP na rota A na condição a morno e, na FIG. 4.7, as FDOC's para os respectivos passes subsequentes para a rota B<sub>C</sub> também na condição a morno.



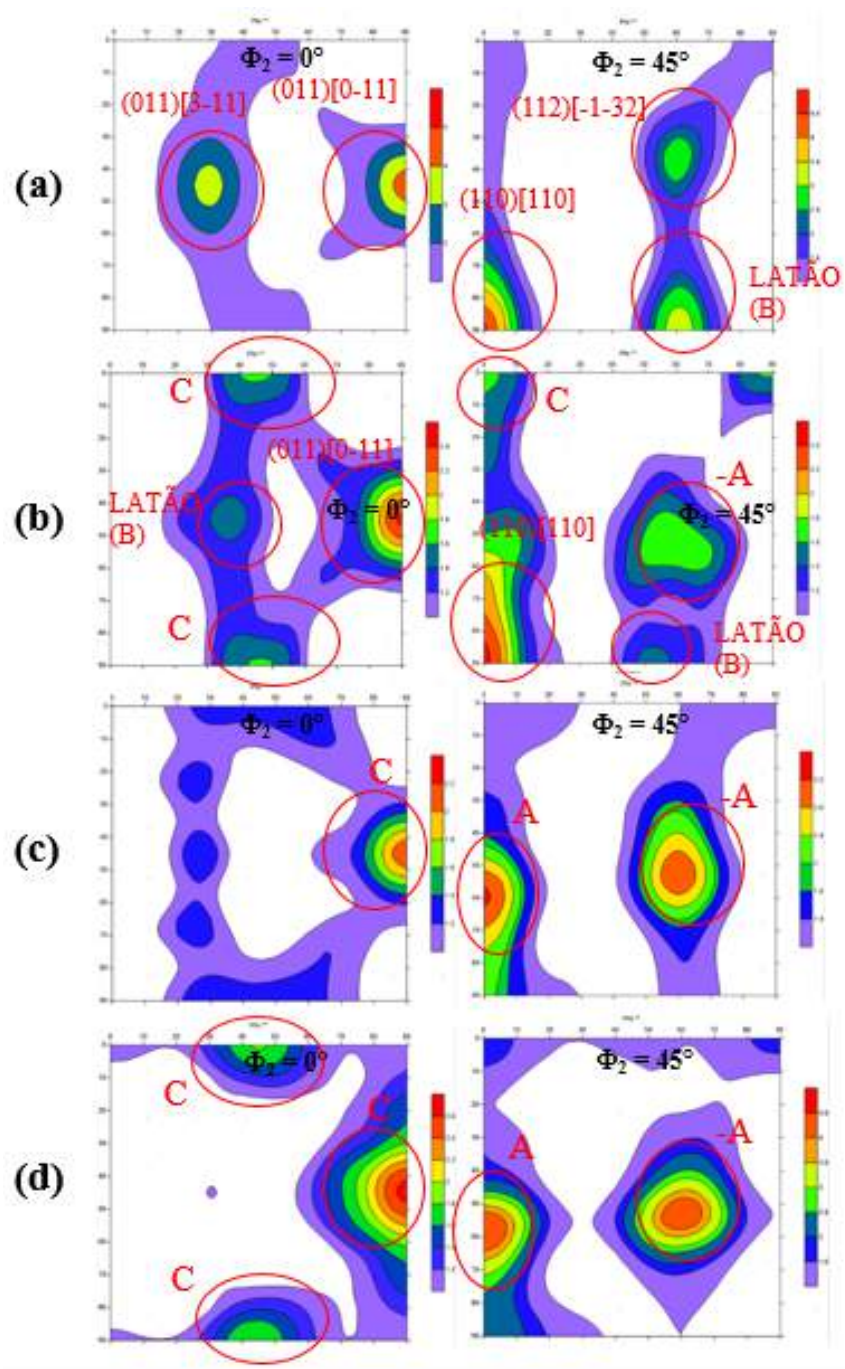


Figura 4.4 – FDOC's das amostras de Cu processadas a frio por ECAP. (a) 1PF; (b) 2PRAF; (c) 3PRAF; e (d) 4PRAF.

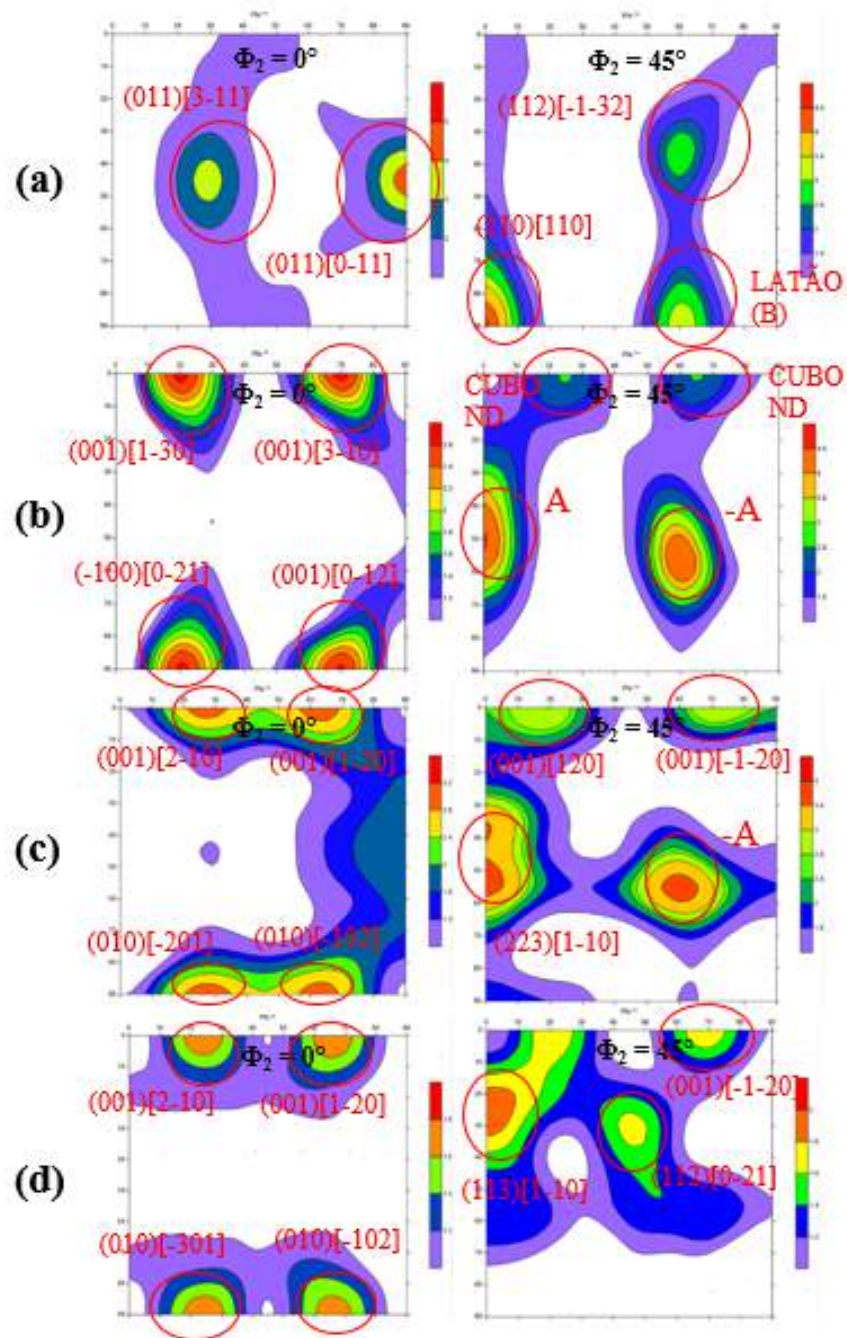


Figura 4.5 – FDOC's das amostras de Cu processadas a frio por ECAP. (a) 1PF; (b) 2PRBcF; (c) 3PRBcF; e (d) 4PRBcF.

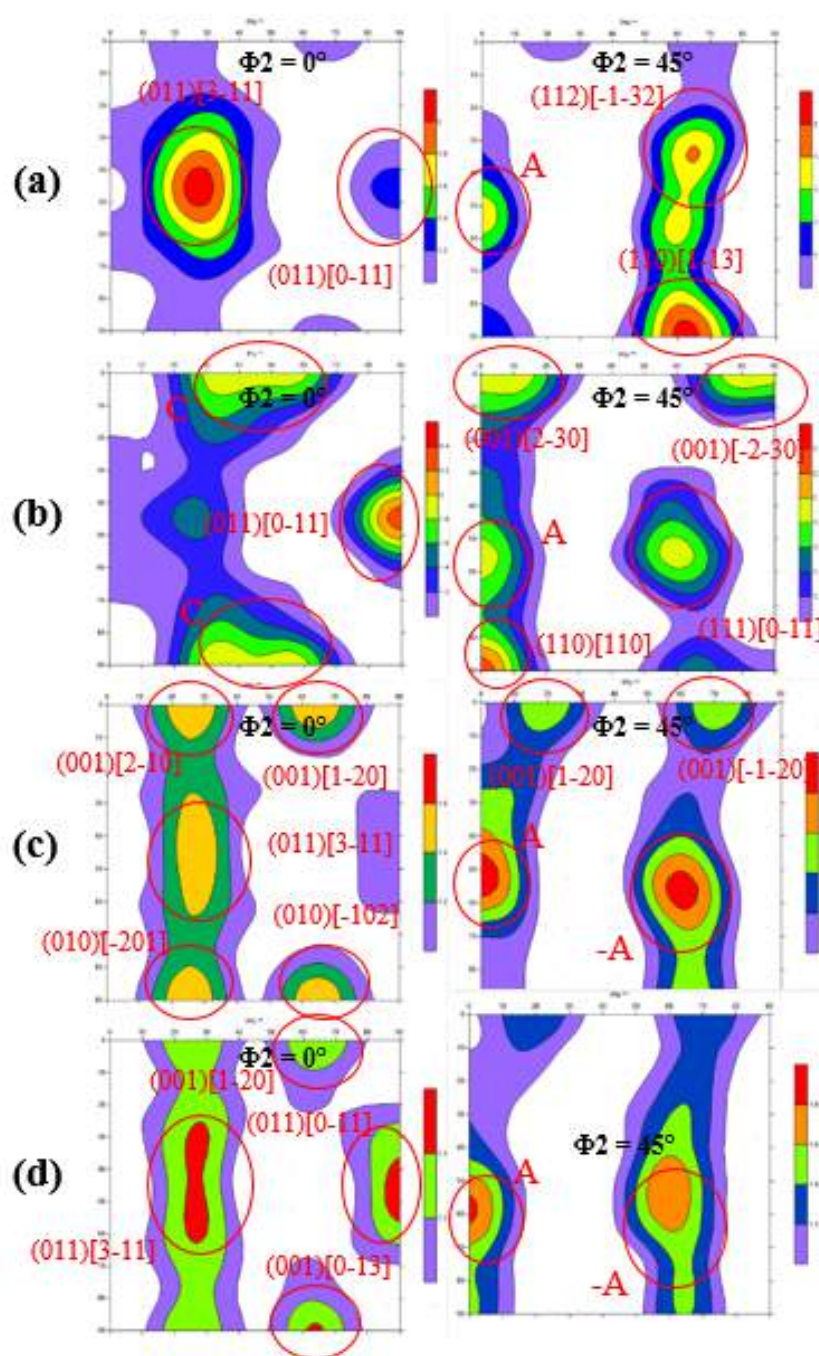


Figura 4.6 – FDOC's das amostras de Cu processadas a morno por ECAP. (a) 1PM; (b) 2PRAM; (c) 3PRAM; e (d) 4PRAM.



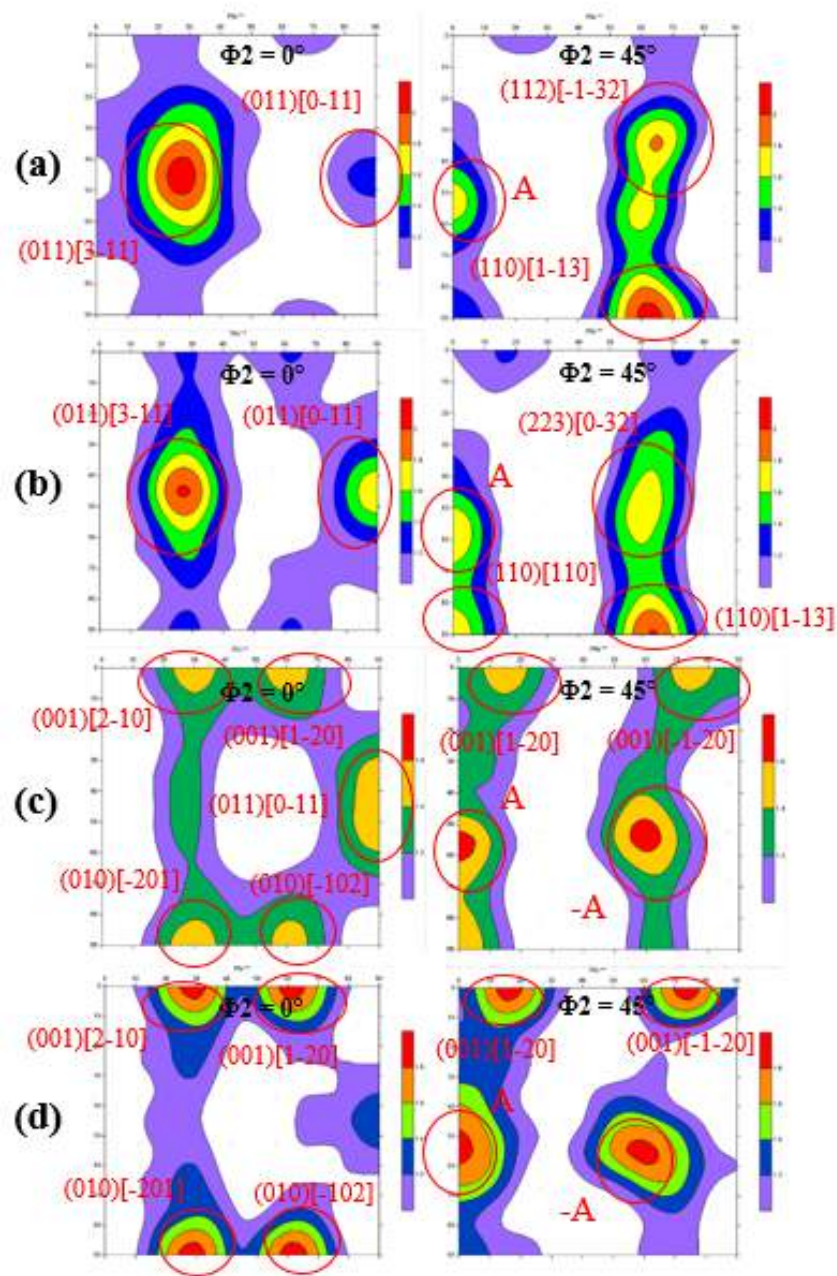


Figura 4.7 – FDOC's das amostras de Cu processadas a morno por ECAP. (a) 1PM; (b) 2PRBcM; (c) 3PRBcM; e (d) 4PRBcM.

Como pode ser verificado por meio das FDOC's das amostras processadas a frio por ECAP na FIG. 4.4, a textura apresentada pela evolução de passes através da rota A, apresentou praticamente o mesmo nível de textura nos dois passes subsequentes ao primeiro passe, e no último passe demonstrou um pequeno aumento de sua intensidade. Já através da rota B<sub>C</sub>, como pode ser verificado por meio da FIG. 4.5, esta apresentou um incremento do seu nível de textura a partir do segundo e terceiro passe, embora tenha apresentado uma atenuação no quarto passe, equiparando-se praticamente ao mesmo nível de textura apresentado logo após o primeiro passe.

Por meio da FIG. 4.6, verifica-se a evolução dos níveis de textura apresentados pelo processamento por ECAP a morno, onde observou-se que o nível de textura apresentado pela rota A, aumentou levemente após segundo passe. Entretanto, nos passes subsequentes o nível de textura decresceu, chegando ao do último passe com nível abaixo da intensidade apresentado após o primeiro passe. Na FIG. 4.7, observa-se que a textura promovida nas amostras processadas através da rota B<sub>C</sub> a morno, apresentou uma certa constância do seu nível de textura no segundo passe, mas ocorreu um enfraquecimento nos passes seguintes, chegando a um nível abaixo do apresentado após passe inicial.

## 5 DISCUSSÃO DE RESULTADOS

### 5.1 ECAP a Frio - Rota A x B

No processamento a frio, a amostra 1PF apresentou grãos bem deformados e alongados na direção de deformação por cisalhamento simples em função da grande deformação plástica a qual foi submetido por ECAP. Devido a isto, pôde-se relacionar o aumento da densidade de discordâncias e dureza que o cobre apresentou quando comparado com o mesmo na condição não deformado. A partir dos dados observados do processamento a frio por ECAP através das rotas A e Bc, pôde-se afirmar que os resultados de dureza estão compatíveis com os valores da análise de densidade de discordâncias.

O aumento de dureza mais expressivo foi apenas após o primeiro passe em ambas as rotas. Diversas são as características que poderiam levar ao aumento de dureza do material após o seu processamento após o primeiro passe. Entretanto, devido ao material apresentar um alto nível de pureza e o aumento de seus valores de densidade de discordâncias não foram tão expressivos, atribui-se este aumento de dureza ao refinamento de grão e a condição inicial do material, onde este não havia sido recozido e já se encontrava com alguma deformação proveniente do seu processo prévio de fabricação. Desta forma, após o primeiro passe ativou-se o processo de recuperação dinâmica no cobre, o que pode ser corroborado pela queda da densidade de discordâncias. Verifica-se na FIG. 5.1 a evolução da densidade de discordâncias para ambas as rotas de processamento em função dos números de passes.

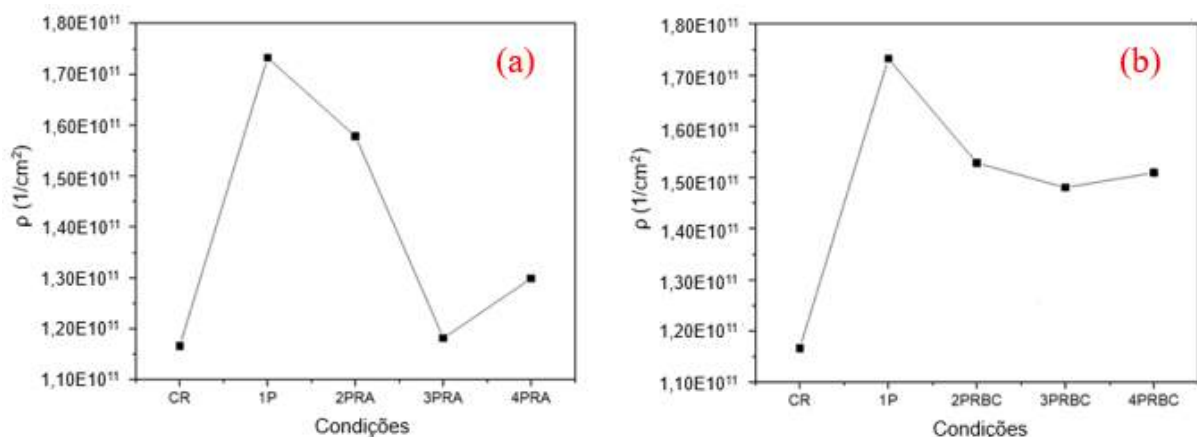


Figura 5.1 – Gráficos da evolução da densidade de discordâncias das amostras de Cu em função da seqüência do número de passes de ECAP. (a) Rota A a frio; (b) Rota B<sub>C</sub> a frio.

Nos passes subsequentes, por meio da rota A, pôde-se observar um valor de dureza

praticamente constante ao longo de todos os passes em suas respectivas rotas até a quarta passagem. Já por meio da rota B<sub>C</sub>, esta apresentou um leve aumento de dureza ao final de quarto passe, e a este fato atribuiu-se também ao refinamento de grão, já que o valor de densidade de discordâncias manteve-se praticamente constante. Na FIG. 5.2 demonstra-se os gráficos da evolução de dureza para ambas as rotas de processamento em função dos números de passes e na FIG. 5.3 esses dois gráficos citados sobrepostos.

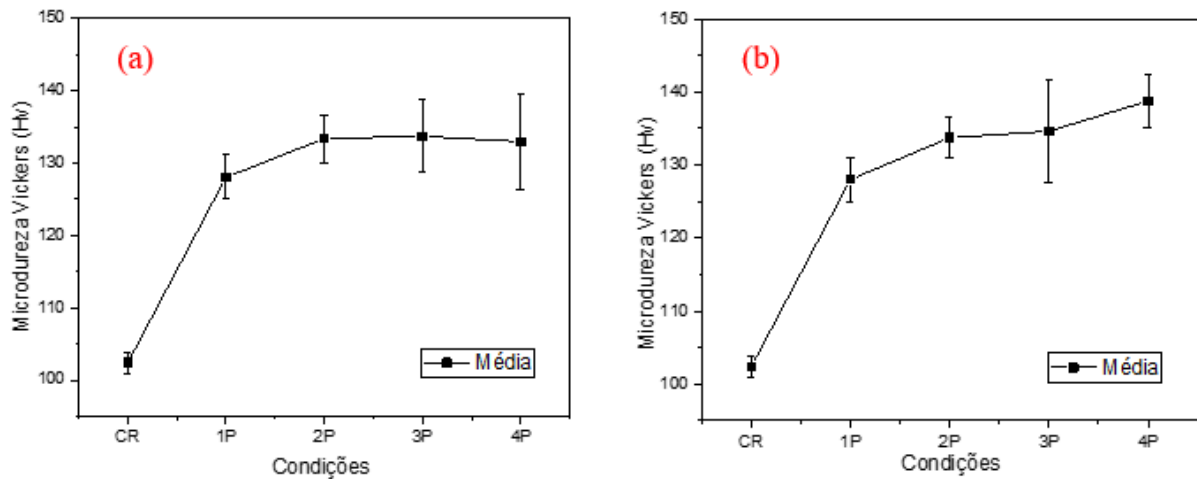


Figura 5.2 – Gráficos da evolução da dureza das amostras de Cu em função da sequência do número de passes de ECAP. (a) Rota A a frio; (b) Rota B<sub>C</sub> a frio.

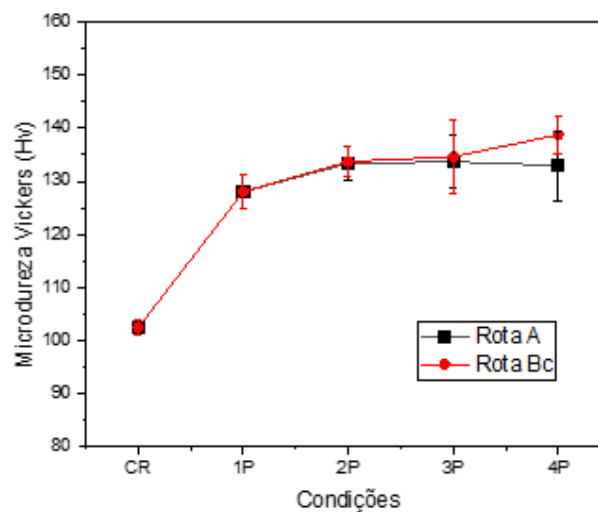


Figura 5.3 – Rota A versus Rota B<sub>C</sub>: Gráfico da evolução da dureza das amostras de Cu em função da sequência do número de passes de ECAP.

Após o tratamento dos dados de dureza, observou-se que por meio da rota A obteve-se uma distribuição de dureza heterogênea ao longo da superfície analisada. Já por meio da rota Bc, encontrou-se uma característica homogênea ao longo da sequência do número de passes. Esta característica está destoando da encontrada por Alateyah *et al.* (2021), que encontraram uma microestrutura heterogênea no cobre puro processado

em temperatura ambiente por ECAP via rota B<sub>C</sub>, Verifica-se na FIG. 5.4 os gráficos da distribuição de dureza em função da sequência do números de passes para a rota A e na FIG. 5.5 para a rota B<sub>C</sub>.

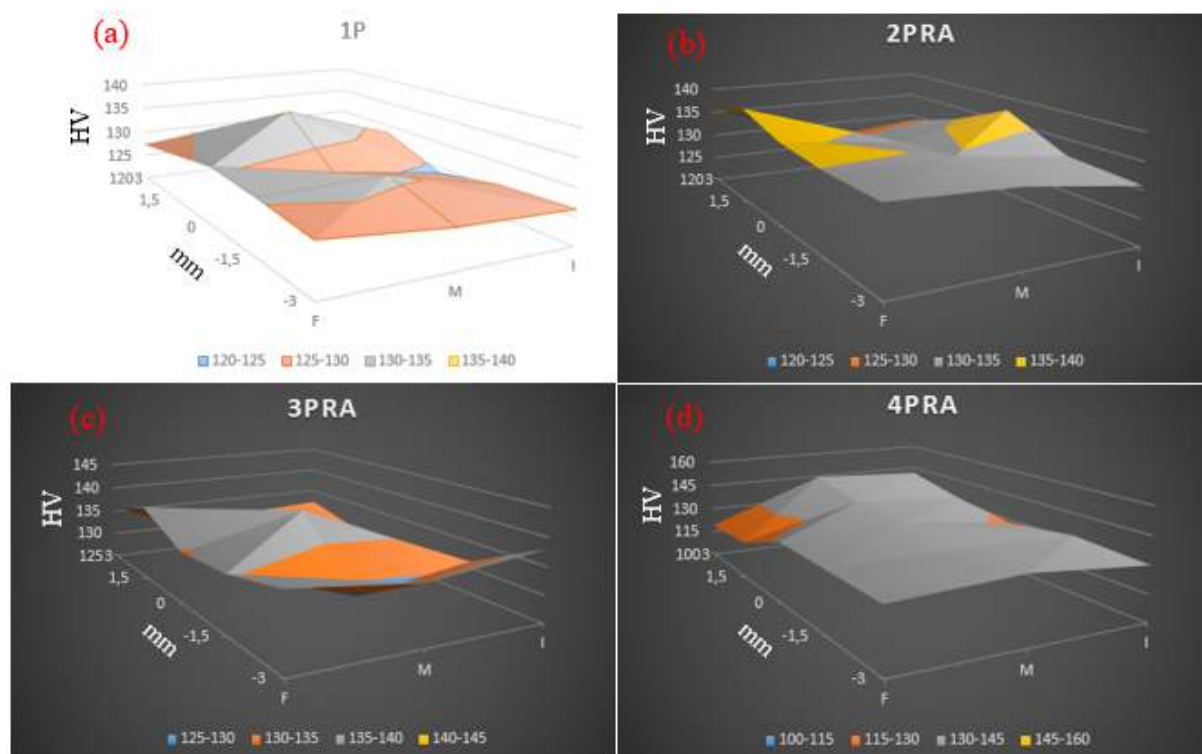


Figura 5.4 – Distribuição de dureza das amostras de Cu ao longo da superfície das amostras processadas a frio por ECAP via rota A. (a) 1 Passe; (b) 2 Passes; (c) 3 Passes (d) 4 Passes.



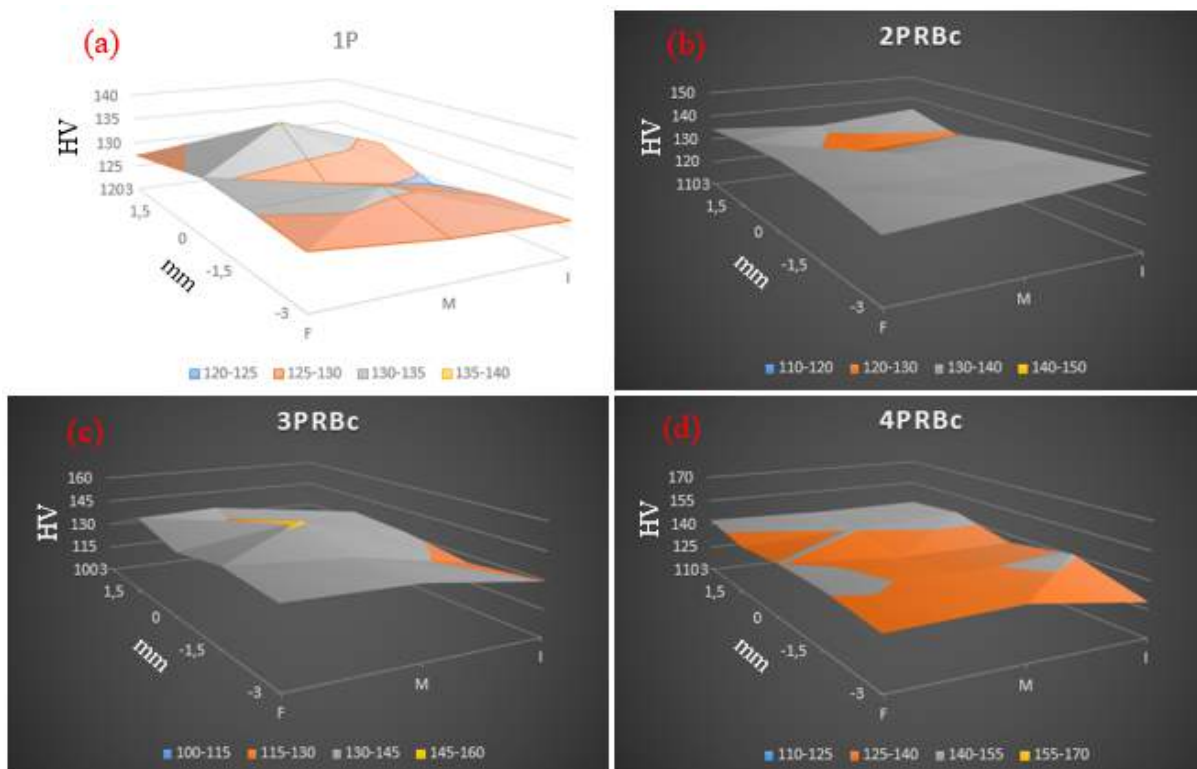


Figura 5.5 – Distribuição de dureza das amostras de Cu ao longo da superfície das amostras processadas a frio por ECAP via rota Bc. (a) 1 Passe; (b) 2 Passes; (c) 3 Passes (d) 4 Passes.

Características semelhantes foram apresentadas por Lugo *et al.* (2008) que encontraram valores constantes de dureza e uma microestrutura homogênea ao longo dos passes subsequentes após o primeiro passe por meio da rota Bc, utilizando cobre puro processado por ECAP.

Para densidade de discordâncias, pode-se afirmar que os valores obtidos estão de acordo com os encontrados na literatura para o mesmo material. Como dito, a condição da qual partiu o material, influenciou também nos valores obtidos de densidade de discordâncias. O material por já apresentar alguma deformação e não ter sido recozido antes do processamento por ECAP, levou a uma saturação do seu número de discordâncias logo no início do primeiro passe. Ademais, diferente dos valores encontrados na literatura onde a ordem de grandeza da densidade de discordância aumenta com o decorrer da sequência de passes por ECAP, no presente estudo este mantém-se constante na ordem de grandeza de  $10^{11}$  ao longo de todos os 4 passes do ensaio na condição de temperatura ambiente. Isto pode ser atribuído a um provável processo de recuperação dinâmica sofrido pelo material, que mesmo apresentando um incremento de sua deformação em função das sequências de passes por ECAP, este foi provavelmente assistido pela concorrência entre multiplicação e aniquilamento de discordâncias devido a recuperação dinâmica. Comportamento semelhante foi observado por Alawadhi *et al.* (2017) em sua pesquisa,

onde estes verificaram que houve uma redução da densidade de discordância devido a recuperação dinâmica sofrida pelo o cobre durante o seu processamento por ECAP.

Wen *et al.* (2012), Alawadhi *et al.* (2017) e Sousa *et al.* (2018) encontraram, para o processamento do cobre puro por meio da rota B<sub>C</sub> via ECAP em temperatura ambiente, densidade de discordâncias na ordem de grandeza de  $10^{12}$ ,  $10^{10}$  e  $10^{12}$  ( $1/\text{cm}^2$ ), respectivamente. Esta disparidade entre os valores da presente pesquisa comparados à apresentada na literatura, atribuiu-se como já dito anteriormente a condição inicial do material e ao processo de recuperação ao qual foi submetido. Um outro fator que deve ser considerado para esta discrepância dos valores encontrados, atribui-se ao material utilizado na presente pesquisa em que este apresenta um alto grau de pureza quando comparado aos utilizados pela literatura, os quais apresentavam traços de elementos, diferente do cobre eletrolítico que é praticamente isento destes. Isto pode ter produzido no cobre um comportamento de um material de mais alta energia de defeito de empilhamento, o que resultou em um processo de restauração de recuperação durante o seu processamento. Zi (2010), Huang *et al.* (2016) e Liu *et al.* (2016) em suas pesquisas encontraram comportamento análogo a este para materiais puros, onde verificaram que com a redução da energia de defeito de empilhamento, esta impede a recuperação dinâmica, que conseqüentemente leva a um total de densidade de discordâncias mais elevado.

A partir da análise da evolução da textura em função da sequência do número de passes verificada por meio do fator de severidade de textura (FST), pôde-se observar no material que por meio da rota A, logo após o segundo passe o cobre apresentou um redução da sua textura, contudo apresentou uma tendência de aumento constante até o quarto passe. O fator de severidade de textura fornece um índice genérico sobre o grau de texturização do material, isto é, quanto maior mais intensa é o grau de textura como um todo. Já por meio da rota B<sub>C</sub>, o cobre apresentou praticamente um textura constante até o terceiro passe e uma grande redução após o quarto passe. Na FIG. 5.6 demonstra-se como desenvolveu a textura em função das duas rotas de processamento por meio do ECAP a frio.

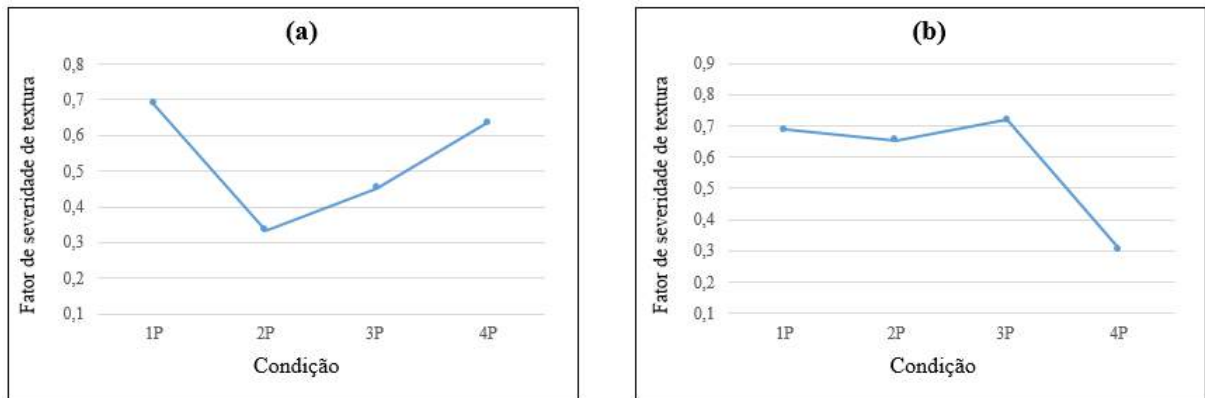


Figura 5.6 – Evolução da textura das amostras de Cu em função do número de passes por meio do ECAP a frio. (a) Rota A; (b) Rota B<sub>C</sub>.

Assim, verificou-se que logo após o primeiro passe surgiu a componente Latão (B) (110) [1-12] de textura de recristalização e após o segundo passe, surgiu também as componentes C (001) [1-10] e A/ $\bar{A}$  (111) [110] / (111) [110] no material, caracterizando uma textura de cisalhamento. Através da rota A, como pode ser observado através da FIG. 4.4, houve diminuição da intensidade de textura logo após o primeiro passe, embora voltando a aumentar consecutivamente nos dois últimos passes. A partir do segundo passe por meio da rota A, ocorre praticamente a intensificação da componente C em  $\phi_2 = 0^\circ$  e A/ $\bar{A}$  em  $\phi_2 = 45^\circ$  até o quarto passe. Demonstra-se na FIG. 5.7 a textura no primeiro passe e sua evolução no 4<sup>o</sup> passe através da rota A, a frio.

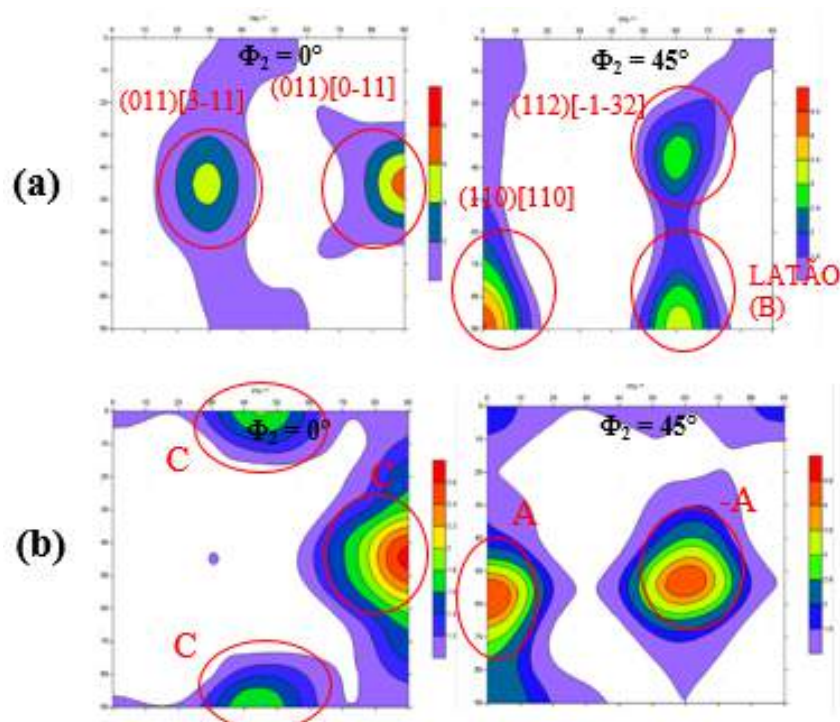


Figura 5.7 – Evolução da textura das amostras de Cu através da Rota A e sua textura característica. (a) 1PF; (b) 4PRAF.

Na rota  $B_C$ , ao longo da sequência de passes logo após o inicial, em  $\phi_2 = 45^\circ$  ocorre o aparecimento de uma textura de recristalização, a componente Latão (B) (110) [1-12] em  $\phi_2 = 45^\circ$ . Após o segundo passe surge também em  $\phi_2 = 45^\circ$  a componente Cubo ND (001) [-1-30], outra componente de textura de recristalização e outras duas componentes de textura de cisalhamento puro  $A/\bar{A}$  (111) [110] / (111) [110]. A componente A intensifica-se após o terceiro passe, embora desaparece ao fim do último passe. Verifica-se na FIG. 5.8 a no 4º passe através da rota  $B_C$  a frio. Como o primeiro passe é comum para ambas as rotas, este foi apenas demonstrado na FIG. 5.7(a).

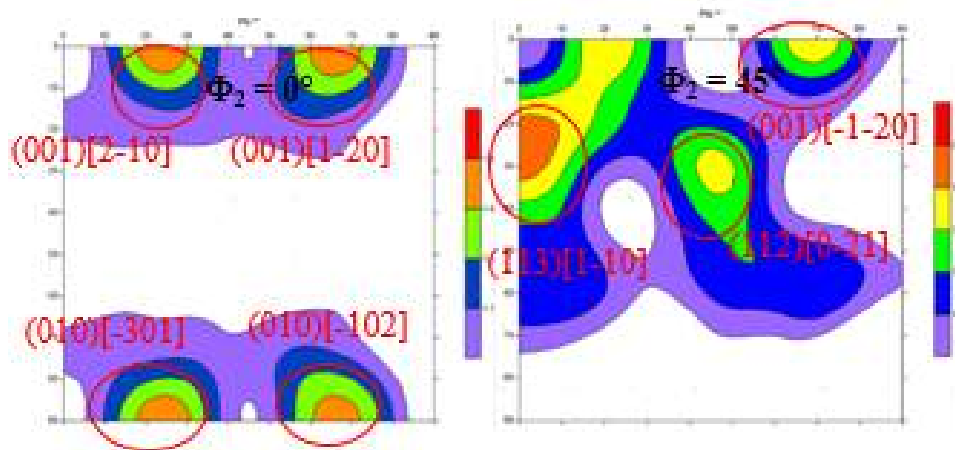


Figura 5.8 – Textura apresentada das amostras de Cu após o quarto passe através da Rota  $B_C$  ( $4PRB_C$ ).

Pode-se afirmar que os resultados obtidos estão em conformidade com os encontrados pela a literatura, como pode ser verificado na pesquisa realizada por Higuera e Cabrera (2013), onde realizaram o processamento do cobre por ECAP via rota  $B_C$  em temperatura ambiente e demonstraram com seus resultados que após efetuado o primeiro passe, o material exibiu preferencialmente a fibra B deformada, devido a uma alta proporção da componente C com uma moderada presença das componentes  $B/\bar{B}\bar{B}$  e  $A/\bar{A}\bar{A}$ . Após o quarto passe, estes pesquisadores ainda reportaram que o cobre desenvolveu componentes e orientações adicionais indicando a presença de um processo de recristalização dinâmica durante a realização do ensaio de ECAP.

## 5.2 ECAP a Morno - Rota $A \times B_C$

Como pode ser observado na FIG. 4.2(b), a amostra 1PM apresentou microestrutura com características praticamente semelhante a apresentada na condição inicial, com grãos equiaxiais e praticamente sem alteração do seu tamanho. Ademais, como pode ser verificado nas TAB. 4.3 e TAB. 4.5, o material apresentou um comportamento de multiplicação das discordâncias em função da deformação plástica severa imposta, sendo que de maneira

concomitantemente, este também passou por um processo de recuperação dentro da faixa de temperatura ao qual foi submetido. Desta forma, isto resultou em um processo pelo qual ocorreu de certa forma um equilíbrio em relação a produção e ao aniquilamento de discordâncias. Assim, pôde-se afirmar que os resultados do processamento a morno comportaram-se de maneira coerentes quando comparados os dados da análise de dureza com os valores da análise de densidade de discordâncias. Logo após o primeiro passe, o valor de dureza diminuiu drasticamente. Este comportamento foi atribuído ao fato de o material ter passado por um processo de recuperação dinâmica em função da temperatura homóloga  $0,48T_F$  ao qual o ensaio a morno foi realizado. Verifica-se na FIG. 5.9 os gráficos da evolução da densidade de discordâncias para ambas as rotas na condição a morno em função do incremento dos números de passes.

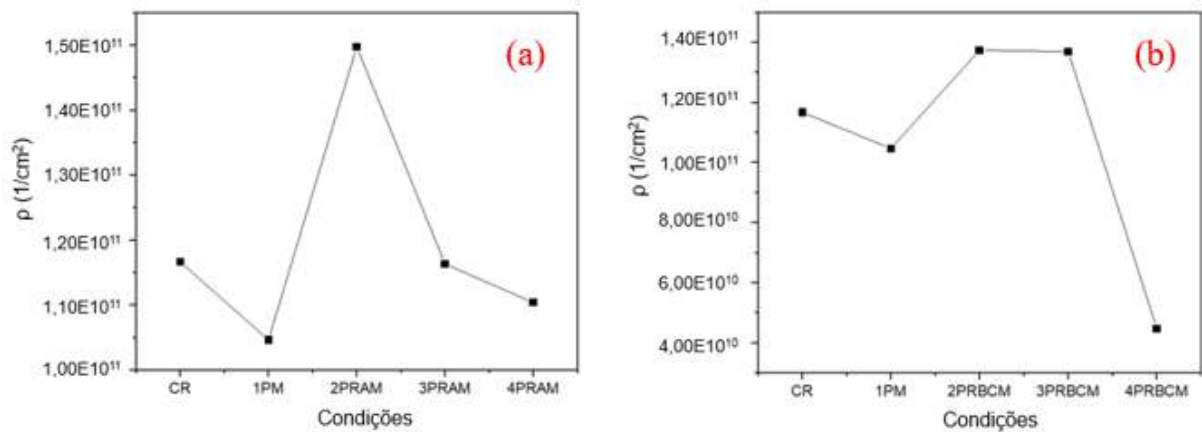


Figura 5.9 – Gráficos da evolução da densidade de discordâncias das amostras de Cu em função da sequência de passes de ECAP a morno. (a) Rota A; (b) Rota B<sub>C</sub>.

Para ambas as rotas, a partir do segundo passe, os valores de dureza mantiveram-se praticamente constantes, apresentando apenas uma pequena variação em função da sequência do número de passes. Os valores de densidade de discordâncias (FIG. 5.9) não apresentaram valores compatíveis com as pequenas variações do valor de dureza, o qual esta pode ter sido atribuída possivelmente a redução de tamanho de grão. Demonstra-se na FIG. 5.10 os gráficos da evolução de dureza para ambas as rotas neste processamento sob temperatura em função da sequência dos números de passes e na FIG. 5.11 verifica-se estes dois gráficos justapostos para uma melhor comparação.

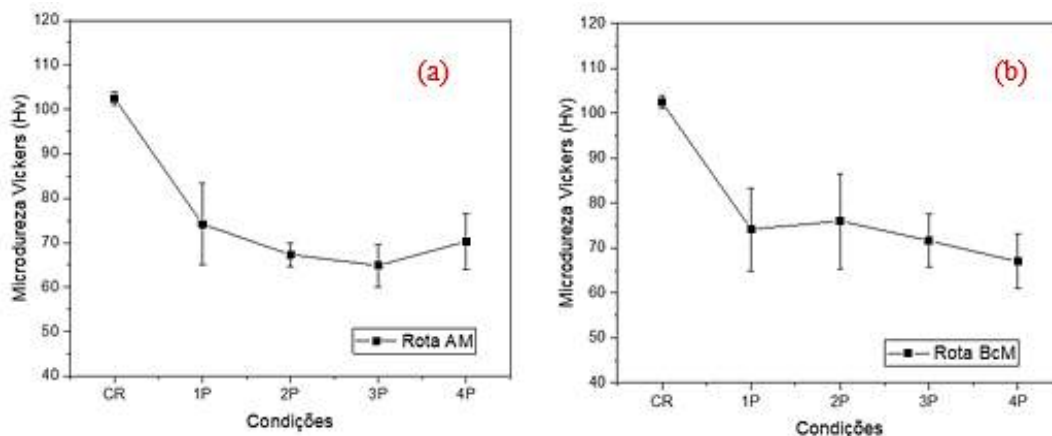


Figura 5.10 – Gráficos da evolução da dureza das amostras de Cu em função da sequência de passes de ECAP a morno. (a) Rota A a morno; (b) Rota B<sub>C</sub> a morno.

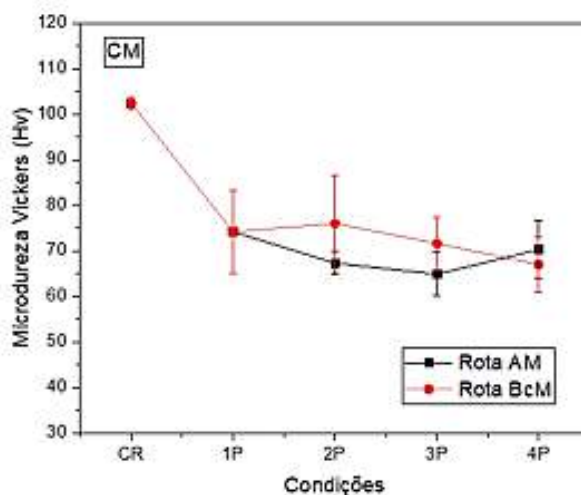


Figura 5.11 – Rota A versus Rota B<sub>C</sub> a morno: Gráfico da evolução da dureza das amostras de Cu em função da sequência do número de passes de ECAP.

Em relação a distribuição de dureza ao longo da superfície analisada das amostras a morno, pôde-se observar que ambas as rotas apresentaram uma característica homogênea quando comparadas ao perfil apresentado pela a distribuição de dureza apresentado pela a rota A na condição a frio. Apesar das variações observadas, estas foram tão pequenas consideradas desprezíveis e dentro da faixa de erro. Demonstra-se na FIG. 5.12 os gráficos da distribuição de dureza superficial dos corpos de prova que foram prensados por ECAP a morno através da rota A e na FIG. 5.13 para a rota B<sub>C</sub>.



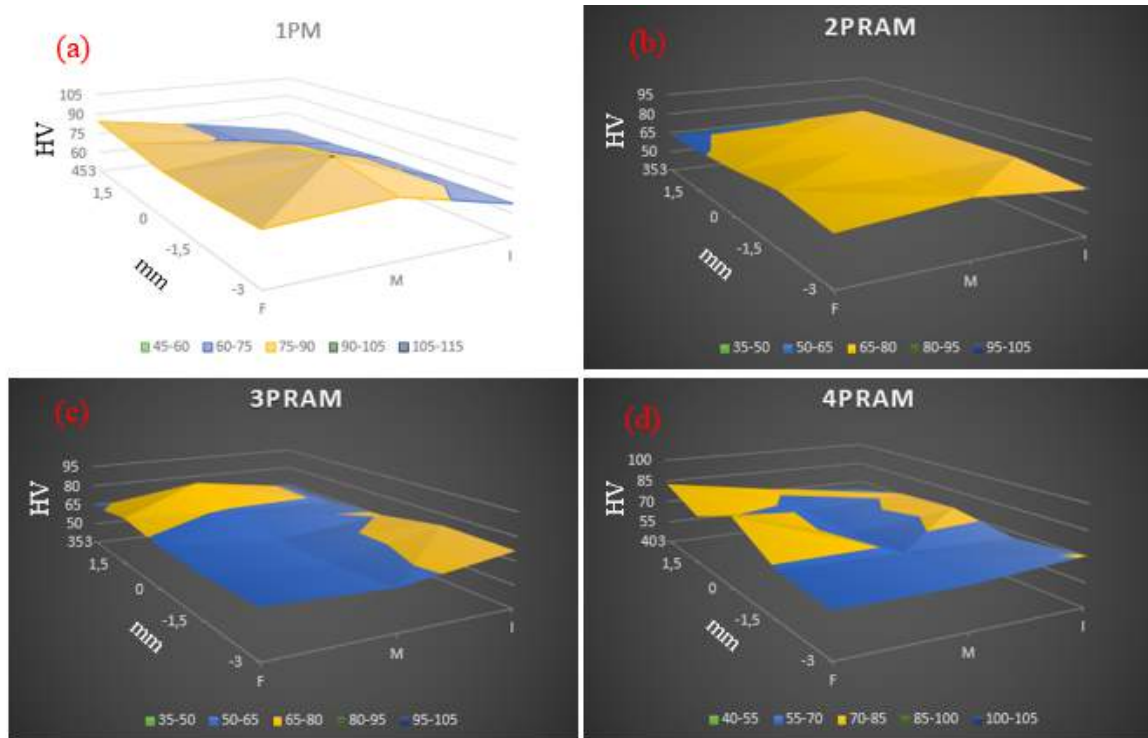


Figura 5.12 – Distribuição de dureza das amostras de Cu ao longo da superfície das amostras processadas a morno por ECAP via rota A. (a) 1 Passe; (b) 2 Passes; (c) 3 Passes (d) 4 Passes.

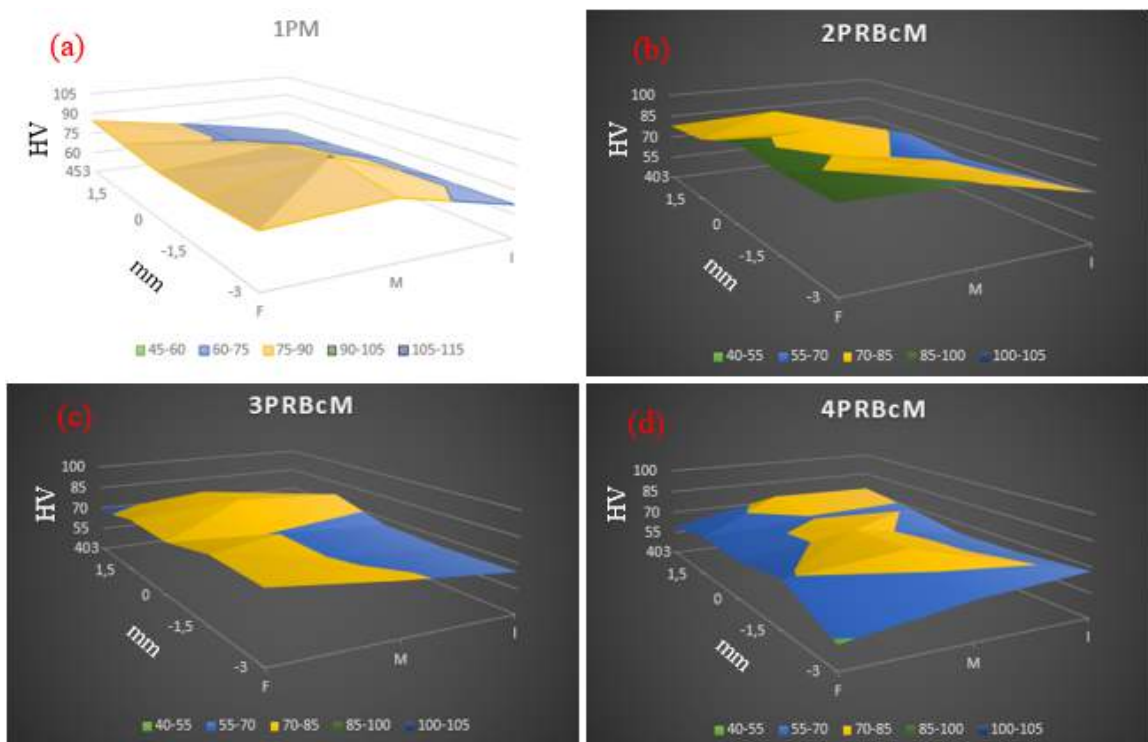


Figura 5.13 – Distribuição de dureza das amostras de Cu ao longo da superfície das amostras processadas a morno por ECAP via rota Bc. (a) 1 Passe; (b) 2 Passes; (c) 3 Passes (d) 4 Passes.

Alateyah *et al.* (2021) também encontraram uma microestrutura com distribuição de dureza homogênea no cobre puro, no qual este foi processado por ECAP até o quarto passe via rota B<sub>C</sub> em um ensaio a morno a 200 °C. Esta distribuição de dureza uniforme foi atribuída às altas deformações alcançadas por meio do processamento por múltiplos passes, o que levou a uma estabilização da estrutura interna da amostra.

Gulháev (1981) mostra que a temperatura de recuperação do cobre é de aproximadamente 270 °C e a de recozimento de recristalização está na faixa de 450-500 °C. Reitera também que quanto mais puro e maior for o grau de deformação do material, não apenas facilita o processo como também reduz a temperatura mínima de recristalização. Sendo assim, os ensaios a morno na presente pesquisa concederam ao material um processo de recuperação, o que pode ter sido justificado pela a sua redução do valor de dureza apresentados pela passagem do material por ECAP sob temperatura.

Elmasry *et al.* (2013) apresentaram um estudo pelo qual recozeu-se as amostras após o processamento por ECAP em variadas temperaturas, determinaram que a temperatura de recristalização foi aproximadamente de 240 °C. Após esse procedimento, verificou-se que o material apresentou diminuição severa do valor de dureza e uma microestrutura com distribuição de dureza homogênea. Temperatura de recozimento na faixa de 350 °C promoveram ao material um valor de dureza de aproximadamente 70 HV. Ainda nesta mesma pesquisa realizada por Elmasry *et al.* (2013), observou-se que o fenômeno de recristalização produziu assim uma microestrutura fina e uniforme onde os grãos nucleados consumiram os grãos altamente deformados no seu entorno. Em consequência disto, novos grãos cresceram com formato equiaxiais.

Mediante aos resultados obtidos, atribuiu-se a redução brusca de dureza das amostras no presente estudo a uma recuperação sofrida pelo material durante o processo de ECAP, onde este foi realizado em faixa de temperatura similar ao da literatura (WEN *et al.*, 2012; LIU *et al.*, 2019). Sugere-se ainda que o material pode ter iniciado um processo de recristalização como pode ser verificado através da FIG. 5.14, onde por meio desta observa-se uma microestrutura já com a formação de alguns grãos equiaxiais. Ademais, os valores de dureza obtidos pelas às amostras para ambas as rotas e a característica uniforme de dureza ao longo da superfície analisada na presente pesquisa, estão também em conformidade com os encontrados na literatura.



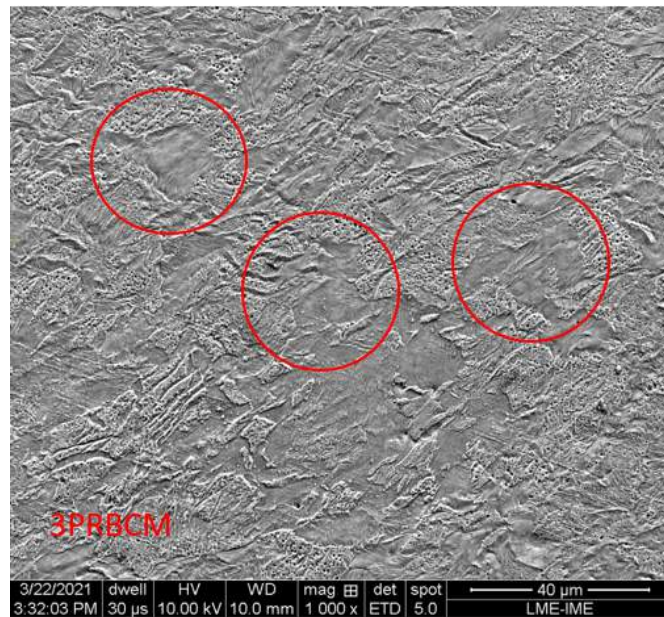


Figura 5.14 – Amostra processada com 3 passes por meio da rota B<sub>C</sub> a morno apresentando um possível início de recristalização, conforme destacados pelos círculos.

Da mesma forma que foi realizada para o ECAP a fio, realizou-se para a condição a morno a análise da evolução da textura em função da sequência do número de passes verificada por meio do fator de severidade de textura. Assim, verificou-se por meio da rota A, que o cobre apresentou uma tendência de redução da intensificação da textura ao longo da sequência de passes. O mesmo foi verificado para o processamento por meio da rota B<sub>c</sub>, onde o material apresentou até de forma mais expressiva essa redução da textura, entretanto após o quarto passe foi observado um leve aumento de sua intensidade da mesma. Na FIG. 5.15 demonstra-se como desenvolveu a textura em função das duas rotas de processamento por meio do ECAP a morno.

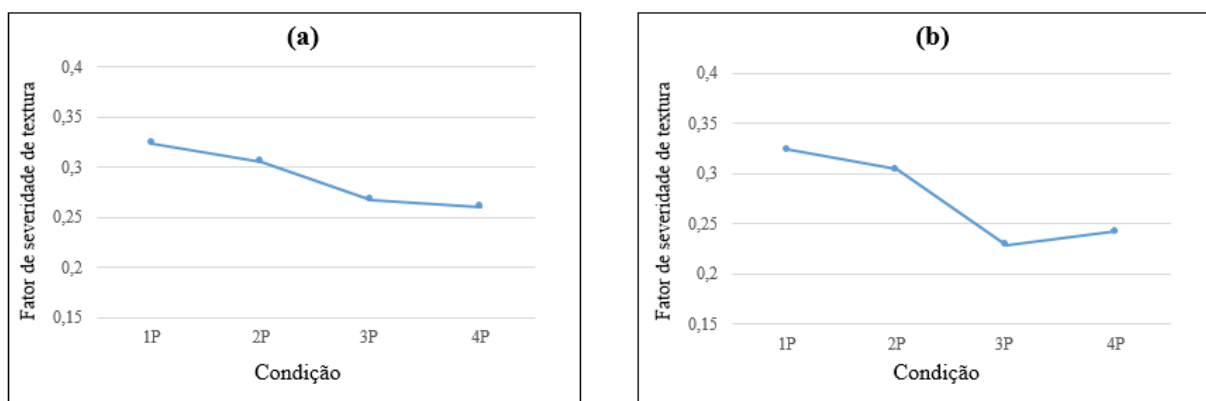


Figura 5.15 – Evolução da textura das amostras de Cu em função do número de passes por meio do ECAP a morno. (a) Rota A; (b) Rota B<sub>c</sub>.

Por meio das análises de textura realizada, observou-se após o primeiro passe, surgiram as componentes de textura  $A/\bar{A}$  (111) [110] / (111) [110], ambas componentes

textura de cisalhamento puro. Como pode ser observado através da FIG. 4.6, a textura gerada através da rota A, demonstrou uma leve intensificação após o segundo passe onde nesta surge a componente C  $(0\bar{1}\bar{1}0)[101]$  em  $\phi_2 = 0^\circ$  e a componente A  $(111)[110]$  em  $\phi_2 = 45^\circ$ . Logo depois ocorre a atenuação consecutivamente nos dois últimos passes, mantendo-se ainda a componente A e as componentes de textura que surgiram nos passes anteriores. Verifica-se na FIG. 5.16 a textura apresentada pelo cobre no processamento a morno no primeiro e no quarto passe através da rota A. Já por meio da rota Bc, esta se mantém com intensidade de textura constante após o segundo passe, ficando oscilando nos passes consecutivos. Surgem também as componentes A/ $\bar{A}$   $(111)[110] / (111)[\bar{1}\bar{1}0]$  após o segundo passe, ambas textura de cisalhamento puro. Verifica-se na FIG. 5.17 a textura desenvolvida após o 4º passe através da rota B<sub>C</sub> a morno.

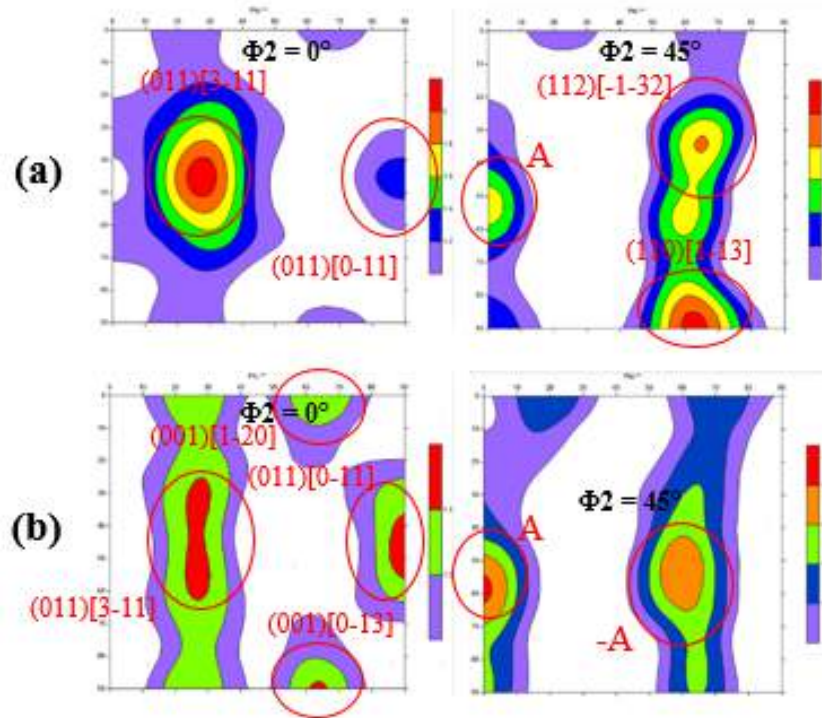


Figura 5.16 – Evolução da textura das amostras de Cu através da Rota A por processamento a morno. (a) 1PM; (b) 4PRAM. Evolução da textura através da Rota A por processamento a morno. (a) 1PM; (b) 4PRAM.

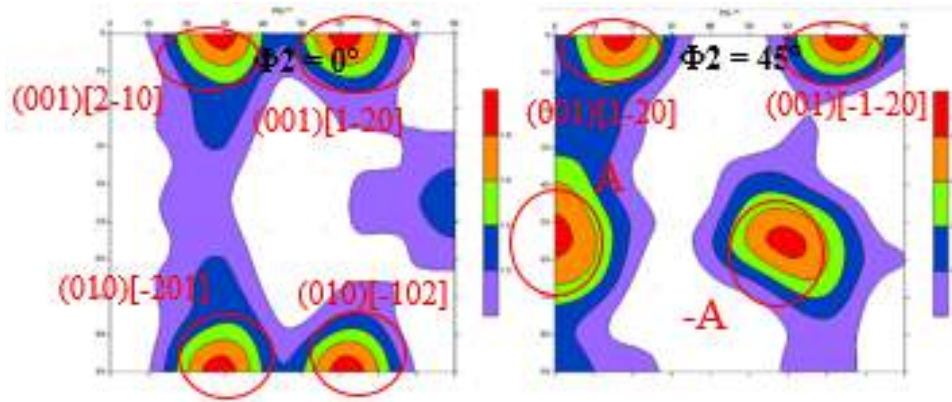


Figura 5.17 – Textura apresentada pelo a amostra de Cu após o 4° passe através da Rota  $B_C$  a morno ( $4PRB_C M$ ).

Os resultados de textura estão de acordo com a literatura como pode ser observado no artigo apresentado por Carro *et al.* (2019). Estes submeteram o cobre ao processamento por ECAP até 4 passes também por meio da rota  $B_C$  com temperatura de operação de 350 °C. Após as passagens dos corpos de prova, observou-se uma fraca textura que pôde ser atribuída a presença de componente de textura C  $001 \langle 110 \rangle$ , junto com as componentes  $B/\bar{B}\bar{B}$   $(112) [110] / (112) [110]$  e  $A/\bar{A}\bar{A}$   $(111) [110] / (111) [110]$ . A componentes de textura  $A/\bar{A}$  foram encontradas após o processamento das amostras de cobre na presente pesquisa.

### 5.3 ECAP a Frio x ECAP a Morno

A relação das duas rotas de processamento por ECAP a frio com suas respectivas rotas na condição a morno é apresentada na FIG 5.18. Ainda nesta mesma figura, apresenta-se um gráfico com todas as rotas em ambas as temperaturas de processamento.

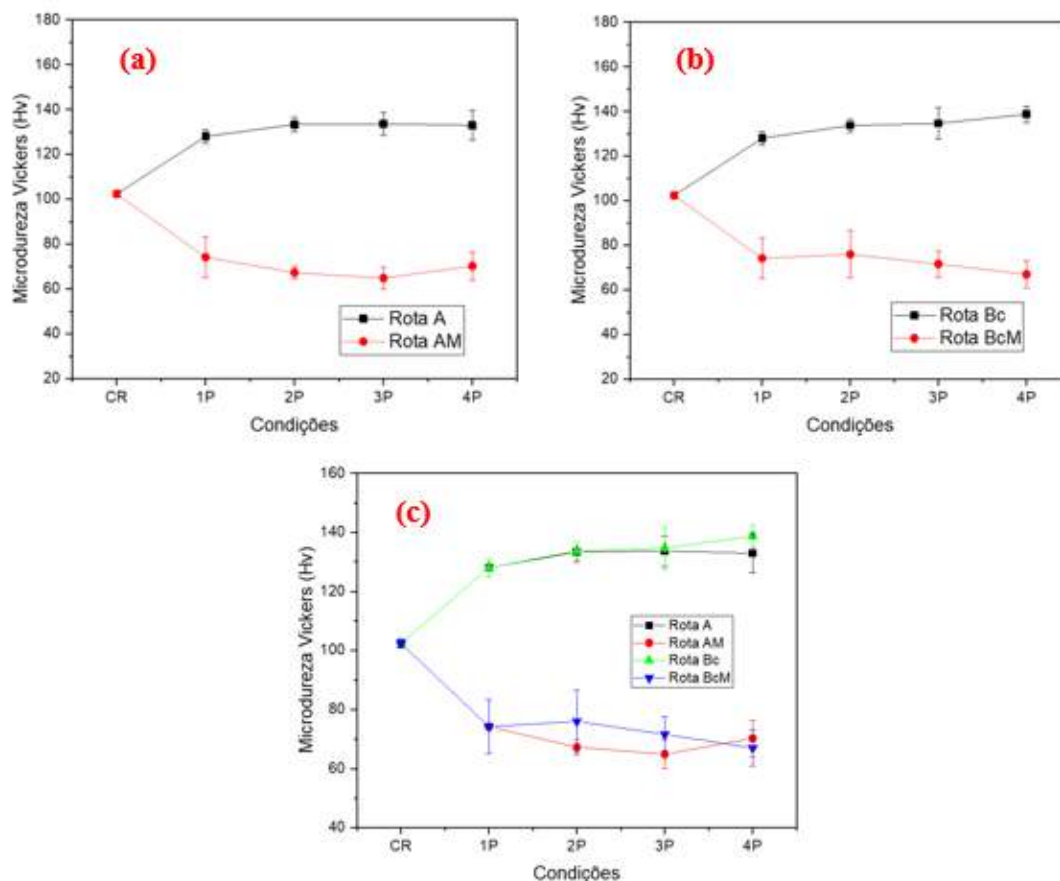


Figura 5.18 – ECAP a frio x ECAP a morno das amostras de Cu. (a) Rota AF x Rota AM; (b) Rota BcF x Rota BcM; (c) Ecap a frio x Ecap a morno.

Como pôde ser verificado por meio dos gráficos acima, o material apresentou um comportamento divergente para as duas condições de temperatura quando comparadas as suas rotas de processamento. O cobre comportou-se de maneira esperada quando se efetuou o ECAP a morno, onde este mesmo depois de deformado, apresentou valores de dureza bem inferiores ao da condição inicial antes sem processamento. E como já foi dito anteriormente, este fato foi atribuído ao processo de recuperação pelo qual o material foi submetido.

O fato do material de partida não ter sido recozido antes do processamento por ECAP, como citado, influenciou diretamente nos resultados da presente pesquisa também no ensaio a morno. O processo de recozimento conduziria o material ao um estado de não deformado, onde seriam operados mecanismos de restauração como recuperação e a recristalização no material para eliminar os defeitos gerados durante a sua deformação em função de seu processo de fabricação. E como isto não foi realizado, pode ter provocado um acúmulo de energia armazenada na rede cristalina do material na forma de defeitos, o que resultou em um processo de restauração precoce, sendo observado possivelmente uma recuperação logo após o primeiro passe. Comportamento este que deveria ocorrer somente nos passes seguintes se o material estivesse na condição de recozido inicialmente.

Na pesquisa realizada por Lipinska *et al.* (2018), verifica-se que a temperatura de recristalização de materiais deformados reduz drasticamente com o aumento da deformação. Neste trabalho evidenciou-se ainda que o cobre com uma microestrutura com grãos ultrafinos apresentou uma queda do seu valor de dureza em temperaturas próximas de 150 °C, justificadas pelo o processo de recuperação. Já acima desta temperatura, o material apresentou devido a sua condição pré deformada, um processo de recuperação seguido de recristalização. Em um outro estudo realizado por Han *et al.* (2008), estes demonstram que a força motriz para os processos de recuperação e recristalização é a energia plástica acumulada que pode ser ativada por calor ou deformação. Desta forma, baseado neste princípio de recuperação e recristalização, um processo de recozimento reduz esta força motriz, pois promove no material um maior refinamento e homogeneização da microestrutura.

Com o processo de ECAP realizado sob temperatura elevada, simultaneamente ao aumento da densidade de discordâncias geradas pela deformação, possivelmente atuaram mecanismos de restauração no material e como consequência deste fato, era esperado uma queda brusca de seus valores de dureza. Este fato pode ter sido potencializado pelo acúmulo de energia interna no material devido a sua deformação na condição inicial. Como o cobre é um material que possui média energia de defeito de empilhamento, este amaciamento apresentado pelo material pode ter sido decorrente do processo de recuperação dinâmica, onde este com o processo de deformação sob temperatura, o nível de tensão reduz para um estado de tensão estacionário após alcançar um máximo. Este fato pôde ser visto claramente nos resultados obtidos de dureza do processamento do material por ECAP a morno na presente pesquisa.

De acordo com a literatura, o cobre puro quando processado por ECAP a certa temperaturas, exhibe como mecanismo de que rege o refinamento microestrutural o processo de recuperação dinâmica. Verificou-se tal comportamento também na pesquisa realizada por Wen *et al.* (2012), onde estes processaram o cobre puro por ECAP através da rota  $B_C$  em 250 °C ( $0,38T_F$ ). Neste estudo, ainda pôde-se notar que o ensaio de ECAP sob esta temperatura, gerou uma diminuição da resistência do material enquanto promoveu um aumento do alongamento e da sua ductilidade.

Já em um outro estudo proposto por Liu *et al.* (2019), onde estes processaram o cobre puro em  $0,4T_F$  por ECAP, verificou-se comportamento semelhante como os demonstrados por Wen *et al.* (2012). Por meio do processamento do material sob esta temperatura homóloga, este apresentou uma microestrutura recuperada. Notou-se ainda nesta pesquisa que o material após processado apresentou um aumento significativo no seu alongamento uniforme e alongamento total.

Em virtude deste comportamento exibido experimentalmente pelo material e às informações apresentadas pela literatura, sugere-se que a redução drástica da dureza e o

aumento praticamente nulo da densidade de discordâncias durante o processamento do cobre por ECAP a morno ( $0,48T_F$ ), foi atribuído ao processo de recuperação dinâmica pelo qual este foi submetido. Através deste, houve um processo competitivo de geração de discordâncias por deformação e simultaneamente uma aniquilação destas por recristalização. Atingindo-se assim ao fim deste processo um equilíbrio dinâmico entre encruamento e recuperação.

## 5.4 Considerações Finais

De acordo com os resultados obtidos e as discussões realizadas no presente trabalho, alguns pontos foram considerados importantes:

- O forno construído para o desenvolvimento da presente pesquisa, atendeu de maneira satisfatória a todas as etapas que foi requisitado. Atingindo assim a faixa de temperatura exigida para a realização do ensaio a morno do processamento por ECAP, sem colocar em risco o equipamento e dentro de uma condição segura operacional;
- A matriz para o processamento de materiais por ECAP, projetada e desenvolvida, teve seus testes concluídos com sucesso, demonstrando total capacidade para o tipo de processamento para qual foi confeccionada. Necessita-se realizar alguns ajustes técnicos, mas nada que comprometa a utilização da mesma para novos ensaios.

## 6 CONCLUSÃO

A partir dos objetivos determinados para a presente pesquisa e através dos resultados obtidos, pôde-se concluir que:

- Por meio do ECAP a morno, pôde-se observar um fenômeno de amolecimento concomitante ao processo de deformação em função da recuperação dinâmica sofrida pelo material na faixa temperatura na qual foi processado;
- O processamento do cobre eletrolítico por ECAP na faixa de temperatura escolhida de 350 °C sem ser recozido inicialmente, torna-se um procedimento ineficiente quando objetiva-se aumentar a resistência mecânica do material;
- Por meio do processamento do cobre eletrolítico por ECAP na faixa de temperatura a  $0,48T_F$  foi possível promover uma distribuição homogênea de dureza ao longo da microestrutura do material por ambas as rotas;
- Com o aumento do número de passes por meio do processamento do cobre eletrolítico por ECAP, na faixa de temperatura de  $0,48TF$ , foi possível promover uma diminuição drástica do valor de dureza e do número de discordâncias. Sugere-se assim, que o processamento do cobre nestas condições, pode representar um procedimento alternativo para processamento por ECAP em temperatura ambiente e um subsequente recozimento.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar um estudo do processamento do cobre pelas rotas A e Bc via ECAP utilizando amostras recozidas como material de partida e comparar seus resultados com os obtidos no presente estudo;
- Realizar ensaios de ECAP a morno com temperatura mais baixa do que a utilizada na presente pesquisa, como por exemplo em torno de 250°C;
- Realizar a análise de outras características microestruturais como tamanho e contornos de grão e sua influência sobre as variações das propriedades avaliadas;
- Fazer um estudo da evolução de tamanho de grão, distribuição e tipos de contornos de grão utilizando a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) em função das diferentes rotas de processamento e número de passes por ECAP;
- Efetuar a análise da faixa de temperatura de recristalização do cobre, correlacionando-a com o refinamento da microestrutura em função dos passes por ECAP e seu grau de deformação;
- Realizar o processamento de outros materiais metálicos por ECAP e comparar os resultados com os obtidos com o cobre;
- Executar melhorias na matriz para os ensaios por extrusão em canal angular, tanto operacionais quanto construtivos;
- Desenvolver melhorias no forno, reconstruindo a parte estrutural com materiais mais nobres para que este possa trabalhar em outras faixas de temperatura, e assim garantir uma maior segurança operacional.
- Realizar o ensaio de tração das amostras em cada condição de processamento para obtenção das propriedades mecânicas como limite de resistência e ductilidade e ductilidade.



## REFERÊNCIAS

- ABBAS, A.; HUANG, S.-J. Investigation of severe plastic deformation effects on microstructure and mechanical properties of ws2/az91 magnesium metal matrix composites. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 780, p. 139211, 2020.
- AGARWAL, K. M.; TYAGI, R.; CHOUBEY, V.; WAHID, M. A.; KAPOOR, A.; KUMAR, A. Enhancements of mechanical properties of materials through ecap for high temperature applications. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, 2021.
- AKBARZADEH, B.; GORJI, H.; BAKHSHI-JOOYBARI, M.; JAMAATI, R.; MIRNIA, M. J. Investigation of mechanical and microstructural properties of pure copper processed by combined extrusion-equal channel angular pressing (c-ex-ecap). *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, Springer, v. 113, n. 7, p. 2175–2191, 2020.
- ALATEYAH, A.; AHMED, M. M.; ZEDAN, Y.; EL-HAFEZ, H. A.; ALAWAD, M. O.; EL-GARAIHY, W. Experimental and numerical investigation of the ecap processed copper: Microstructural evolution, crystallographic texture and hardness homogeneity. *Metals*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 11, n. 4, p. 607, 2021.
- ALAWADHI, M. Y.; SABBAGHIANRAD, S.; HUANG, Y.; LANGDON, T. G. Evaluating the paradox of strength and ductility in ultrafine-grained oxygen-free copper processed by ecap at room temperature. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 802, p. 140546, 2021.
- ALAWADHI, M. Y.; SABEIANRAD, S.; HUANG, Y.; LANGDON, T. G. Direct influence of recovery behaviour on mechanical properties in oxygen-free copper processed using different spd techniques: Hpt and ecap. *Journal of Materials Research and Technology*, Elsevier, v. 6, n. 4, p. 369–377, 2017.
- ALHAJERI, S. N.; GAO, N.; LANGDON, T. G. Hardness homogeneity on longitudinal and transverse sections of an aluminum alloy processed by ecap. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 528, n. 10-11, p. 3833–3840, 2011.
- AZUSHIMA, A.; KOPP, R.; KORHONEN, A.; YANG, D.-Y.; MICARI, F.; LAHOTI, G.; GROCHE, P.; YANAGIMOTO, J.; TSUJI, N.; ROSOCHOWSKI, A. et al. Severe plastic deformation (spd) processes for metals. *CIRP annals*, Elsevier, v. 57, n. 2, p. 716–735, 2008.
- BAGHERPOUR, E.; PARDIS, N.; REIHANIAN, M.; EBRAHIMI, R. An overview on severe plastic deformation: research status, techniques classification, microstructure evolution, and applications. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, Springer, v. 100, n. 5-8, p. 1647–1694, 2018.
- BAHADORI, S. R.; DEHGHANI, K.; BAKHSHANDEH, F. Microstructure, texture and mechanical properties of pure copper processed by ecap and subsequent cold rolling. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 583, p. 36–42, 2013.
- BELOSHENKO, V.; VOZNIK, I.; BEYGELZIMER, Y.; ESTRIN, Y.; KULAGIN, R. Severe plastic deformation of polymers. *Materials Transactions*, The Japan Institute of Metals and Materials, v. 60, n. 7, p. 1192–1202, 2019.

- BELYAKOV, A.; MIURA, H.; SAKAI, T. Dynamic recrystallization under warm deformation of polycrystalline copper. *ISIJ international*, The Iron and Steel Institute of Japan, v. 38, n. 6, p. 595–601, 1998.
- BULUTSUZ, A. G.; CHROMINSKI, W. Incremental severe plastic deformation effect on mechanical and microstructural characteristics of aa6063. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, Springer, v. 74, n. 1, p. 69–77, 2020.
- CARRO, G.; MUÑOZ, A.; SAVOINI, B.; MONGE, M.; PAREJA, R. Processing, microstructure and mechanical characterization of dispersion strengthened cu-1% y. *Fusion Engineering and Design*, Elsevier, v. 138, p. 321–331, 2019.
- DJAVANROODI, F.; EBRAHIMI, M. Effect of die parameters and material properties in ecap with parallel channels. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 527, n. 29-30, p. 7593–7599, 2010.
- EDALATI, K. Review on recent advancements in severe plastic deformation of oxides by high-pressure torsion (hpt). *Advanced Engineering Materials*, Wiley Online Library, v. 21, n. 1, p. 1800272, 2019.
- ELHEFNAWEY, M.; SHUAI, G.; LI, Z.; NEMAT-ALLA, M.; ZHANG, D.; LI, L. On achieving superior strength for al–mg–zn alloy adopting cold ecap. *Vacuum*, Elsevier, v. 174, p. 109191, 2020.
- ELMASRY, M.; JIANG, Y.; LIU, F.; WANG, J. T. Microstructural evolution and thermal stability of pure copper processed by severe plastic deformation. In: THE MILITARY TECHNICAL COLLEGE. *International Conference on Aerospace Sciences and Aviation Technology*. [S.l.], 2013. v. 15, n. AEROSPACE SCIENCES & AVIATION TECHNOLOGY, ASAT-15–May 28-30, 2013, p. 1–10.
- ENGLER, O.; RANDLE, V. *Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture, and orientation mapping*. [S.l.]: CRC press, 2010.
- FARAJI, G.; KIM, H. S.; KASHI, H. T. *Severe plastic deformation: methods, processing and properties*. [S.l.]: Elsevier, 2018.
- FERREIRA, R. A. S. *Conformação Plástica: Fundamentos Metalúrgicos e Mecânicos*. 2. ed. Recife, PE: Ed. Universitária da UFPE, 2010.
- FILHO, E. B.; SILVA, I. B.; BATALHA, G. F.; BUTTON, S. T. *Conformação plástica dos metais*. 1. ed. [S.l.]: EPUSP, 2011.
- GAUTAM, P. C.; BISWAS, S. On the possibility to reduce ecap deformation temperature in magnesium: Deformation behaviour, dynamic recrystallization and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 812, p. 141103, 2021.
- GULHÁEV, A. *Metais e Suas Ligas - Tomo 1 - Estruturas, propriedades e aplicação industrial (Metalografia geral e estrutural)*. [S.l.]: Mir Moscovo, 1981.
- HAN, W.; WU, S.; LI, S.; WANG, Y. Intermediate annealing of pure copper during cyclic equal channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 483, p. 430–432, 2008.

HELMAN, H.; CETLIN, P. R. *Fundamentos da conformação mecânica dos metais*. [S.l.]: Editora Artliber, 2010.

HIGUERA-COBOS, O. F.; BERRÍOS-ORTIZ, J. A.; CABRERA, J. M. Texture and fatigue behavior of ultrafine grained copper produced by ecap. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 609, p. 273–282, 2014.

HIGUERA, O. F.; CABRERA, J. Texture analysis in ultrafine grained coppers processed by equal channel angular pressing. *Materials Research*, SciELO Brasil, v. 16, p. 619–624, 2013.

HORITA, Z.; TANG, Y.; MASUDA, T.; TAKIZAWA, Y. Severe plastic deformation under high pressure: upsizing sample dimensions. *Materials Transactions*, The Japan Institute of Metals and Materials, v. 61, n. 7, p. 1177–1190, 2020.

HOSEINI, M.; MERATIAN, M.; TOROGHINEJAD, M. R.; SZPUNAR, J. A. Texture contribution in grain refinement effectiveness of different routes during ecap. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 497, n. 1-2, p. 87–92, 2008.

HUANG, R.; ZHU, D.; LIAO, X.; YAN, Q. Effect of ecap process and subsequent annealing on microstructure and properties of Cu-0.25Se-0.25Te alloy. *Journal of Electronic Materials*, Springer, v. 49, n. 4, p. 2617–2624, 2020.

HUANG, Y.; SABBAGHIANRAD, S.; ALMAZROUEE, A. I.; AL-FADHALAH, K. J.; ALHAJERI, S. N.; LANGDON, T. G. The significance of self-annealing at room temperature in high purity copper processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 656, p. 55–66, 2016.

IRFAN, O. M.; AL-MUFADI, F.; AL-SHATAIF, Y.; DJAVANROODI, F. Effect of equal channel angular pressing (ecap) on erosion-corrosion of pure copper. *Applied Sciences*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 7, n. 12, p. 1250, 2017.

KALLEND, J.; DAVIES, G. The development of texture in copper and copper-zinc alloys. In: HINDAWI. *Texture*. [S.l.], 1972. v. 1.

KHELFA, T.; MUÑOZ-BOLAÑOS, J.; LI, F.; CABRERA-MARRERO, J. M.; KHITOUNI, M. Microstructure and mechanical properties of AA6082-T6 by ecap under warm processing. *Metals and Materials International*, Springer, v. 26, n. 8, p. 1247–1261, 2019.

KOBAYASHI, S.; OH, S.-I.; ALTAN, T. *Metal forming and the finite-element method*. [S.l.]: Oxford University Press on Demand, 1989. v. 4.

KRAJŇÁK, T.; MINÁRIK, P.; STRÁSKÁ, J.; GUBICZA, J.; DLUHOŠ, L.; MÁTHIS, K.; JANEČEK, M. Influence of temperature of ecap processing on the microstructure and microhardness of as-cast AX41 alloy. *Journal of Materials Science*, Springer, v. 55, n. 7, p. 3118–3129, 2019.

KULAGIN, R.; BEYGELZIMER, Y.; BACHMAIER, A.; PIPPAN, R.; ESTRIN, Y. Benefits of pattern formation by severe plastic deformation. *Applied Materials Today*, Elsevier, v. 15, p. 236–241, 2019.

LANGDON, T. G. Processing of aluminium alloys by severe plastic deformation. In: TRANS TECH PUBL. *Materials science forum*. [S.l.], 2006. v. 519, p. 45–54.

- LANGDON, T. G. Processing by severe plastic deformation: Historical developments and current impact. *Materials Science Forum*, v. 667, p. 9–14, 2011.
- LANGE, K. Handbook of metal forming. *McGraw-Hill Book Company, 1985*, p. 1216, 1985.
- LEE, T.; SHIH, D. S.; LEE, Y.; LEE, C. S. Manufacturing ultrafine-grained ti-6al-4v bulk rod using multi-pass caliber-rolling. *Metals*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 5, n. 2, p. 777–789, 2015.
- LIPÍŃSKA, M.; OLEJNIK, L.; LEWANDOWSKA, M. The influence of an ecap-based deformation process on the microstructure and properties of electrolytic tough pitch copper. *Journal of Materials Science*, Springer, v. 53, n. 5, p. 3862–3875, 2018.
- LIU, F.; FA, T.; CHEN, P. H.; WANG, J. T. Steady-state characteristics of fcc pure metals processed by severe plastic deformation: experiments and modelling. *Philosophical Magazine*, Taylor & Francis, v. 100, n. 1, p. 62–83, 2019.
- LIU, F.; YUAN, H.; YIN, J.; WANG, J. T. Influence of stacking fault energy and temperature on microstructures and mechanical properties of fcc pure metals processed by equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 662, p. 578–587, 2016.
- LORENZ, G.; NEDER, R.; MARXREITER, J.; FREY, F.; SCHNEIDER, J. A mirror furnace for neutron diffraction up to 2300 k. *Journal of applied crystallography*, International Union of Crystallography, v. 26, n. 5, p. 632–635, 1993.
- LOWE, T. C.; VALIEV, R. Z. The use of severe plastic deformation techniques in grain refinement. *Jom*, Springer, v. 56, n. 10, p. 64–68, 2004.
- LUGO, N.; CABRERA, J. M.; LLORCA-ISERN, N.; LUIS-PÉREZ, C.; LURI, R.; LEÓN, J.; PUERTAS, I. Grain refinement of pure copper by ecap. *Materials Science Forum*, v. 584, p. 393–398, 2008.
- MENDES, R.; SILVA, F. da; FONTANA, M.; DUARTE, A.; LINS, J. Caracterização microestrutural liga al aa1070 prensada em canais equiangulares a frio via rota a. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2014.
- MURUGAN, S. S. Equal channel angular pressing: A novel technique for the production of ultra fine grained structure in materials—a mini review.
- NEISHI, K.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Achieving superplasticity in a cu–40% zn alloy through severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, Elsevier, v. 45, n. 8, p. 965–970, 2001.
- NITHEESHWARAN, K.; PADMANATHAN, T.; VIGNESH, S. S.; SAYAN, M. S. A.; PHANIBHUSHANA, M. Study of microstructure and mechanical properties of metal matrix composites subjected to severe plastic deformation—a review. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 46, p. 799–805, 2020.
- PIPPAN, R.; WETSCHER, F.; HAFOK, M.; VORHAUER, A.; SABIROV, I. The limits of refinement by severe plastic deformation. *Advanced Engineering Materials*, Wiley Online Library, v. 8, n. 11, p. 1046–1056, 2006.

QI, Y.; KOSINOVA, A.; KILMAMETOV, A. R.; STRAUMAL, B. B.; RABKIN, E. Stabilization of ultrafine-grained microstructure in high-purity copper by gas-filled pores produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, Elsevier, v. 178, p. 29–33, 2020.

QUARTIERMEISTER, M. V.; MAGALHÃES, D. C.; VACCHI, G. S.; BRAGA, D. P.; SILVA, R.; KLIAUGA, A. M.; SORDI, V. L.; ROVERE, C. A. On the pitting corrosion behavior of ultrafine-grained aluminum processed by ecap: A statistical analysis. *Materials and Corrosion*, Wiley Online Library, v. 71, n. 8, p. 1244–1256, 2020.

ROSOCHOWSKI, A. *Severe plastic deformation technology*. [S.l.: s.n.], 2017.

SADASIVAN, N.; BALASUBRAMANIAN, M.; RAMESHBAPU, B. A comprehensive review on equal channel angular pressing of bulk metal and sheet metal process methodology and its varied applications. *Journal of Manufacturing Processes*, Elsevier, v. 59, p. 698–726, 2020.

SAFARI, M.; JOUDAKI, J. Effect of temperature on strength and hardness in multi-pass equal channel angular pressing (ecap) of aluminum alloys. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, Springer, v. 73, n. 3, p. 619–627, 2020.

SARIN, P.; YOON, W.; JURKSCHAT, K.; ZSCHACK, P.; KRIVEN, W. Quadrupole lamp furnace for high temperature (up to 2050 K) synchrotron powder x-ray diffraction studies in air in reflection geometry. *Review of Scientific Instruments*, American Institute of Physics, v. 77, n. 9, p. 093906, 2006.

SCHAFLER, E. Effects of releasing the hydrostatic pressure on the nanostructure after severe plastic deformation of Cu. *Scripta Materialia*, Elsevier, v. 62, n. 6, p. 423–426, 2010.

SENTHILVELAN, T.; RAGHUKANDAN, K.; VENKATRAMAN, A. Development of nomograms for prediction of extrusion stress for p/m copper preforms at warm working temperatures. *Journal of materials processing technology*, Elsevier, v. 138, n. 1-3, p. 28–33, 2003.

SHUAI, G.; LI, Z.; ZHANG, D.; TONG, Y.; LI, L. The mechanical property and electrical conductivity evolution of Al–Fe alloy between room temperature and elevated temperature ecap. *Vacuum*, Elsevier, v. 183, p. 109813, 2020.

SITDIKOV, O.; AVTOKRATOVA, E.; SAKAI, T.; TSUZAKI, K. Ultrafine-grain structure formation in an Al–Mg–Sc alloy during warm ecap. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Springer, v. 44, n. 2, p. 1087–1100, 2012.

SOUSA, T. G. Avaliação de densidade de discordâncias em cobre e latão  $\alpha$  deformados por análise de largura de pico de drx. Instituto Militar de Engenharia Dissertação, Rio de Janeiro, 2014.

SOUSA, T. G. d.; SORDI, V. L.; BRANDÃO, L. P. Dislocation density and texture in copper deformed by cold rolling and ecap. *Materials Research*, SciELO Brasil, v. 21, 2018.

SUWAS, S.; MONDAL, S. Texture evolution in severe plastic deformation processes. *Materials transactions*, The Japan Institute of Metals and Materials, p. MF201933, 2019.

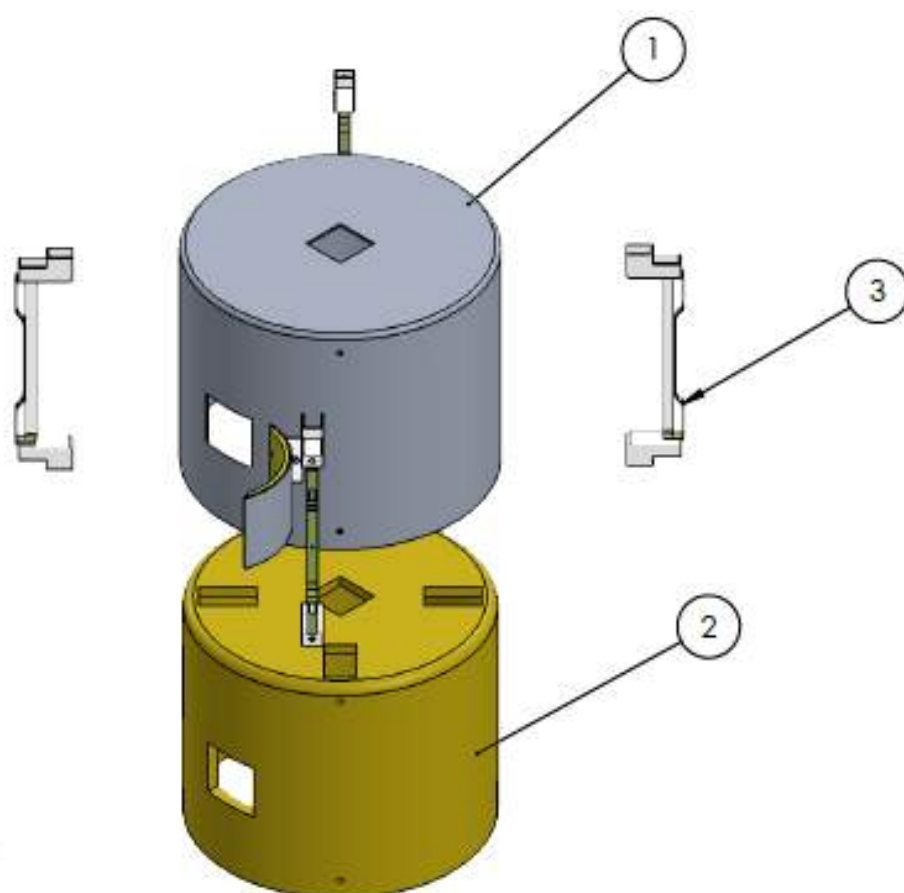
SUWAS, S.; RAY, R. K. *Crystallographic texture of materials*. [S.l.]: Springer, 2014.

- VALIEV, R. Z.; ISLAMGALIEV, R. K.; ALEXANDROV, I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in materials science*, Pergamon, v. 45, n. 2, p. 103–189, 2000.
- VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in materials science*, Elsevier, v. 51, n. 7, p. 881–981, 2006.
- VANDER, G. F. Metallography, principles and practice. *Material Science and Engineering Series, McGraw-Hill, Inc., New York, NY*, 1984.
- VERLEYSSEN, P.; LANJEWAR, H. Dynamic high pressure torsion: A novel technique for dynamic severe plastic deformation. *Journal of Materials Processing Technology*, Elsevier, v. 276, p. 116393, 2020.
- VIJAYASHAKTHIVEL, A.; DATH, T. S.; KRISHNAMURTHY, R. Response of copper to equal channel angular pressing with different processing temperature. *Procedia Engineering*, Elsevier, v. 97, p. 56–63, 2014.
- WANG, H.; BAN, C.; ZHAO, N.; KANG, Y.; QIN, T.; LIU, S.; CUI, J. Enhanced strength and ductility of nano-grained titanium processed by two-step severe plastic deformation. *Materials Letters*, Elsevier, v. 266, p. 127485, 2020.
- WEN, H.; ZHAO, Y.; TOPPING, T. D.; ASHFORD, D.; FIGUEIREDO, R. B.; XU, C.; LANGDON, T. G.; LAVERNIA, E. J. Influence of pressing temperature on microstructure evolution and mechanical behavior of ultrafine-grained cu processed by equal-channel angular pressing. *Advanced Engineering Materials*, Wiley Online Library, v. 14, n. 3, p. 185–194, 2012.
- ZEHETBAUER, M.; STÜWE, H.; VORHAUER, A.; SCHAFLER, E.; KOHOUT, J. The role of hydrostatic pressure in severe plastic deformation. *Advanced Engineering Materials*, Wiley Online Library, v. 5, n. 5, p. 330–337, 2003.
- ZHANG, M.; LIU, L.; LIANG, S.; LI, J. Evolution in microstructures and mechanical properties of pure copper subjected to severe plastic deformation. *Metals and Materials International*, Springer, p. 1–11, 2019.
- ZHAO, N.; BAN, C.; WANG, H.; CUI, J. Optimized combination of strength and electrical conductivity of al-mg-si alloy processed by ecap with two-step temperature. *Materials*, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 13, n. 7, p. 1511, 2020.
- ZHAO, P.-C.; YUAN, G.-J.; WANG, R.-Z.; GUAN, B.; JIA, Y.-F.; ZHANG, X.-C.; TU, S.-T. Grain-refining and strengthening mechanisms of bulk ultrafine grained cp-ti processed by l-ecap and mdf. *Journal of Materials Science & Technology*, Elsevier, v. 83, p. 196–207, 2021.
- ZHAO, Y.; HORITA, Z.; LANGDON, T.; ZHU, Y. Evolution of defect structures during cold rolling of ultrafine-grained cu and cu–zn alloys: Influence of stacking fault energy. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 474, n. 1-2, p. 342–347, 2008.
- ZHU, J.; LIU, S.; LIN, Y.; WANG, G. Effect of electropulsing on microstructure and properties of severely plastically deformed pure copper sheet. *Journal of Materials Engineering and Performance*, Springer, v. 29, n. 2, p. 841–848, 2020.

ZI, A. Pure copper processed by extrusion preceded equal channel angular pressing. *Materials characterization*, Elsevier, v. 61, n. 2, p. 141–144, 2010.

ZRNIK, J.; DOBATKIN, S. V.; MAMUZIĆ, I. Processing of metals by severe plastic deformation (spd)–structure and mechanical properties respond. *Metalurgija*, Hrvatsko Metalursko Društvo (HMD), v. 47, n. 3, p. 211–216, 2008.

## APÊNDICE A – DESENHO TÉCNICO DO FORNO À BASE DE LÂMPADAS HALÓGENAS



Nº DO ITEM	Nº DA PEÇA	DESCRIÇÃO	QTD.
1	Estrutura Forno	Alumínio	1
2	Revestimento cerâmico	Lã de Vidro	1
3	Lâmpada Halógena	Soquete R7s - 1000W/190mm	4

Figura A.1 – Vista explodida do forno de lâmpadas halógenas.



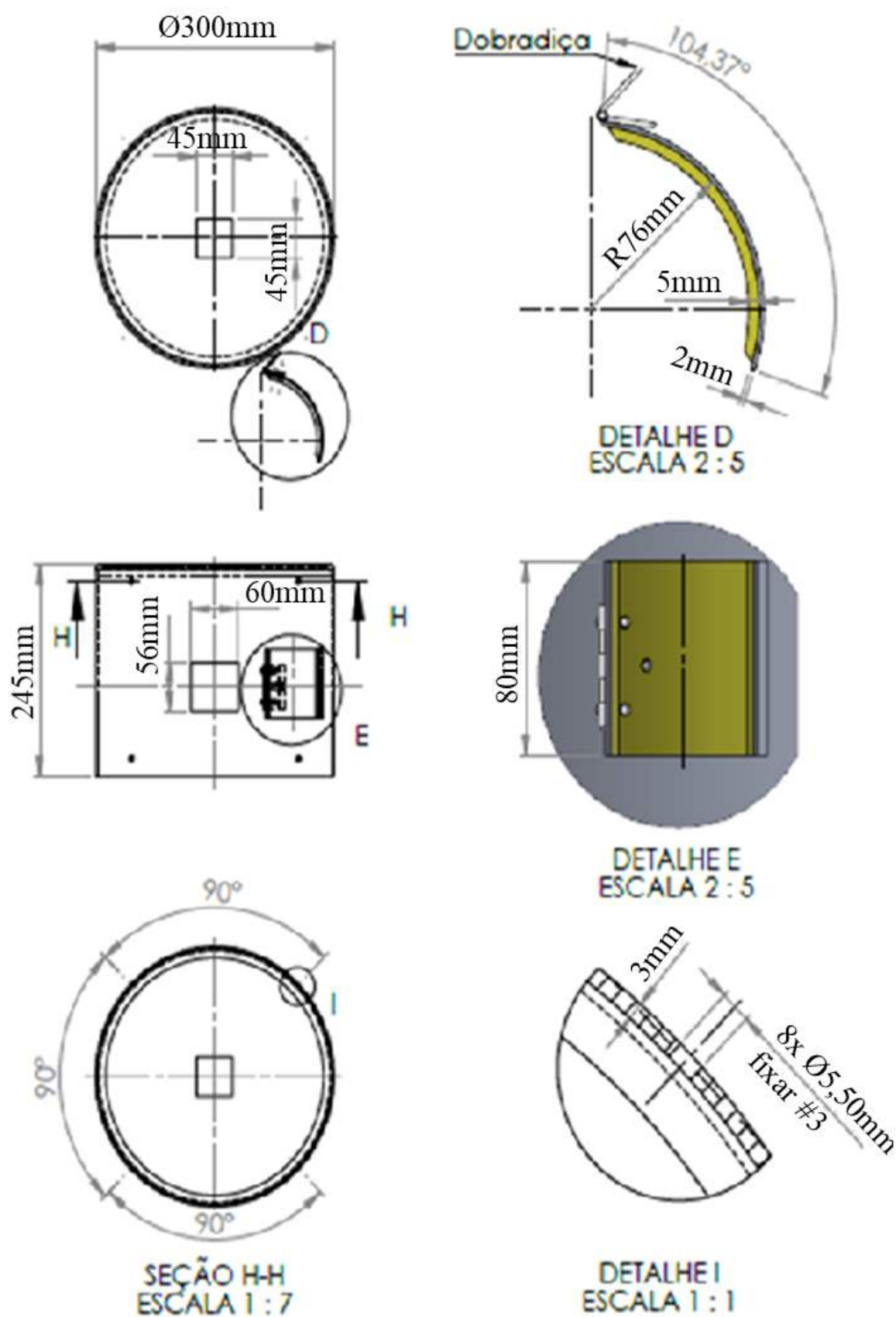
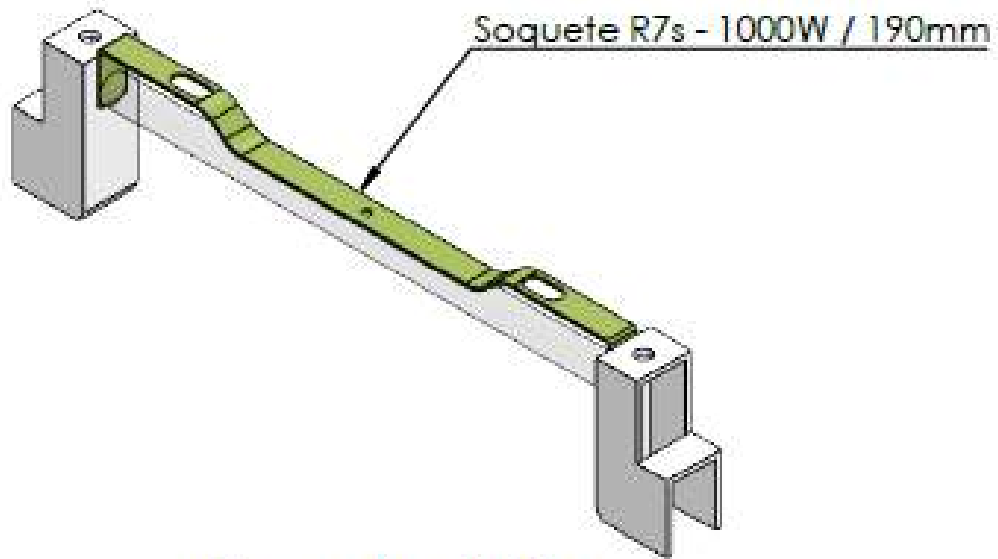
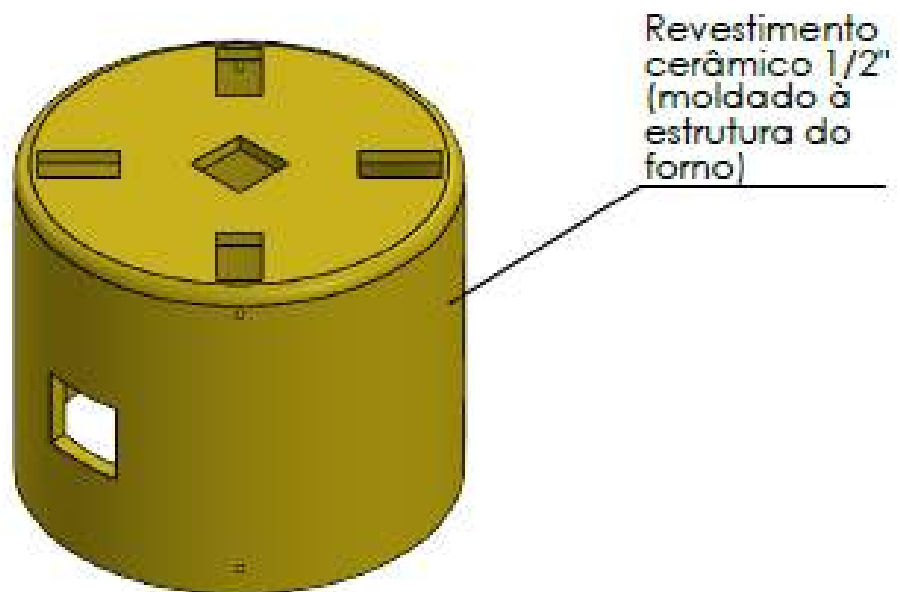


Figura A.2 – Detalhamento estrutural e componentes móveis do forno de lâmpadas.



Escala 1:2



Escala 1:5

Figura A.3 – Detalhamento do soquete das lâmpadas halógenas e do revestimento cerâmico do forno.

## APÊNDICE B – APARATO DE MONTAGEM DA MATRIZ DE ECAP COM O FORNO DE LÂMPADAS

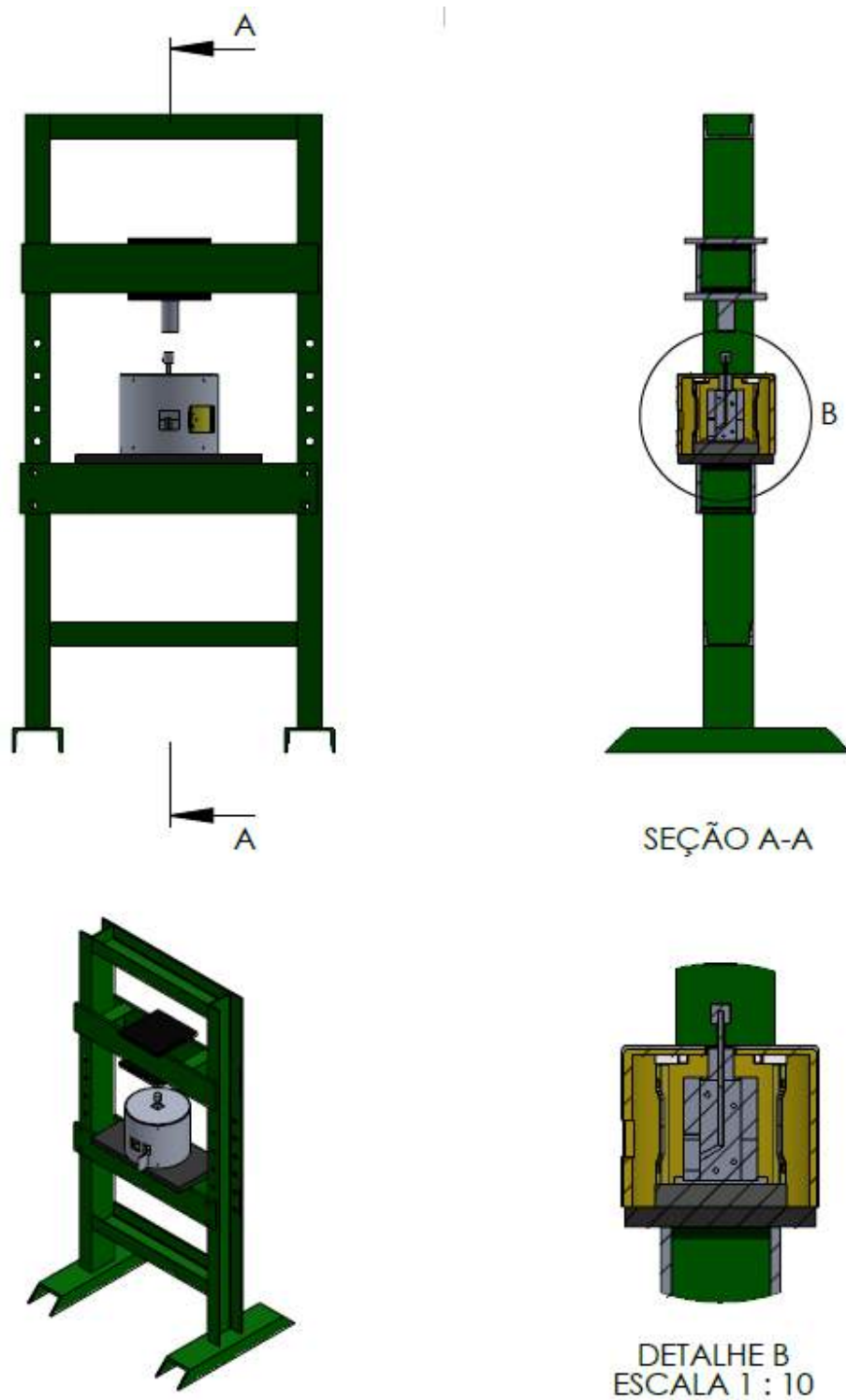


Figura B.1 – Vista e seção do aparato da montagem da matriz de ECAP com o forno de lâmpadas.