

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

P²CEM

REINAN TIAGO FERNANDES DOS SANTOS

**EFEITO DO ÂNGULO DE CURVATURA NA HOMOGENEIDADE
MICROESTRUTURAL E DE DUREZA DO NIÓBIO PURO
PROCESSADO POR PRENSAGEM EM CANAIS
EQUIANGULARES (ECAP)**

SÃO CRISTÓVÃO - SE

2023

REINAN TIAGO FERNANDES DOS SANTOS

**EFEITO DO ÂNGULO DE CURVATURA NA HOMOGENEIDADE
MICROESTRUTURAL E DE DUREZA DO NIÓBIO PURO
PROCESSADO POR PRENSAGEM EM CANAIS
EQUIANGULARES (ECAP)**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação
em Ciência e Engenharia de Materiais da
Universidade Federal de Sergipe, como parte dos
requisitos para obtenção do título de Doutor em
Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Wilton Walter Batista

SÃO CRISTÓVÃO - SE

2023

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE**

S237e Santos, Reinan Tiago Fernandes dos
Efeito do ângulo de curvatura na homogeneidade microestrutural e de dureza do nióbio puro processado por prensagem em canais equiangulares (ECAP) / Reinan Tiago Fernandes dos Santos ; orientador Wilton Walter Batista - São Cristóvão, 2023.
137 f. : il.

Tese (doutorado em Ciência e Engenharia de materiais) –
Universidade Federal de Sergipe, 2023.

1. Prensas mecânicas. 2. Nióbio. 3. Metais – Propriedades mecânicas. I. Batista, Wilton Walter orient. II. Título.

CDU 66.017

“Efeito do Ângulo de Curvatura na Homogeneidade Microestrutural e de Dureza do Nióbio Puro Processado por Prensagem em Canais Equiangulares (ECAP)”

Reinan Tiago Fernandes dos Santos

Tese submetida ao corpo docente do PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS da Universidade Federal de Sergipe como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de DOUTOR em CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Aprovada por:

Documento assinado digitalmente
 **WILTON WALTER BATISTA**
Data: 29/08/2023 10:39:57-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Wilton Walter Batista

Documento assinado digitalmente
 **OSVALDO SOARES DA SILVA**
Data: 31/08/2023 18:08:25-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Osvaldo Soares da Silva

Documento assinado digitalmente
 **DOUGLAS BRESSAN RIFFEL**
Data: 30/08/2023 08:23:46-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Douglas Bressan Riffel

Documento assinado digitalmente
 **SANDRA ANDREIA STWART DE ARAUJO SOUZA**
Data: 29/08/2023 20:49:57-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Profa. Dra. Sandra Andreia Stewart de Araújo Souza

Documento assinado digitalmente
 **CARLOS OTAVIO DAMAS MARTINS**
Data: 29/08/2023 11:13:58-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Carlos Otávio Damas Martins

SÃO CRISTÓVÃO, SE – BRASIL.

Agosto/2023

Aos meus pais

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar a Deus, meu guia e fonte de toda força e sabedoria, que sempre me fez levantar através de cada filho Dele que pôs na minha vida.

Aos meus pais, Maria de Jesus e José de Ribamar pelo exemplo de amor e resistência. Agradeço por tudo que sempre fizeram por mim, meu porto seguro e coragem. Aos meus irmãos, em especial minha irmã Cassia Rejane, pelo apoio e carinho. Amo vocês. A toda minha família, não há presente maior de Deus do que minha família e sou muito grato.

Aos amigos que adquiri durante o curso, Eduardo, Mário, Gustavo, Késia, Helton, Diego, Vagner e Prof. Zora, muito obrigado por me proporcionar momentos de parceria, troca de conhecimentos e alegrias.

Aos técnicos Shirley e Ednaldo do departamento de Ciência e Engenharia de Materiais (DCEM) e Anny pela disposição e auxílios prestados durante o curso.

Não posso deixar de agradecer ao meu orientador professor Wilton Walter Batista, que dedicou seu tempo e proporcionou a mim o conhecimento necessário para o desenvolvimento e conclusão dessa tese, uma pessoa incrível e de uma admirável competência profissional, muito preocupado com o bom desempenho de seus alunos. Um exemplo de competência e humildade. Um profissional que durante 7 anos em minha vida, foi sinônimo de incentivo. Muito obrigado Prof. Wilton!

Agradeço a Anderson Dantas, uma pessoa incrível e de uma sensibilidade grandiosa, valeu por ter sido um guia para muitas decisões em minha vida. Construímos laços invisíveis que nunca serão cortados.

À Thamyres, por ser irmã.

À Universidade Federal de Sergipe, a todos do DCEM e P²CEM pela confiança e oportunidade de realizar este trabalho.

A Fundação de Apoio à Pesquisa e à inovação tecnológica do Estado de Sergipe (FAPITEC| SE) pela concessão da bolsa de doutorado.

Meu eterno agradecimento e meu OBRIGADO, a todos que me ajudaram com palavras, orações e ficaram na torcida para que este trabalho fosse realizado.

SANTOS, R.T.F. **Efeito do ângulo de curvatura na homogeneidade microestrutural e de dureza do Nióbio Puro processado por Prensagem em Canais Equiangulares (ECAP)**. 2023. 137f. Tese (Doutorado em Ciencia e Engenharia de Materiais), São Cristóvão, 2023.

**EFEITO DO ÂNGULO DE CURVATURA NA HOMOGENEIDADE
MICROESTRUTURAL E DE DUREZA DO NIÓBIO PURO
PROCESSADO POR PRENSAGEM EM CANAIS
EQUIANGULARES (ECAP)**

Reinan Tiago Fernandes dos Santos

Agosto/2023

Orientador: Wilton Walter Batista

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Corpos de prova de Nióbio foram processados por prensagem em canais equiangulares (ECAP) à temperatura ambiente em 1 passe para investigar o efeito dos lubrificantes na microestrutura, variáveis de processamento e homogeneidade de dureza. Além disso, o Nb foi deformado em 1, 2, 4, 6 e 8 passes por ECAP, em matriz ECAP com ângulo com canal reto ($\Phi = 90^\circ$) empregando dois ângulos de curvatura ($\Psi = 0^\circ$ e $\Psi = 30^\circ$). Os resultados mostraram que os lubrificantes: spray desengripante com fita de politetrafluoretileno, graxa de MoS_2 e graxa de MoS_2 com fita de politetrafluoretileno apresentaram condições de processamento favoráveis em relação à matriz ECAP sem lubrificação. A análise da homogeneidade da microestrutura revelou que, as regiões bandeadas, um fluxo cisalhante aleatório e a presença de *zonas mortas* foram determinantes na heterogeneidade ao longo dos passes ECAP. É aparente pela análise da homogeneidade das microestruturas e durezas Vickers nas amostras, que o ângulo de curvatura apresentou influência significativa até 4 passes e reduzindo seu efeito até 8 passes. Em relação a homogeneidade de dureza, os dados não apresentam variação de dureza Vickers nos dois ângulos de curvatura analisados. A partir de 6 passes, em ambas as configurações de matriz, os valores de dureza foram distribuídos de forma homogênea ao longo do corpo de prova deformado. O processamento do Nb puro por ECAP, foi eficiente para produzir uma microestrutura homogênea.

Palavras Chaves: prensagem em canais equiangulares; nióbio; ângulo de curvatura ECAP; homogeneidade de dureza; homogeneidade microestrutural.

SANTOS, R.T.F. **Effect of bending angle on microstructural homogeneity and hardness of pure niobium processed by pressing in equiangular channels (ECAP).** 2023. 137f. Thesis (Doctorate in Materials Science and Engineering), São Cristóvão, 2023.

**EFFECT OF BENDING ANGLE ON THE MICROSTRUCTURAL
HOMOGENEITY AND HARDNESS OF PURE NIOBIUM PROCESSED BY
PRESSING IN EQUIANGULAR CHANNELS (ECAP)**

Reinan Tiago Fernandes dos Santos

Agosto/2023

Advisors: Wilton Walter Batista
Department: Materials Science and Engineering

Pure niobium specimens were processed by equiangular channel pressing (ECAP) at room temperature in 1 pass, to investigate the effect of lubricants on microstructure, processing variables and hardness homogeneity. In addition, the Nb was deformed in 1, 2, 4, 6 and 8 passes by ECAP, in an ECAP matrix with a straight channel angle ($\Phi = 90^\circ$) using two bending angles ($\Psi = 0^\circ$ and $\Psi = 30^\circ$). The results showed that the lubricants: anti-seize spray with polytetrafluoroethylene tape, MoS₂ grease and MoS₂ grease with polytetrafluoroethylene tape showed favorable processing conditions in relation to the ECAP matrix without lubrication. The analysis of the microstructure homogeneity revealed that the banded regions, a random shear flow and the presence of dead zones were determinant in the heterogeneity along the ECAP passes. It is apparent from the analysis of the homogeneity of microstructures and Vickers hardness in the samples, that the angle of curvature had a significant influence up to 4 passes and reducing its effect up to 8 passes. Regarding the homogeneity of hardness, the data do not show variation of Vickers hardness in the two angles of curvature analyzed. After 6 passes, in both matrix configurations, the hardness values were homogeneously distributed along the deformed specimen. The processing of pure Nb by ECAP was efficient to produce a homogeneous microstructure.

Keywords: pressing in equiangular channels; pure niobium; ECAP camber angle; hardness homogeneity; microstructural homogeneity.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Ilustração esquemática do processamento via ECAP. Adaptado de Huang e Langdon [51].	25
Figura 2. Configurações de matriz ECAP variando os ângulos de canal e curvatura. ...	26
Figura 3. Ilustração esquemática-do corte em 1 passe na matriz: X, Y e Z que definem três planos ortogonais de observação. Adaptado de Furukawa <i>et al</i> [53].	27
Figura 4. Rotas de processamento ECAP.	28
Figura 5. Modelo de funcionamento da rota B _C na matriz ECAP.	28
Figura 6. Distorções das curvas previstas pelo MEF para (a) um material com alta taxa de encruamento (Al-1100) e (b) um material com baixa taxa de encruamento (6061Al-T6) [82].	33
Figura 7. Modelagem experimental com plasticina submetida a prensagem por ECAP em uma matriz acrílica. Adaptado de Werenskiold <i>et al.</i> [85].	34
Figura 8. (a) Grades de fluxos mostrando a deformação o ECAP, com a zona de deformação plástica (ZDP) e a zona de metal morto (ZMM) e (b) Modelagem física ECAP de uma plasticina colorida indicando a ZMM. Adaptado de Skrotzki [86].	35
Figura 9. Modelo para refinamento de grãos via ECAP no plano Y para 1, 2 e 4 passes usando rotas A, B _C e C [5].	37
Figura 10. Bandas de transição em grão deformado com subestrutura celular [97].	40
Figura 11. Bandas de cisalhamento [97].	41
Figura 12. Microestrutura do Nióbio laminado a frio até 50% [106].	42
Figura 13. Mapas de contorno codificados por cores mostrando as distribuições da microdureza Vickers: (a) um passe, (b) dois passes, (c) quatro passes e (d) seis passes [90].	44
Figura 14. Forno de tratamento térmico.	47
Figura 15. Matriz ECAP de $\Phi = 90^\circ$. (a) Desenho esquemático das três peças da matriz utilizada, (b) Junção da peça 1 e 2 formando o ângulo do canal $\Phi = 90^\circ$. Adaptado de Silva [126].	48

Figura 16. Matriz ECAP de ângulo de canal $\Phi = 90^\circ$ e ângulo de curvatura $\Psi = 0^\circ$	48
Figura 17. Representação esquemática das três regiões de análise.	50
Figura 18. Representação das regiões preferenciais de análise da microestrutura, nas regiões da cabeça, centro e cauda.	51
Figura 19. (a) Plano Z. (b) Mapeamento total. (c) Mapeamento por região: superfície inferior, centro e superfície superior.....	52
Figura 20. Flambagem do punção no processo de deformação ECAP do Nb.....	55
Figura 21. Cargas de flambagem do punção, calculadas pela equação de Euler para várias seções e comprimentos.	56
Figura 22. Micrografia da RPA do centro do corpo de prova deformado em 1 passe na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ nas condições com (a) SF- PTFE, (b) MS e (c) MSF-PTFE. Em destaque os ângulos das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.....	60
Figura 23. Micrografia do centro do corpo de prova deformado em 1 passe na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ na condição sem lubrificante. Em destaque à natureza das bandas identificadas e o ângulo das bandas em relação a DE.	62
Figura 24. Valores de microdureza Vickers registrados no plano Z deformado em 1 passe com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ nas condições: sem ECAP e deformados com S/L, SF-PTFE, MS e MSF-PTFE.	64
Figura 25. Mapas de contorno codificados por cores. Homogeneidade de deformação por região em 1 passe na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ nas condições: (a) SF- PTFE, (b) MS e (c) MSF-PTFE.	65
Figura 26. Análise da homogeneidade de deformação por região em 1 passe na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ nas condições: (a) MS, (b) MSF-PTFE e (c) SF- PTFE.	67
Figura 27. Micrografia do Nb homogeneizado.	70
Figura 28. Micrografia na região preferencial do centro do corpo de prova deformado com 1 passe na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.	71

Figura 29. Micrografia do RPA da cabeça do corpo de prova deformado com 1 passe na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.....	73
Figura 30. Micrografia na faixa superior direita da cauda do corpo de prova deformado com 1 passe na matriz de ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$	74
Figura 31. Micrografia na RPA do centro do corpo de prova deformado com 2 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque a natureza das bandas identificadas.	75
Figura 32. Micrografia na região do centro do corpo de prova deformado com 2 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque, a natureza das bandas identificadas.....	76
Figura 33. Micrografia na RPA no centro do corpo de prova deformado com 4 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.....	77
Figura 34. Micrografia na região do centro do corpo de prova deformado com 6 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque, o a direção do fluxo e natureza das bandas identificadas.	79
Figura 35. Micrografia na RPA no centro do corpo de prova deformado com 8 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque, o fluxo e ângulo de contorno das bandas em relação a DE.....	80
Figura 36. Micrografia de uma região fora da RPA no centro corpo de prova deformado com 8 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.	81
Figura 37. Micrografia na RPA no centro do corpo de prova deformado com 1 passe na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, a natureza das bandas identificadas.	82
Figura 38. Micrografia na RPA no centro do corpo de prova deformado com 2 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.....	83

Figura 39. Micrografia da região da faixa inferior da cauda do corpo de prova deformado com 2 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.	84
Figura 40. Micrografia na RPA na cabeça do corpo de prova deformado com 4 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.....	85
Figura 41. Micrografia na RPA no centro do corpo de prova deformado com 6 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, a direção de fluxo e natureza das bandas identificadas.....	86
Figura 42. Micrografia na RPA na cauda do corpo de prova deformado com 6 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, uma banda de cisalhamento e o ângulo de contorno das bandas em relação a DE.	86
Figura 43. Micrografia do RPA no centro do corpo de prova deformado com 8 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, a natureza das bandas identificadas.	87
Figura 44. Ilustração esquemática do resultado de processamento com corpos de provas distorcidos.....	93
Figura 45. Microdureza Vickers do nióbio homogeneizado e deformado na matriz ECAP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$	97
Figura 46. Mapas de contorno codificados por cores mostrando a homogeneidade de deformação em função do número de passes: Nb sem deformação (a) e Nb deformado com (b) 1, (c) 2 (d) 4 (e) 6 e (f) 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$	99
Figura 47. Mapeamento por região. Análise da homogeneidade de deformação por região em função do número de passes: (a) 1, (b) 2, (c) 4, (d) 6 e (e) 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$	101
Figura 48. Valores de desvio padrão em função do número de passes: 1, 2, 4, 6 e 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$	104
Figura 49. Microdureza Vickers do nióbio homogeneizado e deformado na matriz ECAP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$	105

Figura 50. Mapas de contorno codificados por cores mostrando a homogeneidade de deformação em função do número de passes do Nb sem deformação (a) e Nb deformado com (b) 1, (c) 2 (d) 4 (e) 6 e (f) 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$	107
Figura 51. Mapas de contorno codificados por cores para Nb puro deformado em 1 passe nas condições: (a) processado em ZDP com $\Psi = 32^\circ$ e (b) processado em ZDP com $\Psi = 0^\circ$	109
Figura 52. Mapeamento por região. Análise da homogeneidade de deformação por região em função do número de passes: (a) 1, (b) 2, (c) 4, (d) 6 e (e) 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$	111
Figura 53. Valores de desvio padrão em função do número de passes: 1, 2, 4, 6 e 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$	114

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Efeitos de Φ e Ψ na deformação por passe.....	32
Tabela 2. Faixas angulares de deslizamento para rota de processamento B_C . Adaptado de Langdon [98].	38
Tabela 3. Carga máxima registrada em corpos de prova processados em matriz ECAP utilizando os diferentes sistemas de lubrificação.	57
Tabela 4. Altura restante de corpos de prova processados em matriz ECAP utilizando os diferentes sistemas de lubrificação.	58
Tabela 5. Parâmetros da microestrutura dos 4 sistemas de lubrificação.	62
Tabela 6. Cargas máximas de deformação em cada um dos passes na ZDP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$	68
Tabela 7. Cargas máxima de deformação em cada um dos passes na ZDP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$	69
Tabela 8. Parâmetros microestruturais identificados ao longo dos passes.	89
Tabela 9. Microdureza Vickers e fator de não homogeneidade em função do número de passes.	103
Tabela 10. Microdureza Vickers e fator de não homogeneidade em função do número de passes.	113

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ANOVA	Análise de variância
ECAP	<i>Equal Channel Angular Extrusion</i>
CCC	Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Cúbica de Face Centrada
HC	Hexagonal Compacta
HPT	<i>High Pressure Torsion</i>
SPD	<i>Severe Plastic Deformation</i>
ARB	<i>Accumulative Roll-Bonding</i>
DPD	Deformação Plástica Dinâmica
DPS	Deformação Plástica Severa
Ti CP	Titânio Comercialmente Puro
HV	Dureza Vickers
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MO	Microscopia Óptica
ZMM	Zona de Metal Morto
ZDP	Zona de Deformação Plástica

LISTA DE SÍMBOLOS

E	Módulo de Elasticidade
G	Módulo de Cisalhamento
N	Número de Passes
γ	Deformação cisalhante
ε	Deformação Verdadeira
l	Espessura
θ	Ângulo de Canal
ψ	Ângulo de Curvatura
π	Pi
τ	Tensão Cisalhante
ν	Coeficiente de Poisson

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	19
2. OBJETIVOS	21
2.1. OBJETIVO GERAL	21
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	21
3. REVISÃO DE LITERATURA	22
3.1. O MATERIAL	22
3.2. DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA	23
3.3. PRENSAGEM EM CANAIS EQUIANGULARES	25
3.3.1. Rota de Processamento	27
3.3.2. Fatores experimentais que influenciam o processo ECAP	29
3.3.3. Propriedade dos materiais processados por ECAP	30
3.4. ZONA DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA	31
3.5. O ESTADO DEFORMADO	36
3.5.1. Evolução da microestrutura durante a deformação	36
3.5.2. Heterogeneidades nas microestruturas de materiais processados por ECAP	39
3.5.3.1. <i>Bandas de transição</i>	40
3.5.3.2. <i>Bandas de cisalhamento</i>	41
3.5.3.3. <i>Bandas de deformação</i>	41
3.5.3.4. <i>Microbandas</i>	42
3.5.3.5. <i>Bandas de dobramento</i>	43
3.5.3. Homogeneidade de dureza de materiais processados por ECAP	43
3.6. PROJETO DE MATRIZ ECAP	45
3.6.1. Segurança e custo	45
3.6.2. Produtividade	46
4. MATERIAIS E MÉTODOS	47
4.1. MATERIAIS	47
4.2. METODOLOGIA	47
4.2.1. Tratamento térmico de homogeneização do Nb	47
4.2.2. Matriz ECAP	48
4.2.3. Preparação dos corpos de prova	49
4.2.4. Sistemas de lubrificação	49

4.2.5. Processo ECAP	49
4.2.6. Caracterização Microestrutural e Mecânica	50
4.2.6.1. Definição de nomenclatura	50
4.2.6.2. Preparação dos corpos de prova	50
4.2.6.3. Microscopia	51
4.2.6.4. Microduzera Vickers	52
4.2.6.5. Análise de Variância (ANOVA)	53
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	54
5.1. OTIMIZAÇÃO DE PROCESSAMENTO EM MATRIZ ECAP	54
5.1.1. Processo de deformação ECAP do Nióbio	54
5.1.2. Flambagem do punção	55
5.1.3. Sistemas de Lubrificação	57
5.1.4. Altura dos corpos de prova	58
5.1.5. Observações experimentais no processamento ECAP	59
5.1.6. Microestrutura dos materiais processados por ECAP em diferentes sistemas de lubrificação	60
5.1.7. Homogeneidade de dureza do Nb processado por ECAP em diferentes sistemas de lubrificação	63
5.1.8. Processamento ECAP	63
5.1.9. Mapeamento total	64
5.1.10. Mapeamento por região	66
5.1.11. Seleção do lubrificante	67
5.1.12. Magnitude das cargas de deformação na matriz com $\Psi = 0^\circ$	68
5.1.13. Magnitude das cargas de deformação na matriz com $\Psi = 32^\circ$	69
5.2. ANÁLISE DA HOMOGENEIDADE MICROESTRUTURAL	70
5.2.1. Microestura do Nióbio no estado bruto e homogeneizado	70
5.2.2. Microestrutura do Nióbio deformado com $\Psi = 0^\circ$	71
5.2.2.1. Deformação com 1 passe	71
5.2.2.2. Deformação com 2 passes	75
5.2.2.3. Deformação com 4 passes	77
5.2.2.4. Deformação com 6 passes	79
5.2.2.5. Deformação com 8 passes	80
5.2.3. Microestrutura do Nióbio deformado em $\Psi = 32^\circ$	81
5.2.3.1. Deformação com 1 passe	81

5.2.3.2. Deformação com 2 passes _____	83
5.2.3.3. Deformação com 4 passes _____	84
5.2.3.4. Deformação com 6 passes _____	85
5.2.3.5. Deformação com 8 passes _____	87
5.2.4. Uma análise comparativa _____	88
5.2.4.1. Relação entre o número de passes e a homogeneidade microestrutural _____	88
5.2.4.2. Relação entre largura das bandas e matriz _____	89
5.2.4.3. Formação das bandas _____	90
5.2.4.4. Tamanho da <i>Zona morta</i> _____	91
5.2.4.5. Padrão de Fluxo de deformação _____	92
5.2.4.6. Relação entre o mapeamento total _____	95
5.3. ANÁLISE DA HOMOGENEIDADE DE DUREZA ECAP _____	96
5.3.1. Mapeamento de dureza do Nióbio deformado com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ _____	96
5.3.1.1. Processamento ECAP _____	96
5.3.1.2. Mapeamento Total _____	98
5.3.1.3. Mapeamento por região _____	100
5.3.1.4. Parâmetros de uniformidade de distribuição de deformação _____	102
5.3.1.4.1. Fator de não homogeneidade (IF) _____	102
5.3.1.4.2. Desvio Padrão (DV) _____	103
5.3.2. Mapeamento de dureza do nióbio deformado com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$ _____	105
5.3.2.1. Processamento ECAP _____	105
5.3.2.2. Mapeamento Total _____	106
5.3.2.3. Análise comparativa no mapeamento total _____	109
5.3.2.4. Mapeamento por região _____	110
5.3.2.5. Parâmetros de uniformidade de distribuição de tensão _____	113
5.3.2.5.1. Fator de não homogeneidade (IF) _____	113
5.3.2.5.2. Desvio Padrão (DV) _____	114
5.3.3. Correlação entre o processo ECAP, Microestrutura e dureza _____	115
6. CONCLUSÃO _____	119
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS _____	121
REFERÊNCIAS _____	122

1. INTRODUÇÃO

O nióbio é um metal que possui relevantes aplicações na engenharia, além da utilização predominante na forma de elementos de ligas, sendo importante para a produção de cavidades supercondutoras de aceleradores de radiofrequência (SCRF) [1], escudo térmico de antenas para as missões espaciais [2], vidros e baterias [3], entre outras.

Devido ao grande potencial do Nb e o crescente número de aplicações, a baixa resistência mecânica é uma das limitações desse material. Nesse caso, um possível caminho para garantir uma melhora dessas e outras propriedades é através da aplicação da técnica de Deformação Plástica Severa – DPS (*Severe Plastic Deformation – SPD*) [4-6].

O processamento de metais através de DPS tem atraído muita atenção devido ao potencial para alcançar refinamento de grão em nível submicrométrico, e em algumas condições, em escala nanométrica [7]. Investigações com esse método têm demonstrado que a microestrutura dos materiais não apenas melhora as propriedades mecânicas [8], mas também altera a biocompatibilidade [9] e as propriedades de corrosão [10].

Diversas técnicas de processamento de DPS estão disponíveis, como métodos baseados em torção e compressão, extrusão, rolamento e forjamento [11], no entanto a maior parte da atenção, tem sido concentrada na torção de alta pressão (*High Pressure Torsion – HPT*) e na prensagem em canais equiangulares (*Equal Channel Angular Pressing – ECAP*). O ECAP é a técnica de DPS mais bem estudada e amplamente utilizada, que faz uso de instalações simples e é facilmente empregada para deformar grandes volumes de materiais [4].

Desenvolvida por SEGAL e colaboradores no início dos anos 70 [12], a técnica envolve a prensagem do material em dois canais com seções transversais iguais, que atravessa dois ângulos: o ângulo de canal (θ) ou (Φ) e o ângulo de curvatura (Ψ), submetida a cisalhamento simples, sem alterar a seção transversal do material que é inserido no canal de entrada da matriz de deformação ECAP.

Os ângulos Φ e Ψ desempenham um papel significativo na tensão/deformação total aplicada durante o ECAP. Quanto menor o ângulo, maior a deformação imposta por passe. [13]. A combinação $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ é a mais utilizada na literatura ao se projetar uma matriz para deformar materiais dúcteis, porque produz tensão máxima de cisalhamento [4], embora possa ter efeitos prejudiciais, tais como deformações excessivas e formação de *zona morta* [14, 15]. Para reduzir essas limitações, foi relatado na literatura

que, o aumento do ângulo de curvatura do canal, seria capaz de otimizar o processamento, diminuindo os feitos prejudiciais na microestrutura [14].

Além disso, uma limitação importante nos processos de DPS em tensões não acumulativas é a falta de homogeneidade microestrutural na peça processada, que se associa, conseqüentemente, a um efeito negativo nas propriedades mecânicas finais [16]. Por isso surge o interesse no desenvolvimento de materiais que apresentem homogeneidade da microestrutura e das propriedades mecânicas, parâmetro importante se os materiais prensados têm potencial para uso em aplicações industriais, como é o caso do Nióbio.

Investigações anteriores relatam mudanças na microestrutura e propriedades mecânicas do nióbio e suas ligas após refinamento por DPS [17-19], mas são escassos os estudos que visam analisar o grau de homogeneidade do Nióbio deformado por ECAP, ao longo dos eixos longitudinais nos múltiplos passes de deformação através da análise da microestrutura e medidas de dureza. Nesse sentido, a tese em questão, teve como objetivo solucionar essa deficiência.

Esse estudo está dividido em duas partes: inicialmente, foram analisados experimentalmente os parâmetros de processo usando quatro sistemas de lubrificações para avaliar a resposta do nióbio deformado em 1 passe quanto ao nível de deformação, distribuição de deformação, forças de prensagens e microestrutura. Em seguida, foi analisado, o Nb deformado em 1, 2, 4, 6 e 8 passagens em duas condições de deformação, em matriz (1) com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ e (2) com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

Analisar o efeito da tensão acumulativa na homogeneidade microestrutural e de dureza do nióbio submetido à deformação plástica severa (DPS) através do método de prensagem em canais equiangulares (ECAP) em matrizes com ângulo de canal (Φ) de 90° e ângulos de curvatura (Ψ) de 0° e 32° .

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Investigar o desempenho de quatro sistemas de lubrificações submetidos a 1 passe por ECAP através de uma matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$;
- Avaliar a homogeneidade microestrutural de corpos de prova deformados, em 1, 2, 4, 6 e 8 passes na matriz ECAP através de uma matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ e outra com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$;
- Avaliar a homogeneidade de dureza de corpos de prova deformados, em 1, 2, 4, 6 e 8 passagens na matriz ECAP através de uma matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ e outra com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$;
- Compreender o efeito do incremento da tensão acumulativa na deformação por ECAP na dureza e microestrutura;
- Correlacionar a homogeneidade das microestruturas, a homogeneidade de durezas e o processamento ECAP.

3. REVISÃO DE LITERATURA

3.1. O MATERIAL

O nióbio (Nb) é um metal refratário da mesma família do molibdênio, rênio, tântalo e tungstênio. Sua densidade de $8,58 \text{ g/cm}^3$, alto ponto de fusão (2745 K) e sua grande disponibilidade em depósitos de mineração (nos países produtores) o tornam atraente para uma variedade de aplicações [2, 3, 20].

Este elemento cristaliza em um reticulado cúbico de corpo centrado (CCC) e pertence ao grupo dos metais especiais [23]. Sendo dúctil e maleável devido à sua baixa taxa de endurecimento, o que possibilita ser trabalhado a frio sem recozimento [24]. Além disso, pequenas quantidades de Nb, melhoram consideravelmente algumas propriedades mecânicas do aço.

É um material promissor e tem ganhado cada vez mais atenção no campo de biomateriais devido a sua excelente biocompatibilidade e baixa citotoxicidade [25]. Dispõe de uma passividade excepcional em quase todos os ambientes e condições sem sofrer deterioração significativa [26]. Ligas de Nb formam uma camada de óxido de nióbio na superfície que protege o substrato metálico contra a corrosão. Essas características fazem com que o Nb seja amplamente utilizado em aplicações que exigem alta resistência à corrosão, como equipamentos químicos, componentes de motores e implantes médicos.

São amplamente utilizados na indústria automobilística e naval (plataformas marítimas), na construção civil (pontes, oleodutos, viadutos e edifícios) [27] e em particular na indústria aeroespacial, onde condições extremas de trabalho são exigidas, como alta ductilidade em uma ampla faixa de temperatura (de $100 \text{ }^\circ\text{C}$ até pouco abaixo do ponto de fusão) e possui estabilidade térmica em temperaturas elevadas [23].

Para aprimorar o uso do nióbio em aplicações consolidadas e em muitos outros campos, a microestrutura e as propriedades desse material podem ser modificadas [28]. Com a corrida pelo melhor desempenho dos materiais, as tentativas de desenvolver técnicas viáveis para o refinamento da microestrutura continuam. Um possível caminho para a modificação da microestrutura do nióbio é através da deformação plástica severa – DPS (*Severe Plastic Deformation* – SPD) [29].

3.2. DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA

O estudo da produção e caracterização de materiais de granulação ultrafina tem sido extensivamente explorado devido a microestrutura única propiciar novas combinações das propriedades dos materiais [30]. Com tamanhos de grãos em dimensões nanométricas, os materiais nanoestruturados apresentam microestrutura com potencial para produzir uma multifuncionalidade de materiais, incluindo ligas comerciais e compósitos [31].

Nos últimos anos, a deformação plástica severa ganhou bastante destaque, sendo considerada como um dos métodos mais eficientes na fabricação de materiais nanoestruturados [32]. O conceito de DPS foi proposto por Valiev e Langdon [4] como “qualquer método de moldagem de metal sob uma pressão hidrostática extensa que pode ser usada para impor uma tensão muito alta a um material sem a introdução de qualquer mudança nas dimensões transversais da amostra e tendo a capacidade de refinamento de grãos”.

Na DPS, o metal é submetido a altas tensões que levam a quebrar os grãos grosseiros em ultrafinos (com um tamanho de 100–1000 nm) ou nano (com o tamanho inferior a 100 nm) [33]. Dessa forma, os métodos de DPS podem ser usados para se obter uma microestrutura com granulação ultrafina e melhorar as propriedades mecânicas dos materiais por refinamento microestrutural [34].

Técnicas convencionais de deformação, tais como forjamento, laminação, extrusão, etc., são geralmente realizadas em temperaturas elevadas, quando é necessário aplicar grandes deformações. Nas técnicas DPS, é possível que os materiais sejam processados em alto nível de deformação em temperatura ambiente, sem a introdução de defeitos volumétricos, como trincas e outros defeitos observados nas técnicas convencionais quando processados na mesma condição [11].

Diversas vantagens foram reportadas na literatura acerca da utilização das técnicas de DPS, destacando-se:

- A capacidade de processar grandes quantidades de material [35];
- Formação de uma microestrutura com granulação ultrafina (GUF) [36], sendo que o grau de refinamento dos grãos pode ter uma redução em várias ordens de magnitude [37].
- A possibilidade da produção de materiais que apresentem uma combinação de alta resistência mecânica e alta ductilidade.

O tamanho do grão é um dos parâmetros microestruturais mais importantes no refinamento por DPS, e de fato, dominante em materiais policristalinos. De acordo com a relação Hall-Petch, Equação 01, a resistência de um material é inversamente proporcional ao tamanho do grão (d), ou seja, o refino da microestrutura aumenta a tensão de escoamento (σ_0) de um material [38].

$$\sigma_0 = \sigma_e + K_e \cdot d^{-1/2} \quad (\text{Equação 01})$$

Onde σ_e e K_e são constantes que dependem do material. A Equação 01 não é válida para grãos muito grandes, isto é, grosseiros [39], assim como não é válida para materiais de grãos ultrafinos (GUF). O refinamento do grão por DPS resulta em uma maior resistência, ao mesmo tempo em que torna o material mais dúctil, em temperatura ambiente.

Essa combinação de alta resistência mecânica e alta ductilidade em materiais GUF é justificada por dois pontos. Primeiro, pelas nanoestruturas geradas pelo processamento de DPS, a partir de uma combinação de tamanho de grão ultrafino e alta densidade de discordâncias que permitem a deformação por novos mecanismos, uma vez que há uma elevada fração de contornos de grão fora do equilíbrio tornando a difusão mais rápida e possível em temperaturas baixas [40]. O segundo ponto é a formação de uma microestrutura com tamanhos de grãos uniformes, onde os mais grossos estabilizam a tensão acumulada e os grãos mais finos promovem maior resistência [41].

Nesse contexto, o interesse em materiais de granulação ultrafina (UFG), que exibem propriedades mecânicas significativamente aprimoradas, concentrou atenção nas pesquisas com processamento mecânico através de deformação plástica severa (DPS) como um meio para alcançar o refinamento da microestrutura em metais e ligas [42]. Diversos materiais como semicondutores, ligas, vidros, polímeros, cerâmicas e compósitos são ensaiados através das mais diversas técnicas DPS [43, 44].

Vários processos de DPS como prensagem angular de canal igual (ECAP), torção de alta pressão (HPT), forjamento multidirecional (MDF), extrusão cíclica e compressão (CEC), colagem por rolo acumulativo (ARB), estampagem rotativa (RSW), prensagem angular de canal tubular paralelo (PTCAP), e deformação severa por torção (STS) foram introduzidos por pesquisadores para gerar materiais GUF ou nanoestruturados [45]. Entre esses e outros métodos DPS, o processamento por ECAP é um dos métodos mais bem-

sucedidos e acessíveis no campo das atividades de pesquisa e desenvolvimento nessa área [35, 46].

3.3. PRENSAGEM EM CANAIS EQUIANGULARES

O ECAP foi originalmente desenvolvida por Segal *et al.* [47] no início dos anos 70 para introduzir uma deformação homogênea em materiais sem alterar sua seção transversal. Desde o início dos anos 90, o método foi se espalhando pelo mundo e foi aprimorado por diversos grupos de pesquisa.

Atualmente, o ECAP é considerado o método mais promissor para obter materiais GUF [48], além disso, é um processo relativamente novo, que tem sido empregado para gerar uma variedade de microestruturas diferenciadas [49]. A concepção geral do ECAP consiste em dois canais que se interceptam, com seções transversais idênticas, Figura 1. O material é colocado em um dos extremos, e sobre ação de uma tensão imposta ao punção (p), se deforma por cisalhamento simples no cruzamento dos canais, e com o aumento da deformação imposta, o material é ejetado através do segundo canal [50].

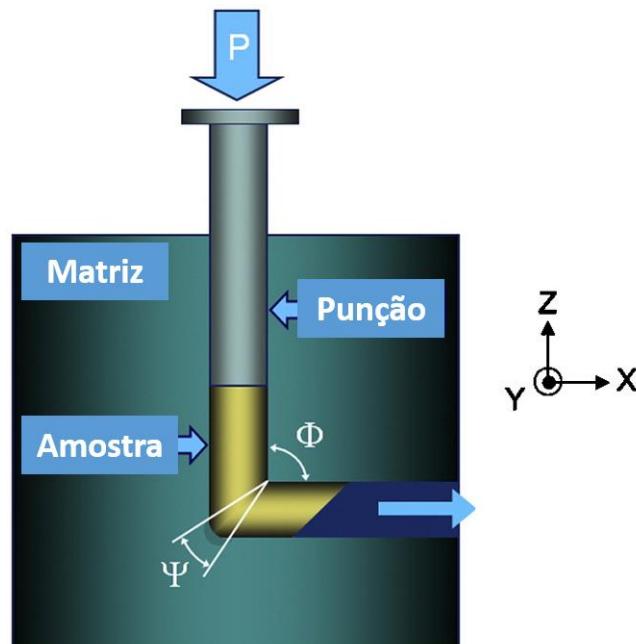


Figura 1. Ilustração esquemática do processamento via ECAP. Adaptado de Huang e Langdon [51].

Os canais da matriz ECAP possuem dois ângulos: ângulo do canal, Φ , que varia de 90° a $157,5^\circ$ e um ângulo de curvatura, Ψ , que representa o arco de curvatura externa

da junção dos dois canais [4]. Na Figura 2 é possível observar três configurações distintas de matriz: matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$, Figura 2 (a); matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi \neq 0^\circ$ Figura 2 (b); e matriz com $\Phi \neq 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$, Figura 2 (c).

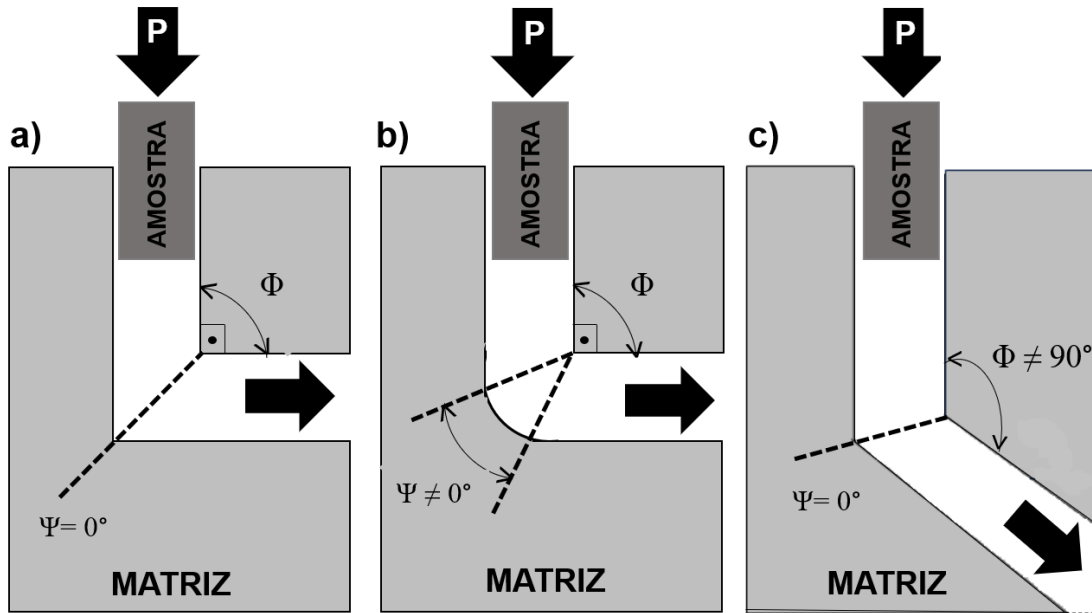


Figura 2. Configurações de matriz ECAP variando os ângulos de canal e curvatura.

Após o processamento, as dimensões da seção transversal da amostra não são alteradas. Isso significa que a amostra pode ser deformada repetidamente através da matriz, aumentando o nível de deformação, que depende do número de passes (N_P) e do ângulo do canal (Φ) conforme a Equação 2 [50]. O ângulo de canal define a severidade da deformação [52].

$$\varepsilon_{eff} = N \frac{2}{\sqrt{3}} \cot(\theta) \quad (\text{Equação 2})$$

Considerando a passagem de um elemento cúbico através da matriz, Figura 3, onde plano sombreado na parte inferior esquerda indica o plano de cisalhamento teórico e os planos X, Y e Z definem três planos ortogonais de corte perpendiculares ao plano de cisalhamento considerado, observa-se que, em 1 passe de deformação ECAP a matriz deforma o elemento cúbico em uma forma romboédrica, ficando, dessa forma, evidente que a deformação que ocorre nas prensagens subsequentes, dependerá da natureza da rotação da amostra para o próximo processamento ECAP [53].

1 Passe

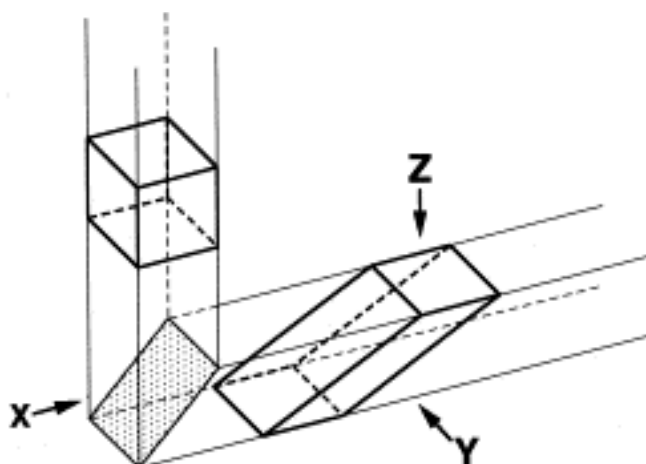


Figura 3. Ilustração esquemática-do corte em 1 passe na matriz: X, Y e Z que definem três planos ortogonais de observação. Adaptado de Furukawa *et al* [53].

Segal [50] observou que é possível obter diferentes microestruturas a partir da mesma tensão efetiva e processamento, girando a amostra entre prensagens consecutivas, modificando, assim, os planos e direções de cisalhamento. Nesse caso, entre cada dois passes adjacentes, é possível girar o corpo de prova em torno de seu eixo longitudinal, criando diferentes rotas ECAP.

3.3.1. Rota de Processamento

Uma nomenclatura foi desenvolvida na literatura para descrever as quatro rotas de processamento do ECAP. Na rota A, a amostra é pressionada repetidamente sem qualquer rotação, na rota B_A , a amostra é girada 90° em direções alternadas entre passes consecutivos, na rota B_C , a amostra é girada no mesmo sentido em 90° entre cada passagem e, na rota C, a amostra é girada 180° entre os passes [54]. As quatro rotas básicas de processamento no ECAP são apresentadas na Figura 4.

É possível estabelecer uma combinação dessas rotas de processamento, bem como combinar as rotas B_C e C, alternando rotações de 90° e 180° após cada passagem, ou combinar uma passagem sem rotação (rota A), com rotações entre as passagens (B_A , B_C e C). Nesse caso, vale salientar que as evidências experimentais mostram que combinações desses tipos ou mais complexas não levam a mudanças significativas na microestrutura e nas propriedades mecânicas dos materiais prensados [4].

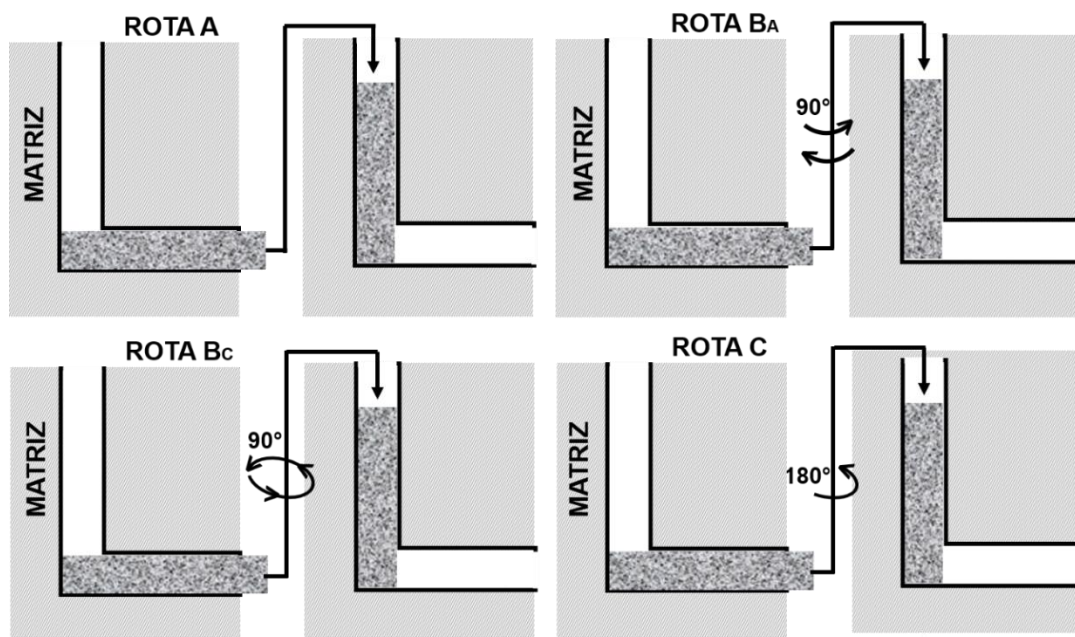


Figura 4. Rotas de processamento ECAP.

SUH *et al.* [55] relatam que, entre as quatro rotas de processamento, demonstradas na Figura 5, a rota B_C foi a mais eficiente para alcançar uma microestrutura homogênea, e a rota A foi a rota menos eficiente para o refinamento de grãos em um estudo com ligas de magnésio. Na Figura 5, é demonstrado o funcionamento da rota B_C, onde o corpo de prova é (1) deformado, (2) girado 90° e (3) reinsertido na matriz de processamento para uma nova deformação.

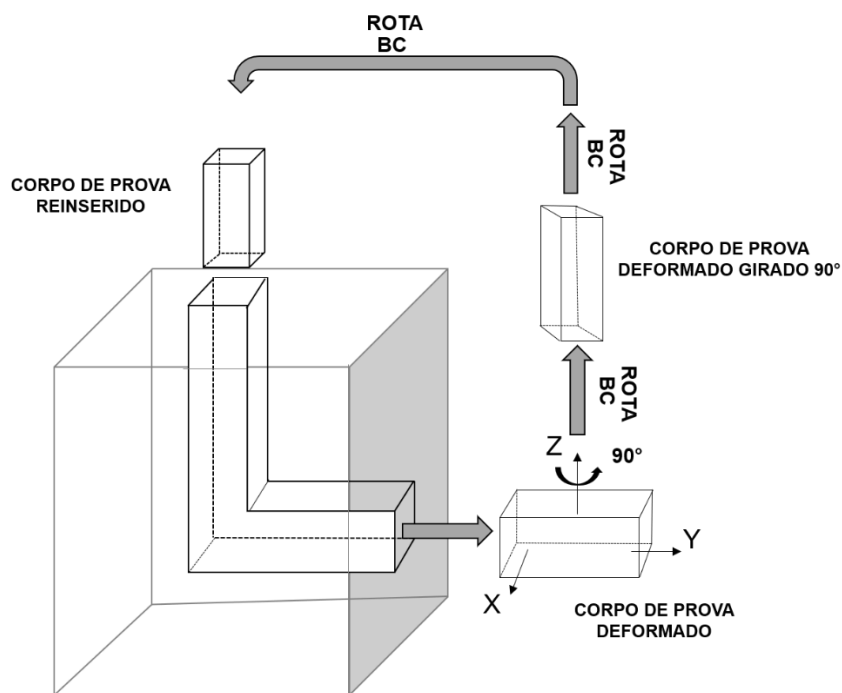


Figura 5. Modelo de funcionamento da rota B_C na matriz ECAP.

3.3.2. Fatores experimentais que influenciam o processo ECAP

Vários parâmetros de processamento são capazes de afetar o nível de refinamento durante a deformação por ECAP. Muitos trabalhos foram realizados com o objetivo de mostrar o refinamento da microestrutura em função dos parâmetros de processamento: número de passes pela matriz ECAP [56], tipos de rotas de processamento [54, 57], ângulo de canal e ângulo de curvatura da matriz ECAP [4], temperatura de processamento [4, 58, 59] e a natureza do material (incluindo a estrutura cristalina, a energia da falha de empilhamento e a taxa de recuperação microestrutural) [60].

SEGAL [50] realizou os primeiros estudos sobre rotas de processamento e o efeito na microestrutura dos materiais. O autor relatou que a rota de processamento adotada afeta significativamente o refinamento desses materiais. Cinco anos depois, novos trabalhos realizados por IWAHASHI e colaboradores [54], puderam obter as mesmas conclusões, quando observaram que a microestrutura nanoestruturada de alumínio puro, após 10 passes na rota A foi a mesma após 4 passes na rota B_C.

O efeito do número de passes no refinamento da microestrutura foi comprovado por HAN e colaboradores [59]. Os autores relatam que para a deformação do titânio puro, com rota B_C e temperatura ambiente, observou-se que um passe não foi suficiente para produzir uma microestrutura homogênea, e após quatro passes, a microestrutura se tornou mais uniforme, com o tamanho médio de grão estimado em cerca de 14 μm .

Em uma revisão sistemática de RODPOSHI e colaboradores [13], os autores relataram a influência dos ângulos de canal (Φ) e curvatura (Ψ) na microestrutura, heterogeneidade de deformação e propriedades mecânicas do titânio puro processado por ECAP e verificaram papel significativo na tensão acumulativa aplicada durante o processamento. Nessa revisão, foi concluído que, quanto menor o ângulo adotado na matriz de deformação, maior a deformação por passe, além disso, a rota B_C junto com canais e ângulos de curvatura de 90° e 20°, respectivamente, podem levar à microestrutura ultrafina mais homogênea.

Embora seja mais fácil processar amostras em temperaturas elevadas, uma microestrutura com os grãos mais finos e uma maior fração de contornos de alto ângulo é obtida quando o ECAP é realizado em temperatura ambiente. Nesse sentido, o tamanho médio do grão aumenta com o aumento da temperatura de processamento, enquanto a fração de contornos de alto ângulo mostra uma tendência oposta devido à recuperação

mais rápida e à diminuição associada as discordâncias absorvidas nas paredes dos subgrãos [61].

A influência da velocidade de prensagem foi analisada por Berbon *et al.* [62] e envolveu a prensagem de alumínio puro e uma liga Al-1%Mg em velocidade de 10 mm/s. Os resultados demonstraram que a velocidade de prensagem não tem influência significativa no tamanho de equilíbrio dos grãos ultrafinos formados pelo ECAP, mas a recuperação ocorre mais facilmente ao processar em velocidades mais baixas.

3.3.3. Propriedade dos materiais processados por ECAP

VEVEČKA e colaboradores [63] realizaram uma investigação sobre a evolução da microestrutura e dureza, em ligas de alumínio processadas por ECAP em até 8 passes, usando uma matriz com um ângulo de canal de 90°. Os autores observaram que a microestrutura se desenvolveu com o aumento da deformação, de modo que, após 8 passes, a microestrutura se tornou homogênea ao longo do material e os valores de dureza aumentaram mais de duas vezes.

Gopi e Nayaka [64] verificaram o aumento da resistência à tração e ductilidade, em ligas de magnésio processadas por ECAP usando a rota B_C em 4 passes. Outros autores [65] verificaram sobre as mesmas condições de processamento com titânio puro, que, em 4 passes, houve um aumento de 118% da tensão de escoamento, 33% da resistência à tração e redução da ductilidade, mas ainda mantendo, o material, uma falha dúctil.

No que se refere ao comportamento de corrosão de materiais processados por ECAP, foi observado que o alumínio [66], bronze [59], ligas de magnésio [67], aço de baixo carbono [68], titânio e suas ligas [69, 70], processados a temperatura ambiente, apresentaram uma película de óxido mais estável e protetora na superfície, o que resultou em uma melhor resistência à corrosão do que as amostras no estado sem deformação. O grande número de contornos de grãos nanoestruturados aumentou a cinética de passivação, que levaram à melhoria da resistência à corrosão [66].

A resistência à fadiga em materiais processados por ECAP foi avaliada por NASERI *et al.* [71], que processaram o Ti-CP usando matriz com ângulo de canal de 135° até três passes na rota B_C na temperatura ambiente. O comportamento do material em tensões cíclicas nas condições sem deformação ECAP e processado em três passes foi investigado no teste de fadiga axial. A comparação do diagrama S – N mostrou que o

limite de resistência à fadiga do material deformado (373 MPa) foi maior que a do estado sem deformação (224 MPa). Os autores atribuíram esse aumento ao considerável refinamento de grão e evolução microestrutural nos contornos de alto ângulo.

3.4. ZONA DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA

O material deformado por ECAP sofre intensa plasticidade, na região de interseção dos canais, denominada como zona de deformação plástica (ZDP). O nível de deformação efetiva e a homogeneidade na microestrutura e, por sua vez, as propriedades do material, dependerão das características da ZDP. Na matriz ECAP, a ZDP é definida por dois ângulos principais associados com a tensão efetiva aplicada (deformação verdadeira) ao material deformado: o ângulo de canal Φ e o ângulo de curvatura Ψ [4].

O número de passes, que corresponde ao número de vezes que o material é deformado, e os ângulos de canal e de curvatura, são parâmetros que determinam a quantidade de deformação induzida em amostras processadas. Por isso, o projeto de uma matriz ECAP deve se fundamentar nesses parâmetros, com o intuito de alcançar alto grau de homogeneidade e deformação efetiva [72].

Segal e Hartwing [73] derivaram uma expressão analítica para estimar a deformação verdadeira (ε_{eff}) por passe, considerando o ângulo $\Phi \neq 0^\circ$ e o ângulo de curvatura igual a zero ($\Psi = 0$). Nessas condições, ao se processar por ECAP, o material se deforma por cisalhamento simples ao longo do plano de intersecção dos dois canais [74]. Posteriormente, uma expressão matemática modificada foi proposta por Iwahashi *et al.* [75] ao considerar um canto externo arredondado ($\Psi > 0^\circ$). De acordo com o seu modelo, a deformação total por passe pode ser calculada a partir de Φ e Ψ pela Equação 3, em função do número de passes (N_P).

$$\varepsilon = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \right] \quad (\text{Equação 3})$$

A Equação 3 indica que a deformação efetiva acumulada durante cada passe é influenciada pelos dois ângulos Φ e Ψ . Como mostrado na Tabela 1, quando $\Psi = 0$, a deformação em ângulos de 90° e 120° , é 1,15 e 0,67, respectivamente. Quando $\Psi > 0$, a deformação por passe é menor. Por exemplo, quando $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 20^\circ$, a deformação

por passe é de cerca de 1,07 ou cerca de 7% menor que a obtida usando uma matriz com ângulo de curvatura $\Psi = 0$.

Para $\Phi = 90^\circ$ e 120° ambos com $\Psi = 32^\circ$, a tensão por passe é de 1,0 e 0,62, respectivamente, sendo que a deformação com $\Phi = 120^\circ$ é cerca de 38% menor que para o ângulo de $\Phi = 90^\circ$. Para se obter os mesmos valores de deformação para $\Phi = 120^\circ$, é preciso aumentar o número de passes (N_P) pela matriz, em até 2 vezes, conforme a Equação 3. Porém, aumentar o número de passes através de uma matriz de ângulo de canal maior, não produzirá a mesma distribuição acumulada de tensão no material deformado que aquelas obtidas com um número menor de passes através de uma matriz de ângulo de canal menor [14].

Tabela 1. Efeitos de Φ e Ψ na deformação por passe.

Ângulo de canal Φ	Ângulo de curvatura Ψ	Deformação verdadeira (ϵ)
90	0	1,15
	20	1,07
	25	1,03
	32	1,00
120	0	0,67
	20	0,64
	25	0,63
	32	0,62

Apesar da eficiência da deformação por ECAP com ângulos de canal de $\Phi = 90^\circ$ é importante reconhecer que é experimentalmente mais fácil deformar materiais ao usar matrizes com ângulos maiores que 90° [4]. Para materiais com baixa ductilidade, esta pode ser uma consideração importante. Experimentos mostraram que não é viável deformar o titânio comercialmente puro através de uma matriz com um ângulo de canal de 90° a temperatura ambiente (299 K), devido às rachaduras nos tarugos, embora excelentes resultados tenham sido alcançados quando o ângulo do canal foi aumentado para 120° [76].

Kim [77] avaliou o efeito da geometria da matriz na ZDP quando aplicado em um material com baixa taxa de encruamento, usando matrizes com $\Phi = 90^\circ$ ($\Psi = 0^\circ$, 45° ou

90°) e $\Phi = 135^\circ$ ($\Psi = 0^\circ$ ou 45°), e descobriu que quanto maior Φ ou Ψ , maior a ZDP e menor a deformação por prensagem. O ângulo Ψ pode reduzir a pressão de trabalho e melhorar as condições de atrito no canto exterior do canal, mas também interfere na magnitude da deformação [78]. Essas mesmas conclusões foram obtidas em outras investigações [79, 80].

Quando Φ é aumentado, uma vez que a deformação efetiva por prensagem é menor, são necessários mais passes para atingir a mesma tensão total, sendo aproximadamente 6 para $\Phi = 120^\circ$ e 9 para $\Phi = 135^\circ$.

Para um material dúctil, durante a deformação, a pressão hidrostática é aplicada e o ângulo de curvatura ($\Psi = 0^\circ$) é preenchido pelo material deformado. Para um material menos dúctil, como é o caso das ligas de Ti [81], o ângulo de curvatura não é preenchido e há altos níveis de heterogeneidade na distribuição das deformações plásticas efetivas ao longo de todo o material, gerando a formação das chamadas *zonas mortas*.

A Figura 6 mostra, em trabalhos realizados com ligas de alumínio [82] a partir das linhas de fluxo pelo método de simulação por elementos finitos (MEF), que o comportamento de preenchimento dos cantos da matriz pelos materiais com alta e baixa taxa de encruamento são diferentes. Assim, observa-se que existe um espaço maior entre a matriz e o material deformado para o Al-1100 (Figura 6a), que tem uma alta resistência mecânica, ao passo que no 6061Al-T4 (Figura 6b), o qual possui uma baixa resistência mecânica, este espaço é relativamente menor. O ângulo formado pelo corpo de prova na ZDP, provocada pelo afastamento, reduz a deformação efetiva imposta ao material.

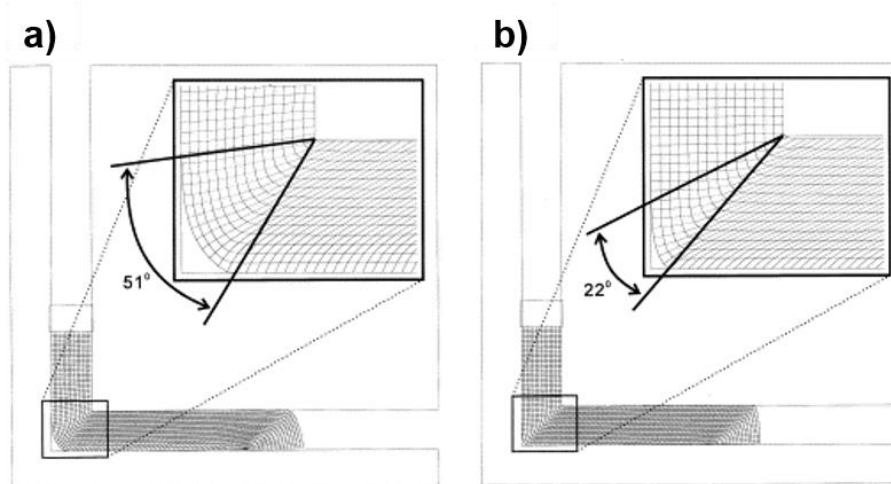


Figura 6. Distorções das curvas previstas pelo MEF para (a) um material com alta taxa de encruamento (Al-1100) e (b) um material com baixa taxa de encruamento (6061Al-T4) [82].

Portanto, os ângulos de curvatura em matrizes ECAP para a deformação de materiais com baixa ductilidade, devem apresentar $\Psi \neq 0$, a fim de melhorar a homogeneidade da deformação em todo o corpo do material, diminuir a formação das *zonas mortas* e reduzir a tensão cisalhante imposta. Assim, as propriedades do material com granulação ultrafina, tais como dureza, resistência mecânica e resistência à corrosão, são propriedades que dependem dos parâmetros adotados na geometria da matriz.

Tendo em conta estas dificuldades, a combinação $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ é preferível ao se projetar uma matriz para deformar materiais dúcteis. Porém, o ângulo $\Phi = 120^\circ$ e $\Psi = 20^\circ$ a 35° é a combinação experimental de projeto para deformar materiais com alta e média resistência à temperatura ambiente e obter homogeneidade de distribuição de deformação na maior parte da peça deformada [83, 84].

Werenskiold *et al.* [85] avaliaram o efeito da geometria da ZDP com ângulo de canal $\Phi = 90^\circ$ e ângulo de curvatura $\Psi = 0^\circ$. A Figura 7 mostra as etapas do processamento de deformação por ECAP com plasticina (massa de modelar) em uma matriz de acrílico, que permitiu visualizar as etapas da deformação. Em (a) o material preenche as cavidades do molde, em (b) o estágio inicial da prensagem, em (c) seu desenvolvimento, em (d) é considerado o estágio final da deformação. No último estágio se percebe as linhas de fluxo da plasticina deformada, e as distorções que ocorreram durante o processamento, além da formação de *zonas mortas*, indicando um material deformado não homogêneo, como devidamente indicadas na Figura 7(d).

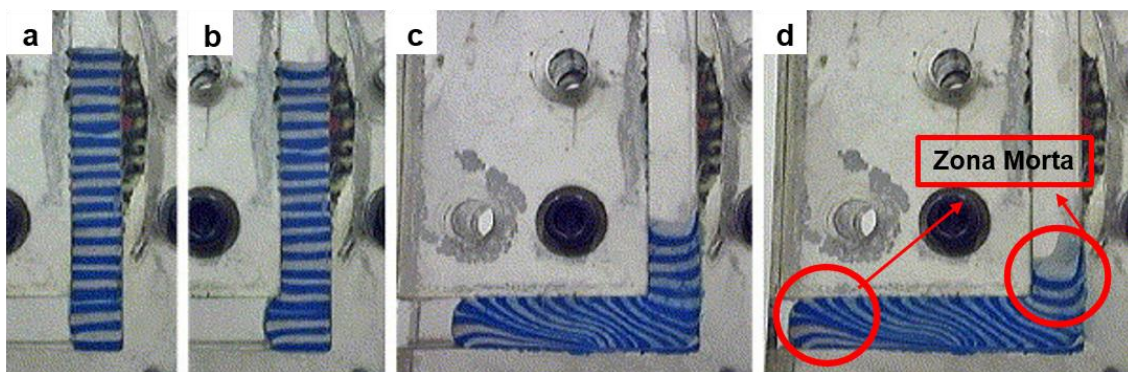


Figura 7. Modelagem experimental com plasticina submetida a prensagem por ECAP em uma matriz acrílica. Adaptado de Werenskiold *et al.* [85].

Se o material tiver a capacidade de encruar, então o material não tende a preencher o canto externo da matriz e uma região oca é formada. Assim como na ZDP, a folga de canto é distorcida em relação ao plano de cisalhamento se as forças de atrito forem

diferentes. Se o atrito for muito alto, é formada no canto externo a zona de metal morto (ZMM), Figura 8(a), que não participa do processo de deformação [86]. Isso é demonstrado por um experimento ECAP usando plasticina colorida em camadas, apresentado na Figura 8(b).

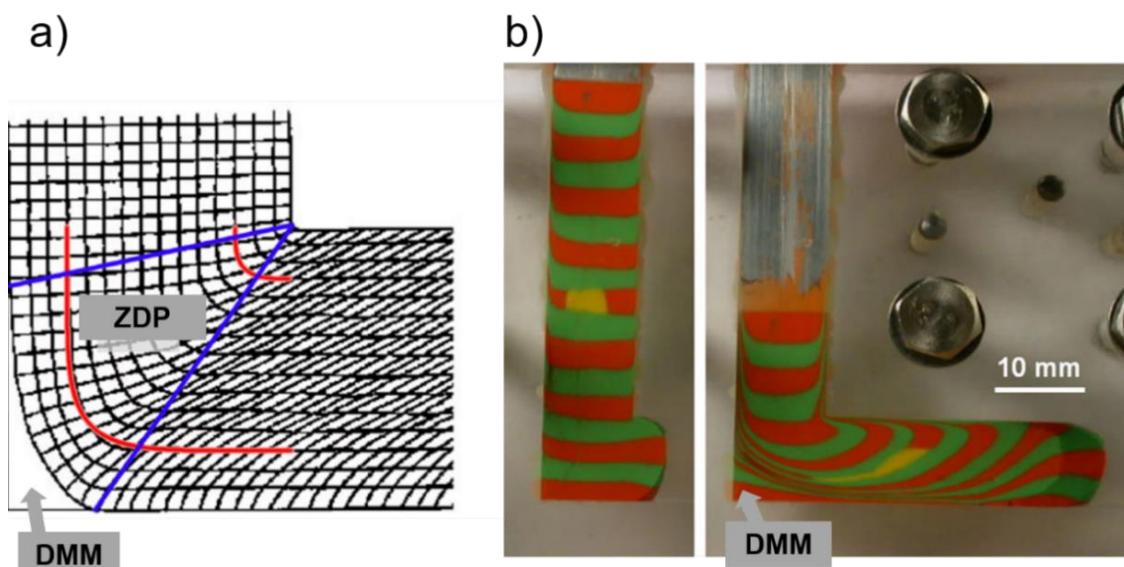


Figura 8. (a) Grades de fluxos mostrando a deformação o ECAP, com a zona de deformação plástica (ZDP) e a zona de metal morto (ZMM) e (b) Modelagem física ECAP de uma plasticina colorida indicando a ZMM. Adaptado de Skrotzki [86].

A formação da *zona morta* acontece quando o material deformado não está mais em contato com as paredes da matriz, no canto externo ao passar pela zona de cisalhamento. A presença de uma *zona morta* é um dos principais fatores que comprometem a homogeneidade de deformação na microestrutura e as propriedades mecânicas dos materiais processados por ECAP. Essa característica de materiais deformados já foi relatada através de investigações baseadas em MEF [87-89]. Experimentalmente essas mesmas conclusões foram obtidas em outras investigações com metais puros e ligas [90-93].

A formação de zonas não homogêneas é uma das principais deficiências associadas às técnicas de DPS em baixos níveis de deformação verdadeira e/ou passes únicos, resultando em microestrutura não homogênea. A deformação via ECAP é um processo de deformação plástica onde pode ocorrer o aumento da homogeneidade microestrutural com o aumento do número de passes de deformação [94].

3.5. O ESTADO DEFORMADO

3.5.1 Evolução da microestrutura durante a deformação

A deformação plástica ocorre em duas escalas. Na escala macroscópica (1), há a formação de bandas, devido a rotação do cristal em diferentes componentes cristalográficos. Na escala microscópica (2), o cristal continua a subdividir com a multiplicação de discordâncias e a formação de contornos geometricamente necessários para acomodar as crescentes diferenças de orientação na estrutura [95, 96].

A taxa de aniquilação das discordâncias está diretamente relacionada à energia de defeito de empilhamento (EDE) do metal [97].

- a) Em metais deformados de baixa EDE, suas discordâncias têm baixa mobilidade devido às discordâncias estarem muito afastadas entre si, o que implica em dificuldade para a ocorrência de fenômeno de escorregamento com desvio (“*cross-slip*”) e escalada (“*climb*”), com a existência de uma baixa mobilidade das discordâncias há uma tendência de uma destruição plana de discordância, na microestrutura, o que equivale uma estrutura mais homogênea [97].
- b) Em metais com alta EDE, as discordâncias estão próximas entre si, facilitando o escorregamento com desvio e escalada e, dessa forma, apresentam alta mobilidade e aniquilam-se com discordâncias vizinhas de sinal oposto com facilidade. Nesse sentido, metais com alta ED, como Nióbio, Tântalo, Alumínio, Zircônio, tendem a apresentar uma distribuição heterogênea de deformação.

Para acomodar as tensões geradas e o aumento das diferenças de orientação entre cristais, essas subestruturas são formadas e se agrupam em células ou subgrãos. Se este contorno for bem definido, a estrutura será de subgrãos, caso contrário, a estrutura será de células de discordâncias [97]. Na maior parte dos casos, os fenômenos acontecem simultaneamente em materiais policristalinos.

Um mecanismo para o refinamento do grão processado por ECAP é visto na Figura 9, no plano Y. As três colunas correspondem às rotas de processamento A, B_C e C, as três linhas correspondem a 1, 2 e 4 passes de ECAP, enquanto o ângulo de todos os sistemas de deslizamento η é indicado abaixo de cada ilustração. As cores vermelho, lilás,

verde e azul representam as linhas de deslizamento introduzidas no primeiro, segundo, terceiro e quarto passes, respectivamente, e a largura das bandas subgrãos é igual a d para cada passagem pela matriz.

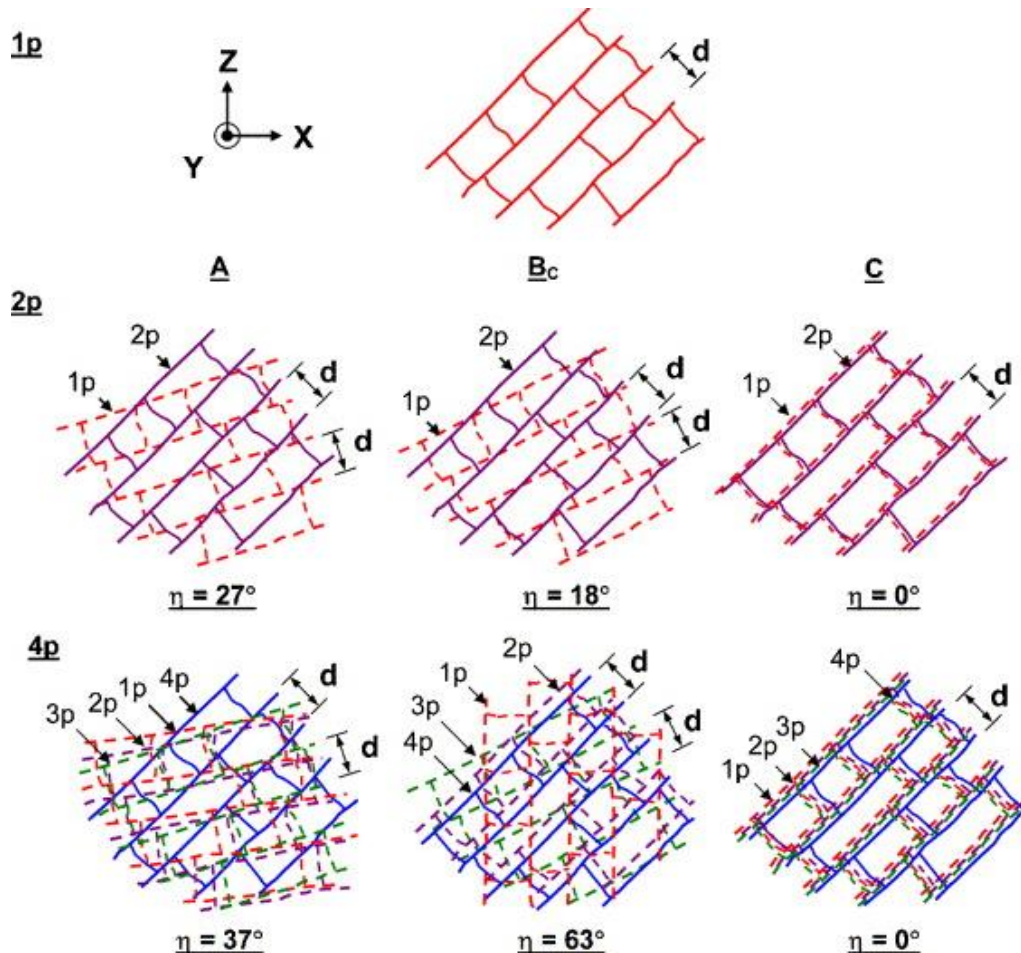


Figura 9. Modelo para refinamento de grãos via ECAP no plano Y para 1, 2 e 4 passes usando rotas A, B_c e C [5].

No processamento usando a rota B_c, há maior variação angular η , Figura 9. Durante a deformação, uma densidade muito alta de discordâncias é introduzida no primeiro passe e, à medida que aumenta o número de passes, a espessura das paredes celulares diminui por recuperação, levando a um excesso de discordâncias de apenas um sinal em cada contorno e à formação de uma matriz de grãos ultrafinos separados por contornos de alto ângulo e fora do equilíbrio [13].

Um desenvolvimento menos avançado da microestrutura equiaxial é observado quando se utiliza as rotas A e C após quatro passes, devido ao baixo valor da faixa angular para essas duas rotas [98]. Em contraste, a condição ótima é alcançada na rota de

processamento B_C, Tabela 2, onde as faixas angulares são 90°, 63° e 63° para os planos X, Y e Z, respectivamente. Para o plano Z, as faixas angulares apresentadas são 45°, 63° e 63° em 2p, 4p e 6p, respectivamente. Nesse contexto, o autor concluiu que o deslizamento em uma ampla faixa angular é um pré-requisito importante para alcançar o rápido desenvolvimento de uma microestrutura equiaxial de grão ultrafino [98].

Tabela 2. Faixas angulares de deslizamento para rota de processamento B_C. Adaptado de Langdon [98].

Número de passes	Alcance angular total, η (°)		
	X	Y	Z
2p	27	18	45
3p	63	18	63
4p	90	63	63

Iwahashi et al. [54] investigaram o processo de refinamento dos grãos de alumínio de alta pureza por ECAP. Em um passe ECAP, houve a formação de bandas de cisalhamento com ângulo de 45° em relação a direção de extrusão, e em 2, 3 e 4 passes, os subgrãos evoluíram mais rapidamente em uma matriz de contornos de grão de alto ângulo, quando a amostra foi girada em 90° entre cada prensagem (rota B_C).

Abd El Aal e colaboradores [66] processaram amostras de Al1080 via ECAP usando 2, 4 e 10 passes. O aumento do número de passes do ECAP até 10 passes foi efetivo ao permitir uma diminuição adicional no tamanho do grão (até 0,3 μm) e um aumento na relação entre os contornos de alto ângulo (até 78%). O processo ECAP foi usado com sucesso no refinamento da microestrutura. Usando ECAP foi possível refinar o tamanho do grão até uma escala ultrafina (<1 μm) ou até mesmo manométrica, como observado em outras investigações, com materiais como o alumínio puro e suas ligas [99] [100], titânio comercialmente puro [101], ligas de magnésio [102] e cobre [103].

Um material com granulação fina tem dureza maior e é mais resistente que um material com granulação grosseira, uma vez que o primeiro possui uma maior área total de contornos de grão que impede o movimento de discordâncias [5]. O refinamento de grãos pelo processo ECAP é capaz de produzir materiais com granulação ultrafina (tamanhos de grão na faixa de 100 - 1000 nm), proporcionando uma grande mudança

microestrutural que afeta as propriedades do material como resistência mecânica e ductilidade do material [13].

Um dos mecanismos de refinamento de materiais severamente deformados consiste na formação de bandas de deformação. Estas bandas podem resultar prontamente na formação de novos contornos de alto ângulo e contornos de subgrãos, e a introdução repetida de bandas em dois planos ortogonais proporcionam a fragmentação dos grãos originais [63]. As bandas precisam ser melhor exploradas e serão discutidas com mais detalhes na seção a seguir.

3.5.2. Heterogeneidades nas microestruturas de materiais processados por ECAP

As heterogeneidades de deformação tendem a ocorrer com maior frequência em metais com estrutura de grãos grosseiros e alta EDE. De qualquer forma, a deformação plástica homogênea de um metal dificilmente é obtida na prática. Estas heterogeneidades derivam das chamadas instabilidades microestruturais que ocorrem durante a deformação plástica. De um modo geral, materiais com grãos mais finos ou um bandejamento refinado tendem a apresentar uma estrutura de deformação mais homogênea e, conseqüentemente, um maior potencial termodinâmico para recristalização [104-106].

Na deformação plástica, com o aumento da tensão, há a subdivisão dos grãos grosseiros, em diferentes componentes cristalográficos devido à necessidade de acomodação das tensões geradas. Esse rearranjo das discordâncias em uma estrutura de bloco celular e lamelares é o princípio que conduz à formação das bandas. De acordo com a teoria de subdivisão de grãos, os contornos de discordâncias podem ser divididos em dois grupos. O primeiro grupo são os contornos incidentais – CI (*Incidental Dislocation Boundaries* – IDBs) considerados como células de discordâncias formadas dentro dos grãos que possuem uma baixa diferença de orientação de uma célula para outra. O segundo grupo é chamado de contornos geometricamente necessários – CGNs (*geometrically necessary boundaries* - GNBs), que separam cristalitos que se deformam por diferentes sistemas de deslizamento ou diferentes quantidades de deformação, onde uma fração significativa de seus contornos possui caráter de alto ângulo [104, 107-109]. Uma lista de definições para os vários arranjos de deslocamento tem sido sugerido por Hansen [104]:

- (a) Paredes Densas de Discordâncias – PDDs (*Dense Dislocation Walls* – DDW): contornos formados por alta densidade de discordâncias, os quais limitam blocos de células formando um contorno contínuo que passa entre estas. Com o aumento da deformação, as PDDs tendem a formar bandas que atravessam todo o comprimento do grão, as quais são chamadas de microbandas (MBs).
- (b) Microbandas - MBs: são formadas por dois mecanismos. O primeiro se desenvolve através da imobilização das PDDs e, o segundo, através de intensas deformações plásticas localizadas. Apresentam-se em três diferentes morfologias: (i) na forma de pequenas células achatadas, (ii) em longos pares de paredes de discordâncias geradas a partir da divisão de PDDs e (iii) com paredes duplas geradas da segmentação de PDDs curtas.

Essas estruturas caracterizam a heterogeneidade observada em metais deformados e se apresentam na microestrutura nas formas de bandas de transição, deformação, cisalhamento, dobramento e microbandas [97, 106].

3.5.3.1. Bandas de transição

As bandas de transição são heterogeneidades frequentemente encontradas em uma estrutura deformada. É considerada uma região de fronteira entre duas partes do grão, que sofreram rotações diferentes durante a deformação, devido à ativação de diferentes sistemas de escorregamento, ou seja, se constituem de regiões que delimitam as fronteiras entre duas bandas de deformação. Na Figura 10, é mostrado esquematicamente como uma banda de transição é apresentada [97, 106].

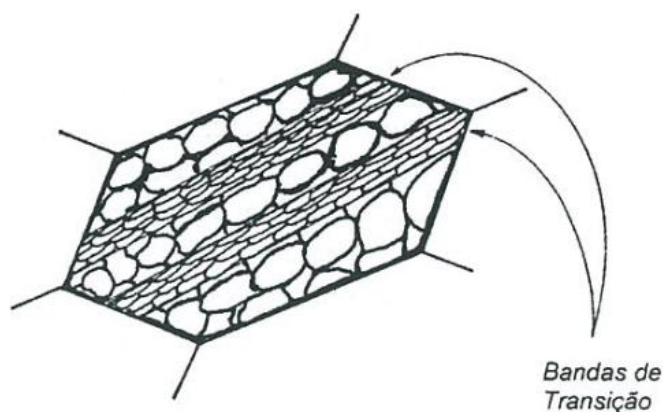


Figura 10. Bandas de transição em grão deformado com subestrutura celular [97].

3.5.3.2. Bandas de cisalhamento

As bandas de cisalhamento ou bandas cisalhantes são regiões de deformação localizadas que frequentemente se desenvolvem após severas deformações plásticas em metais puros e ligas [95, 110]. As bandas de cisalhamento são formadas no material como um todo, independente da estrutura de grãos e, sua ocorrência, dependente principalmente da quantidade, do modo e da velocidade de deformação [97]. Uma representação das bandas de cisalhamento é apresentada na Figura 11.

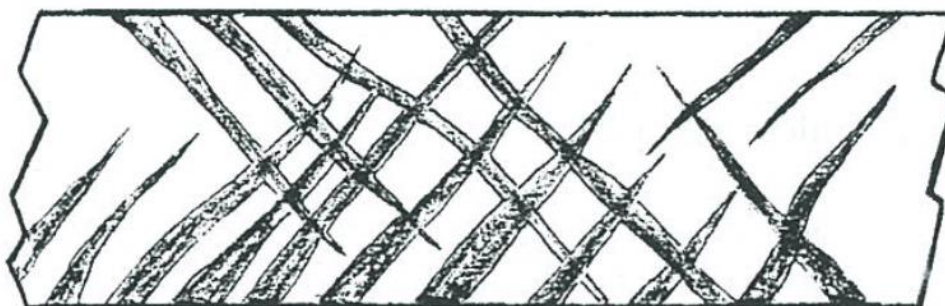


Figura 11. Bandas de cisalhamento [97].

Essas bandas formam ângulos de aproximadamente 30° a 60° em relação à DE, sendo o ângulo de 35° , o mais citado na literatura. Outra característica importante das bandas de cisalhamento, é o fato de não se limitarem a um único grão [97].

Essas bandas são formadas no material como um todo e são geradas por um estado de tensões heterogêneas [95]. As bandas de cisalhamento têm como características sempre seguirem o mesmo alinhamento na orientação do cisalhamento sem desvio principal, podendo atravessar inclusive a fronteira entre grãos [50].

3.5.3.3. Bandas de deformação

Bandas de deformação são regiões vizinhas dentro de um mesmo grão e que sofrem rotações distintas. Dois mecanismos explicam o surgimento de bandas de deformação: (1) a deformação imposta leva à rotação do cristal em várias direções, minimizando a energia requerida para deformação e (2) as bandas são formadas quando diferentes regiões do mesmo grão experimentam deformações distintas. A fronteira entre as bandas de deformação é delimitada por bandas de transição. Na Figura 12 é

apresentado a micrografia de um grão grosseiro do nióbio laminado a frio até 50% contendo bandas de deformação e bandas de transição (banda mais escura) [106].

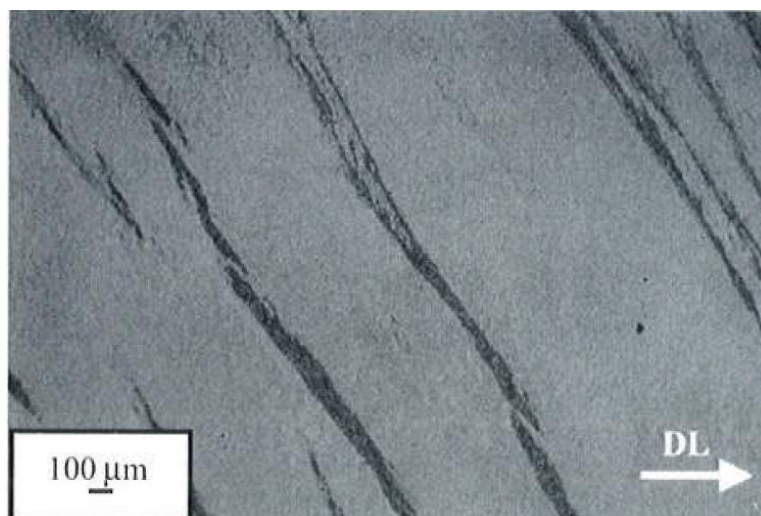


Figura 12. Microestrutura do Nióbio laminado a frio até 50% [106].

Lee, Duggan e Smallman [111] relataram que materiais de granulação grosseira têm mais bandas de deformação do que materiais de granulação fina, ou seja, a frequência de bandas na microestrutura depende do tamanho do grão. Além disso, os autores sugerem uma dependência de outros parâmetros, incluindo orientação e deformação.

3.5.3.4. Microbandas

São estruturas de discordâncias que separam diferentes blocos de células em metais e ligas e passaram por deformações plásticas pequenas ou moderadas. Estas estruturas possuem paredes espessas na forma de lâminas longas e estreitas e atravessam toda a extensão dos grãos. As microbandas tendem a alinhar-se com a direção de laminação com o aumento da deformação [106].

Sandim [106] apontou controvérsias quanto aos mecanismos que explicam sua formação. Em princípio, as microbandas surgem quando a deformação não pode ser mais acomodada apenas pelos contornos lamelares das células de discordâncias.

As microbandas são formadas na direção axial da deformação, durante o processamento pelo ECAP. As linhas de deslizamento observadas são orientadas favoravelmente ao longo do plano de cisalhamento no qual ocorreu a deformação [112]. Essas microestruturas, formadas por bandas de grãos finos, foram observadas em metais

no seu estado comercialmente puro como magnésio [112], alumínio [66], titânio [113] e nióbio [114].

3.5.3.5. *Bandas de dobramento*

Este tipo de banda é uma variante das bandas de deformação. São bandas com pouca incidência em metais e que separam regiões de mesma orientação. Esta mudança na orientação do reticulado cristalino se dá de forma progressiva, diferentemente da maclação, onde a separação ocorre de modo abrupto [106].

3.5.3. Homogeneidade de dureza de materiais processados por ECAP

A microestrutura do material processado por ECAP pode ser avaliada efetuando-se medidas de dureza ao longo de diferentes seções do material após a deformação [63]. Nos primeiros estudos, a microdureza média era registrada tomando medidas isoladas em vários pontos em planos selecionados de seccionamento após deformação pelo ECAP.

Posteriormente, foram reconhecidos que a dureza pode variar em qualquer seção do material deformado e, conseqüentemente, medidas detalhadas foram realizadas para avaliar a evolução da homogeneidade nos planos transversais de amostras processadas pelo ECAP através de um número de passes e, portanto, para diferentes níveis de deformação verdadeira [93].

Para desenvolver uma investigação da homogeneidade do material prensado com base em ensaios de dureza, Alhajeri, Gao e Langdon [115] salientam que o número de medidas de microdureza realizadas nos experimentos devem ser “excepcionalmente grande” em cada um dos planos analisados, para minimizar significativamente os erros nas plotagens para o estudo de homogeneidade do material.

O fator de não homogeneidade (IF) e desvio padrão (DP) são dois parâmetros amplamente utilizados na literatura para investigar a homogeneidade das peças submetidas ao ECAP. A magnitude do IF e DP são empregados para avaliar a uniformidade de distribuição de deformações nos materiais [83]. Além disso, as variações da microestrutura podem ser observadas através do padrão retilíneo de grade, matrizes formadas através do conjunto de pontos de dureza, plotados em mapas de contorno codificados por cores que fornecem uma exibição visual das variações de dureza e homogeneidade no material [115].

PRELL *et al.* [90] processaram uma liga Al-6061 por ECAP à temperatura ambiente com um, dois, quatro e seis passes e, posteriormente, realizaram medidas de microdureza. Mapas de contornos foram plotados em um sistema de coordenadas bidimensionais retangulares com os eixos X e Y, como observado na Figura 13.

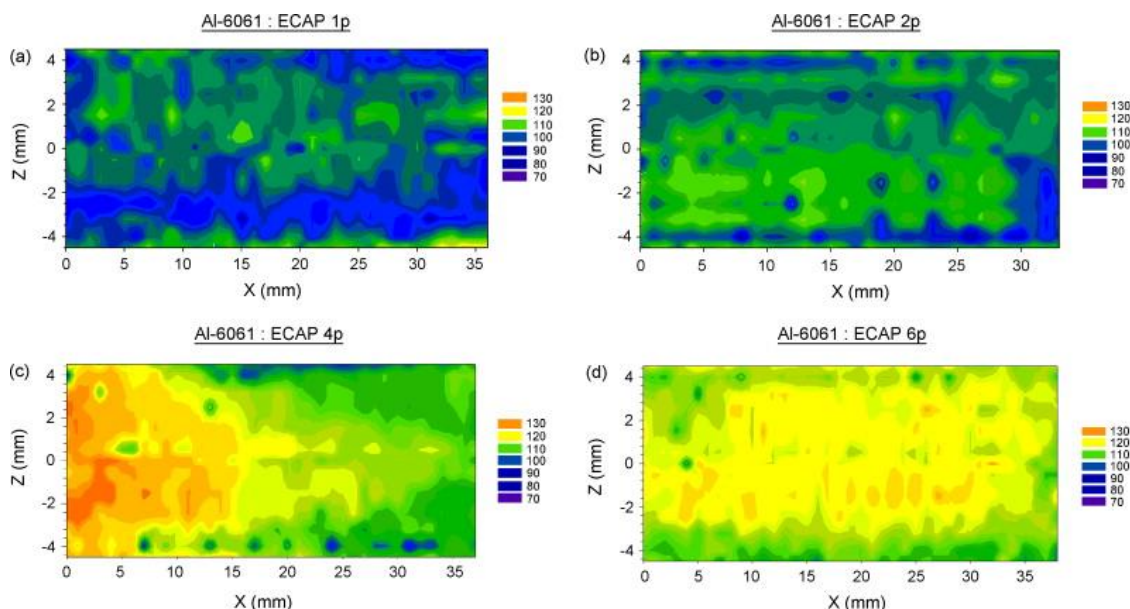


Figura 13. Mapas de contorno codificados por cores mostrando as distribuições da microdureza Vickers: (a) um passe, (b) dois passes, (c) quatro passes e (d) seis passes [90].

Na Figura 13, as medidas de microdureza são representadas por uma série de cores, indicadas à direita de cada mapa, permitindo assim uma avaliação simples e direta da homogeneidade de cada amostra após o ECAP, em até seis passes. A distribuição de microdureza plotada por Prell *et al.* [90] dessa maneira, permitiu delinear as seguintes conclusões, as quais são importantes para o escopo desse estudo: a) em 6 passes os valores de dureza foram homogêneos ao longo do plano longitudinal; e b) é perceptível a formação das zonas mortas na extremidade inferior de cada condição.

Ainda mais importante, os gráficos de dureza podem ser usados para estudar a homogeneidade do material em relação às propriedades mecânicas e as correspondentes alterações microestruturais, que podem estar diretamente relacionadas à deformação por cisalhamento durante o processamento DPS [116].

Nos estudos iniciais da evolução da microdureza no ECAP, um maior número de investigações foram direcionadas aos estudos do plano x ou transversal, uma vez que se buscava fornecer uma visão geral das variações na dureza entre as superfícies superior e

inferior [60, 91, 93]. Um exame desses dados mostra que, relativamente, pouca atenção foi dada à evolução da dureza nos planos Z ou longitudinal durante o processamento pelo ECAP, embora essa informação seja importante, se os materiais deformados forem utilizados em aplicações industriais [63].

3.6. PROJETO DE MATRIZ ECAP

Do ponto de vista da produção, os principais parâmetros ao se projetar uma matriz ECAP incluem segurança, custo e produtividade [117].

3.6.1. Segurança e custo

Durante o processamento em uma matriz ECAP, um dos grandes problemas relacionados à segurança, se refere a uma possível flambagem e quebra da punção, se forem usados aços convencionais de baixo custo. Para um determinado material, a pressão no punção (p) deve ser significativamente menor que o limite de escoamento do material puncionado [117]. A pressão e a carga do punção dependem das características do material, atrito, projeto da matriz e formato do lingote [118].

Do ponto de vista tecnológico, um processo ECAP bem-sucedido requer um menor nível de carga, pois altos níveis afetam diretamente o projeto, isto é, baixas cargas de extrusão são preferidas que, aliadas a outros parâmetros, definem o resultado do processamento [119]. Uma distribuição de deformação uniforme e ausência de trinca na superfície do material deformado são resultados de um projeto correto de deformação ECAP [120].

O ângulo Ψ exerce influência significativa na magnitude das cargas máximas de processamento e, quanto maior o ângulo, menor a força de prensagem, sendo a diferença na ordem de 20 - 30%. Essa redução das cargas de prensagem é importante quando se trata de materiais de média e alta resistência. Um contraponto a essa redução, é o fato que a melhoria em um parâmetro de desempenho acaba conflitando com outro, isto é, aumentando Ψ , a tensão de cisalhamento exercida no tarugo diminui [121].

Uma das formas mais eficientes de reduzir as pressões máximas do punção é minimizar o atrito de ambos os canais da matriz, através da escolha de um lubrificante eficiente [117]. Como a parcela de força necessária para a deformação de cisalhamento do próprio material pode ser considerada constante em todos os casos, esse aumento está

claramente relacionado à contribuição do atrito superficial; às áreas de contato (e forças de atrito correspondentes) aumentam linearmente com o comprimento do tarugo [122].

O atrito de contato entre o material processado e a matriz ECAP desempenha um papel importante no que diz respeito à deformação homogênea: o atrito precisa ser reduzido a fim de obter condições ótimas de processamento, ou seja, uma deformação por cisalhamento simples intensa e uniforme resulta em uma boa qualidade superficial dos tarugos [78, 122]. Dessa forma, a escolha do lubrificante adequado é crucial para o sucesso do ECAP, mesmo quando matrizes de baixo atrito de contato são usadas [122].

Eivani e Taheri [123] investigaram o efeito do atrito e o nível de tensão aplicado durante o processamento. Este estudo considerou o efeito do ângulo do canal e do atrito entre a amostra e as paredes da matriz na geometria da zona de metal morto e na deformação total. Através dos resultados, verificou-se que a deformação diminuiu com o aumento do coeficiente de atrito. Além disso, foi possível determinar um valor crítico para o coeficiente de atrito, acima do qual a zona de deformação e, portanto, a zona de metal morto se forma e, conseqüentemente, a deformação total diminui.

3.6.2. Produtividade

No que se refere à produtividade, dois fatores importantes são a velocidade de processamento e a ejeção do tarugo. Para materiais razoavelmente dúcteis, a velocidade de processamento não é um fator limitante e pode ser suficientemente alta (5–10 mm/s). A ejeção do tarugo apresenta um problema mais complexo, principalmente para tarugos cilíndricos longos. No caso de tarugos planos, uma parede inferior móvel do canal de saída, operada por um cilindro hidráulico adicional, fornece uma solução eficaz e simples [117].

Diante dos aspectos apresentados, conclui-se que os parâmetros de projeto, que envolvem produtividade e segurança, são capazes de fornecer amplas possibilidades de estudo, que devem viabilizar um material com qualidade superficial e menos interferências no processamento de parâmetros alheios a ZDP. Alinhados a isso, deve-se também salientar que existem lacunas no estado da arte no estudo do ECAP envolvendo a limitação de pesquisas que analisem a homogeneidade microestrutural e de durezas em configurações de ZDP distintas, em particular àquelas que envolvem a variação do ângulo de curvatura da matriz ECAP.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. MATERIAIS

Os experimentos empregaram Nb com uma pureza de 99,99% fornecido na forma de placa com dimensões de 520 mm × 180 mm × 13 mm e doado pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM), que é considerada um dos cinco principais fornecedores de nióbio no mercado global [124]. A decapagem para a limpeza da superfície de limpeza empregou ácidos: HF e HNO₃.

4.2. METODOLOGIA

4.2.1. Tratamento térmico de homogeneização do Nb

Os materiais foram obtidos em barras e cortados em tamanhos menores com auxílio de uma *cut-off* (Cortadeira Metalográfica CM40 da Teclago). O nióbio foi usinado para obter corpos de prova prismáticos com base quadrada 6 mm × 6 mm e altura de 50 mm. Com o objetivo de garantir um material livre de impurezas superficiais foi realizado um tratamento de limpeza, com água e detergente.

Após o processo de usinagem e limpeza, o material foi submetido ao tratamento térmico de homogeneização, em um forno tubular de quartzo em atmosfera de argônio a 1000 °C por 6 horas, seguido por resfriamento no forno, Figura 14. Esse tratamento térmico garante que o material esteja livre de tensões internas de solidificação e que apresente granulometria mais uniforme [125].



Figura 14. Forno de tratamento térmico.

4.2.2. Matriz ECAP

As matrizes ECAP utilizadas neste trabalho foram desenvolvidas em estudos anteriores no Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais – DCEM da UFS.

- a) Matriz com ângulo de canal de $\Phi = 90^\circ$ e ângulo de curvatura de $\Psi = 0^\circ$. A matriz foi projetada a partir do estudo de Silva [126] a qual é composta por cinco peças, onde as peças 1, 4 e 5 constituem a matriz com $\Phi = 120^\circ$, enquanto as peças 1, 2 e 3 formam a matriz com $\Phi = 90^\circ$ empregada nessa tese. A Figura 15 mostra as peças 1, 2 e 3 que constituem a matriz com o ângulo $\Phi = 90^\circ$.

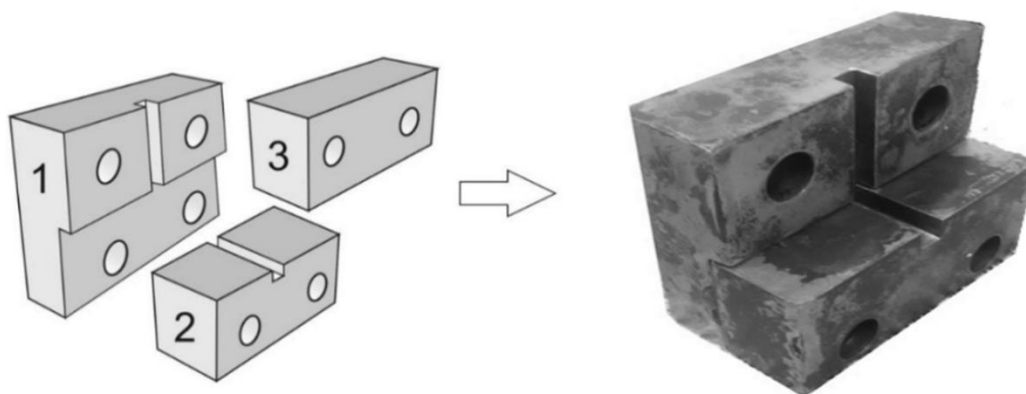


Figura 15. Matriz ECAP de $\Phi = 90^\circ$. (a) Desenho esquemático das três peças da matriz utilizada, (b) Junção da peça 1 e 2 formando o ângulo do canal $\Phi = 90^\circ$. Adaptado de Silva [126].

- b) Matriz com ângulo de canal de $\Phi = 90^\circ$ e ângulo de curvatura de $\Psi = 32^\circ$, Figura 16. A nova matriz é oriunda de uma adaptação do projeto de Silva [126] realizada por Santos [127] que inclui a introdução de um núcleo central produzido em aço ferramenta tipo D2 e duas laterais em aço carbono.

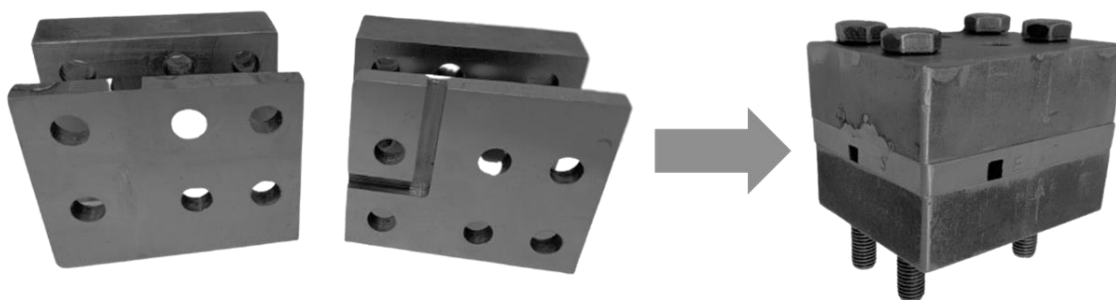


Figura 16. Matriz ECAP de ângulo de canal $\Phi = 90^\circ$ e ângulo de curvatura $\Psi = 0^\circ$.

4.2.3. Preparação dos corpos de prova

O nióbio homogeneizado foi cortado com as dimensões do canal interno da matriz ECAP e recebeu acabamento superficial com lixas de carbeto de silício (SiC) de grana 120 a 400. Os corpos de provas têm base quadrada de 6 mm x 6 mm e altura de 10 mm. Foram deformados 3 corpos de prova para cada condição analisada.

4.2.4. Sistemas de lubrificação

Os testes com lubrificação tiveram como base o emprego de spray desengripante, graxa de molibdênio, que contém partículas de dissulfeto de molibdênio (MoS_2) em escala micro, e fita de politetrafluoretileno – PTFE.

Quatro sistemas de lubrificação foram testados: (1) Sem lubrificação; (2) spray desengripante e fita de PTFE (SF-PTFE), (3) MoS_2 em graxa (MS) e (4) MoS_2 em graxa com fita de PTFE (MSF-PTFE).

As deformações foram realizadas com a matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$, com dimensões 6 mm x 6 mm. O processamento foi realizado em 1 passe de deformação ECAP, em temperatura ambiente (25°C, 298 K) usando uma prensa hidráulica com capacidade de 15 toneladas.

4.2.5. Processo ECAP

O processamento do Nb em 8 passagens por ECAP, para avaliar a homogeneidade da microestrutura e dureza, foi realizado em temperatura ambiente (25°C, 298 K). Antes da prensagem e, com base no resultado do estudo dos sistemas de lubrificação, os corpos de prova foram recobertos com spray e fita de politetrafluoretileno – PTFE para diminuir o atrito com as paredes da matriz. As amostras foram processadas usando a rota Bc, que possui maior eficiência [128] em até 8 passes, que corresponde uma deformação máxima verdadeira imposta sobre o material deformado de $\sim 9,2$ [75].

As matrizes utilizadas foram aquelas apresentadas na seção 4.2.2., cuja primeira possui canais de seção transversal retangular com dimensões 6 mm x 6 mm com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ [129, 126], e a segunda, possui as mesmas dimensões de canais com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$ [127].

4.2.6. Caracterização Microestrutural e Mecânica

4.2.6.1. Definição de nomenclatura

Na Figura 17 são apresentadas as nomenclaturas empregadas para cada uma das frações de área das regiões: cabeça, centro e cauda.

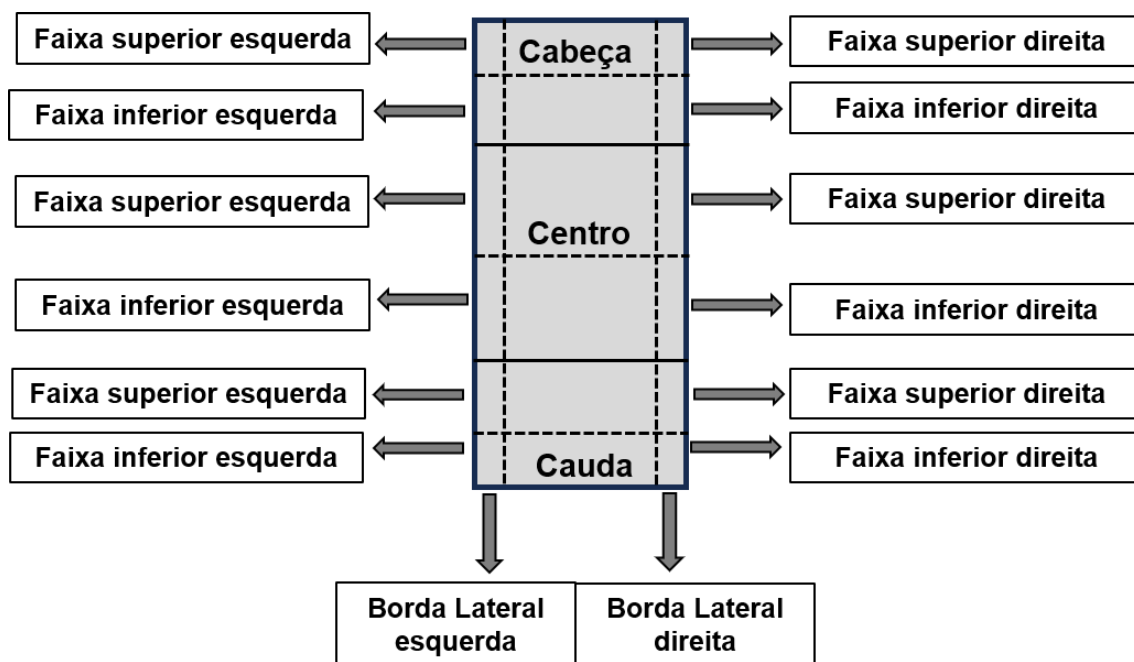


Figura 17. Representação esquemática das três regiões de análise.

4.2.6.2. Preparação dos corpos de prova

As amostras foram preparadas por técnicas metalográficas que consistem no embutimento em resina de cura a frio, lixamento com lixas SiC (100 – 4000) e polimento com abrasivo em suspensão de diamante, lubrificado com álcool etílico absoluto. A limpeza é feita após lixamento e entre as etapas de polimento quando há mudança da granulometria da pasta de polimento. As amostras foram limpas em banho de ultrassom durante 15 min em uma mistura 1:1 água destilada/etanol. Na etapa seguinte, as amostras foram atacadas com um reagente, utilizando uma solução de 15ml de HCl, 15ml de HF, 7,5 ml de HNO₃, 15ml H₂O.

A caracterização microestrutural foi realizada no nióbio homogeneizado e sem deformação ECAP e nos corpos de prova deformados via ECAP. Os corpos de prova deformados em até 8 passes foram cortados longitudinalmente em relação à direção de

deformação. O nióbio homogeneizado e sem deformação foi submetido às mesmas técnicas de análises metalográficas.

4.2.6.3. Microscopia

Após o ataque químico as microestruturas foram analisadas em microscópio óptico e de forma mais detalhada em microscópio eletrônico de varredura (MEV/EDS) JCM-5700 CARRY SCOPE.

As análises microestruturais foram realizadas em todo o mapeamento dos corpos de prova, considerando as três regiões de análise. Para traçar um parâmetro representativo de micrografias, as imagens foram escolhidas através de três pontos do corpo de prova, chamadas de região preferencial de análise (RPA), os quais estão indicados na Figura 18. A RPA pode ser uma representação da região da cabeça, centro ou cauda.

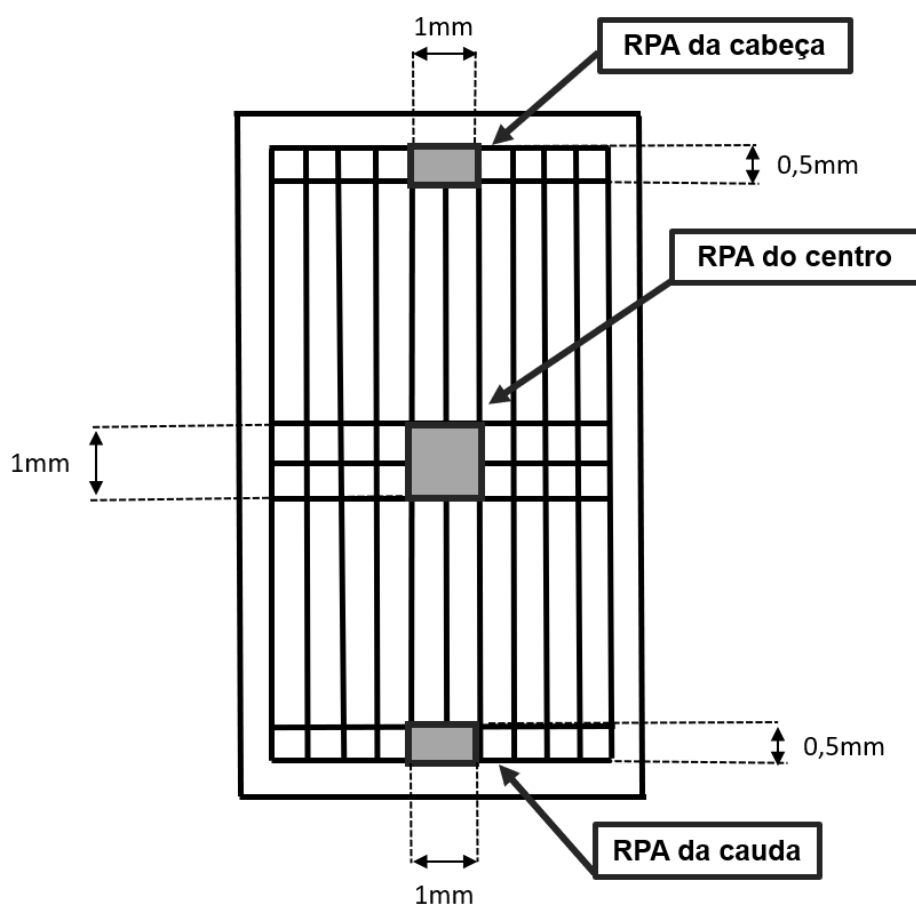


Figura 18. Representação das regiões preferenciais de análise da microestrutura, nas regiões da cabeça, centro e cauda.

4.2.6.4. Microdureza Vickers

As medidas de microdureza foram realizadas no microdurômetro da Shimadzu, modelo HMV-2T, dotado de penetrador Vickers, com carga de 1000 kgf e tempo de impressão de 10 segundos. Os valores da microdureza Vickers, HV, foram medidos após 1, 2, 4, 6 e 8 passes para ambas as matrizes de deformação.

Os corpos de prova submetidos ao processo de deformação ECAP foram analisados no plano Z. A Figura 19(a) mostra o plano Z do corpo de prova. A Figura 19(b) representa a divisão do plano Z em 19 linhas e 11 colunas, formando uma matriz com 209 pontos de análise. Em cada ponto da matriz foi realizada uma medida de microdureza, possibilitando o mapeamento total da superfície. A Figura 19(c) mostra a divisão do plano Z em 7 linhas e 11 colunas, formando uma matriz com 77 pontos de análise. As regiões cabeça e cauda foram definidas a 1 mm das extremidades e representam a média de 22 pontos de microdureza. A região central foi analisada considerando as medidas de microdureza em três linhas centrais do plano Z, representando a média de 33 pontos de análise.

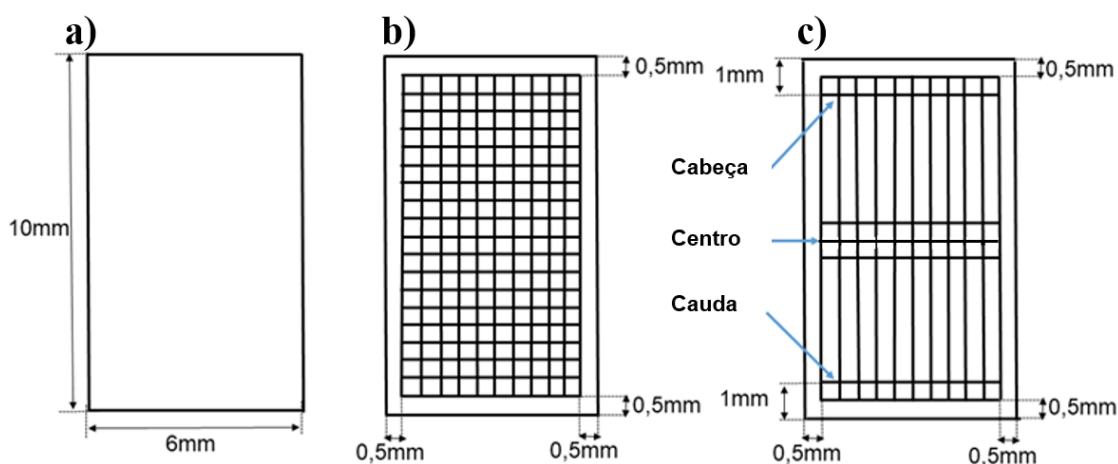


Figura 19. (a) Plano Z. (b) Mapeamento total. (c) Mapeamento por região: superfície inferior, centro e superfície superior.

Foi adotada a distância de 0,5 mm das extremidades direita e esquerda e das extremidades superior e inferior do tarugo. As 209 medidas resultantes foram apresentadas na forma de mapas, em escalas de cores proporcionais à dureza em cada ponto da superfície. As medidas foram realizadas no plano Z ou longitudinal, paralelo à

superfície superior no ponto de saída da matriz, com base em notação convencionalmente estabelecida [9].

Os dados do mapeamento por região foram empregados para analisar a evolução e o grau da homogeneidade de deformação em cada um dos pontos de análise, na forma de travessias individuais que representam cada uma das três regiões do plano Z. Para o mapeamento total, as medições foram plotadas na forma de mapas de contorno codificados por cores. Ambos os mapeamentos foram plotados com auxílio do software OriginPro versão 2018, para fornecer uma representação visual direta dos dados do primeiro ao oitavo passe.

4.2.6.5. Análise de Variância (ANOVA)

Os resultados de dureza de todas as condições apresentadas, foram submetidos a análise de variância (ANOVA) através do Software R versão 4.2.3., para verificar estatisticamente se houve variação significativa dos valores de dureza HV: (1) entre grupos (1, 2, 4, 6 e 8 passes); (2) dentro dos grupos (Cabeça – Centro – Cauda); (3) entre lubrificantes; e (4) entre triplicatas.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. OTIMIZAÇÃO DE PROCESSAMENTO EM MATRIZ ECAP

Nesta seção serão apresentados os resultados dos primeiros experimentos do processamento do Nb via ECAP. Em seguida, os resultados de lubrificação, que incluem a carga máxima no punção, altura do corpo de prova restante após 1 passe ECAP e o resultado das caracterizações microestruturais por microscopia óptica juntamente com os resultados dos ensaios mecânicos de microdureza Vickers e, por último, as considerações e análises a respeito da carga máxima das deformações em 1, 2, 4, 6 e 8 passes na matriz ECAP com ZDP com $\Psi = 0^\circ$.

5.1.1. Processo de deformação ECAP do Nióbio

O início do estudo do processo de deformação ECAP em matriz, com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$, em corpos de prova de Nb, consistiu na realização de ensaios preliminares empregando somente 1 passe de deformação. Nesses ensaios foi analisada a carga máxima de compressão, o comportamento do punção e a lubrificação da matriz.

O sistema constituído pela matriz ECAP, contendo o corpo de prova e o punção posicionado no canal de entrada da matriz de deformação, foi colocado em uma prensa hidráulica. O pistão da prensa hidráulica aplicava uma carga no punção para produzir a deformação (escoamento) do corpo de prova no canal da matriz ECAP.

Na realização do 1º ensaio preliminar de deformação por ECAP do corpo de prova de Nb, foi registrada a carga máxima de compressão de 3,5 toneladas e foi observada a ocorrência de deformação plástica no punção, que se deu através da incapacidade em suportar a carga axial de compressão, identificada como o fenômeno da flambagem. Na Figura 20 é observada a flambagem durante a deformação (a) e o punção deformado (b).

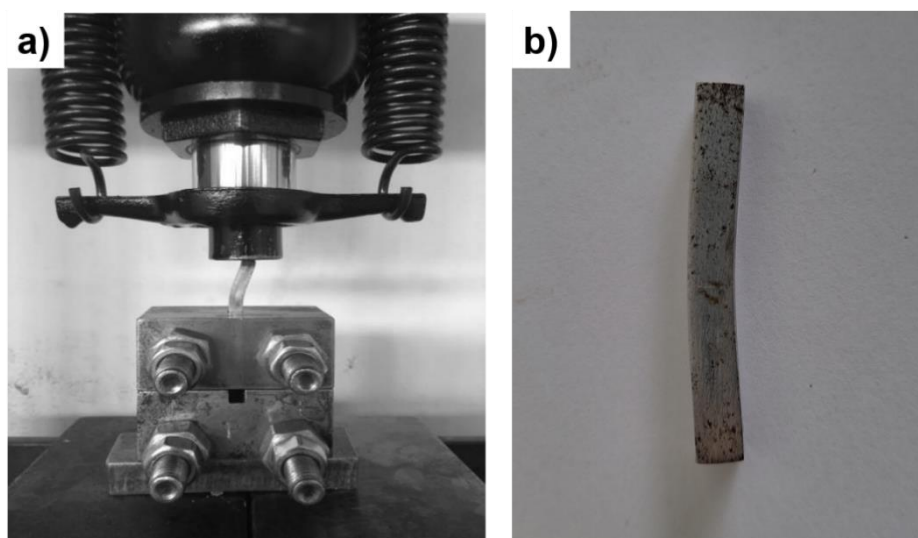


Figura 20. Flambagem do punção no processo de deformação ECAP do Nb.

A carga de compressão aplicada ao punção é função da resistência à deformação que cada metal puro ou liga metálica apresenta. Os materiais mais resistentes à deformação solicitam da prensa hidráulica maiores cargas para se efetuar o processamento na matriz ECAP.

5.1.2. Flambagem do punção

A questão crítica em se processar materiais com punções relativamente esbeltos (6 mm x 6 mm) como na presente investigação foi o pequeno momento de inércia (I) em suas direções. Foi realizado o estudo para verificar a carga de prensagem em relação a seção transversal e comprimento dos punções. Foram analisados punções (aço SAE 1045 com $E = 200$ GPa) com comprimento de (40, 45, 50, 55, 60 mm) e área de seção transversal de (6x4, 6x6, 6x7 mm²). Foi construído um gráfico da carga de prensagem, Figura 21, onde é possível relacionar as cargas críticas de flambagem (P_{cr}) calculadas pela Equação de Euler obtidos a partir da Equação (04), onde l é o comprimento do punção e I é o momento de inércia.

$$P_{cr} = \frac{\pi^2 EI}{2l^2} \quad (\text{Equação 04})$$

A relação das cargas máximas de compressão com a carga crítica de flambagem do punção é uma informação essencial para a realização do processo de deformação

ECAP. Os punções com maior comprimento e menor seção transversal suportaram menores cargas de compressão, como observado na Figura 21.

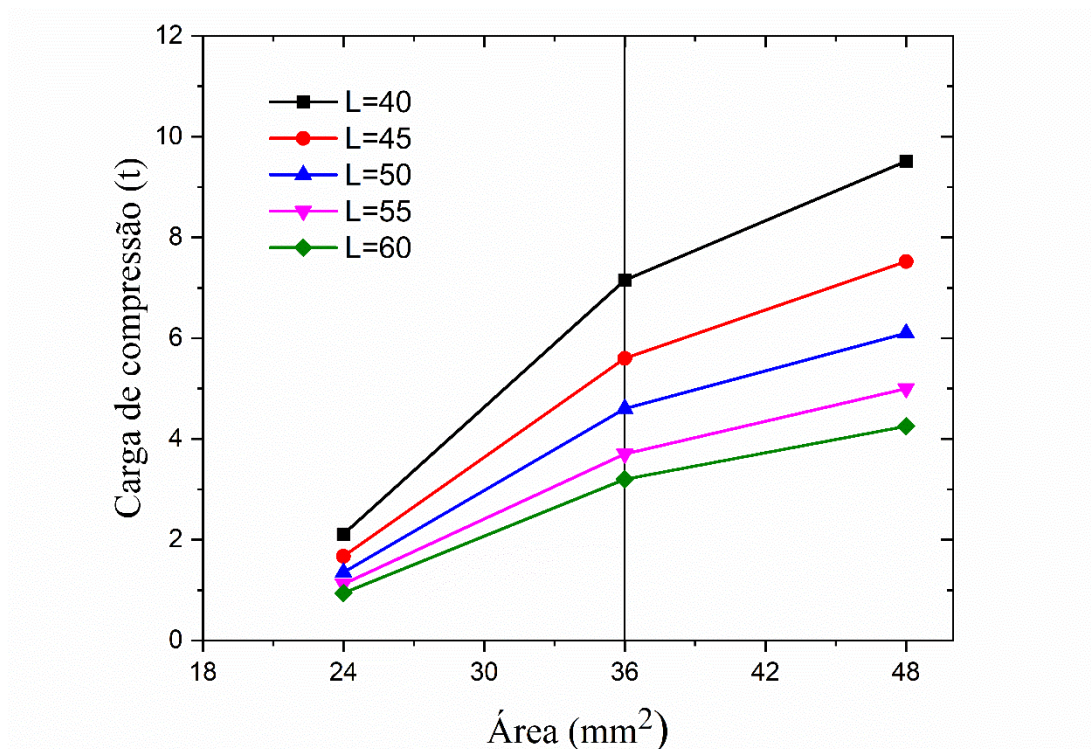


Figura 21. Cargas de flambagem do punção, calculadas pela equação de Euler para várias seções e comprimentos.

A condição mais desfavorável é o início da prensagem, onde a tensão solicitante no punção é máxima, uma vez que a carga deve ser suficiente para que a amostra depois de comprimida mude para o segundo canal da matriz. Através da Figura 21, observa-se que, para o punção com comprimento de 60 mm e seção transversal de 36 mm², a carga de flambagem inicial (máxima) foi de 3,0 toneladas, o que justifica a flambagem do punção durante a extrusão em 2,9 toneladas.

A carga crítica solicitada pela prensa durante as deformações varia conforme o tipo de material que está sendo processado por ECAP, uma vez que materiais que apresentam alta ductilidade têm solicitações de cargas menores, e materiais com alta taxa de encruamento exigem solicitações de carga maiores. O aumento da magnitude das cargas exigidas no processamento do Nb, forçaram os punções acima de sua capacidade produzindo deformação plásticas nos mesmos.

O novo dimensionamento propôs a utilização de dois punções durante a prensagem, um com comprimento de 30 mm, o qual iniciou a deformação, e outro com comprimento de 40 mm, o qual continuou o ensaio até o fim do processamento. O punção

com comprimento de 40 mm garante a estabilidade da deformação, uma vez que a carga crítica para esse comprimento de punção é da ordem de 7,2 toneladas, e para comprimento de 30 mm a carga crítica foi de 12,68 toneladas. Essa estratégia com utilização de dois punções, garante total segurança contra problemas de flambagem.

5.1.3. Sistemas de Lubrificação

Quatro tipos de sistemas de lubrificação diferentes foram avaliados: (a) sem lubrificante (S/L), (b) spray e fita de politetrafluoretileno – PTFE (SF-PTFE), (c) MoS₂ em graxa (MS) e (d) MoS₂ em graxa com fita de PTFE (MSF-PTFE). Esses sistemas foram analisados em processamento ECAP com 1 passe para verificar a relação entre o atrito do canal da matriz ECAP e os valores de carga, cujos resultados são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3. Carga máxima registrada em corpos de prova processados em matriz ECAP utilizando os diferentes sistemas de lubrificação.

Sistemas de Lubrificação	Carga (kN)			
	CP1	CP2	CP3	Média $\pm \bar{X}$
Sem Lubrificante (S/L)	49	51,9	51	50 $\pm$ 1,4
Spray e Fita de PTFE (SF-PTFE)	29,4	30,4	30,4	30 $\pm$ 0,6
MoS ₂ em graxa (MS)	29,4	29,4	30,4	30 $\pm$ 0,6
MoS ₂ em graxa e Fita de PTFE (MSF-PTFE)	32,3	29,4	31,3	31 $\pm$ 1,3

A carga máxima de prensagem ($C_{m\acute{a}x}$) do processamento sem lubrificante (a) foi significativamente maior em relação a dos outros sistemas de lubrificação. Entre os grupos SF-PTFE, MS e MSF-PTFE, em contrapartida, não houve variação significativa entre as cargas máximas de prensagem ($C_{m\acute{a}x}$) identificadas.

O emprego de spray e fita de PTFE (SF-PTFE) é recente na literatura [126, 127, 129], diferentemente do uso ostensivo de graxa a base MoS₂ como lubrificante ECAP, que data desde o ano de sua criação como método DPS [17, 54, 130, 131, 133-135]. Ao analisar os resultados dos experimentos apresentados na Tabela 3, considerando a carga

de solicitação dos punções, os lubrificantes citados apresentaram resultados equiparáveis, junto com a graxa a base de MoS₂ e fita PTFE (MSF-PTFE).

5.1.4. Altura dos corpos de prova

A altura final de corpos de provas processados por ECAP é um parâmetro importante de deformação, e corresponde ao tamanho final de um corpo de prova que, inicialmente, dispunha de 10 mm e que reduziu de tamanho ao ser submetido a deformação. Uma maior variação da altura mostra que o corpo de prova foi bastante comprimido antes do cisalhamento na ZDP, condição não requerida durante o processamento, pois compromete a vida útil da matriz ECAP e interfere na microestrutura e produto final.

Na Tabela 4 são apresentadas as alturas finais dos corpos de prova ao se deformar o Nb em 1 passe de ECAP usando 4 condições diferentes de sistemas de lubrificação: S/L, SF-PTFE, MS e MSF-PTFE.

Tabela 4. Altura restante de corpos de prova processados em matriz ECAP utilizando os diferentes sistemas de lubrificação.

Sistemas de Lubrificação	Altura restante h (mm)			
	CP1	CP2	CP3	Média $\pm \bar{X}$
Sem Lubrificante (S/L)	8,1	8,7	8,2	8,9 $\pm$ 0,3
Spray e Fita de PTFE (SF-PTFE)	9,7	9,8	9,8	9,8 $\pm$ 0,0
MoS ₂ em graxa (MS)	9,4	9,6	9,5	9,5 $\pm$ 0,1
MoS ₂ em graxa e Fita de PTFE (MSF-PTFE)	9,5	9,6	9,3	9,5 $\pm$ 0,1

Ao analisar os resultados da Tabela 4, é possível verificar que a condição sem lubrificante apresentou variação significativa da redução do tamanho do corpo de prova ao comparar com a variação de tamanho com o uso do lubrificante SF-PTFE, MS e MSF-PTFE.

Na análise estatística, foi verificado que a adição da fita de PTFE à lubrificação de graxa MoS₂ sólida, não contribuiu para a redução do tamanho dos corpos de provas deformados quando comparado somente com o MoSi₂ em graxa (MS). O spray e fita de

PTFE foi o sistema de lubrificação que apresentou a menor redução de tamanho do corpo de prova das 4 condições analisadas. Ao relacionar as Tabelas 3 e 4, foi possível inferir que maiores cargas máximas produzem uma maior redução dos corpos de prova.

5.1.5. Observações experimentais no processamento ECAP

No Quadro 1 é apresentada as observações experimentais do processamento e qualidade dos corpos de provas após 1 passe ECAP, nas 4 condições diferentes de sistemas de lubrificação: S/L, SF-PTFE, MS e MSF-PTFE.

Quadro 1. Observações experimentais dos corpos de prova processados em matriz ECAP utilizando os diferentes sistemas de lubrificação.

Sistemas de Lubrificação	Observações Experimentais
Sem Lubrificante (S/L)	• Riscos na superfície do canal da matriz. • Dificuldade excessiva na extração do corpo de prova. • Presença de trincas.
Spray e fita de PTFE (SF-PTFE)	• Sem adesão nas superfícies das ferramentas. • Facilidade na extração do corpo de prova.
MoS ₂ (MS)	• Sem adesão nas superfícies das ferramentas. • Dificuldade na extração do corpo.
MoS ₂ e fita de PTFE (MSF-PTFE)	• Sem adesão nas superfícies das ferramentas (dificuldade na remoção da fita de PTFE). • Dificuldade moderada na extração do corpo.

De acordo com as observações obtidas, a condição sem lubrificante foi a condição que apresentou baixa eficiência na deformação ao se verificar a presença de trincas na superfície externa dos corpos de prova e desgaste dos canais da matriz ECAP. A ausência de lubrificante e a alta carga na deformação produziu uma solda a frio por atrito, que dificultou a retirada do corpo de prova.

O sistema de lubrificação SF- PTFE promoveu a proteção do corpo de prova e dos canais da matriz ECAP, o que foi constatado pela redução dos riscos e danos superficiais. Esse comportamento experimental foi fundamental para atender às variáveis de processo da deformação ECAP, número de passes e rota de processamento, que determinam as modificações microestruturais e o comportamento mecânico.

Os sistemas de lubrificação MS e MSF-PTFE apresentaram redução de atrito e dificuldade de desmoldagem, de acordo com as observações experimentais. Na condição de spray com o uso de fita de PTFE, as amostras apresentaram facilidade na remoção, que é um parâmetro positivo, no que diz respeito a otimização do processo, uma vez que a fita de PTFE gera um mecanismo de lubrificação auxiliar na deformação.

5.1.6. Microestrutura dos materiais processados por ECAP em diferentes sistemas de lubrificação

Na Figura 22, é apresentada a microestrutura do Nb após processamento ECAP com 3 sistemas de lubrificação diferentes: (a) SF- PTFE, (b) MS e (c) MSF-PTFE. Os testes com lubrificantes aconteceram na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ em 1 passe, que corresponde a uma deformação de $\sim 1,15$. A análise microestrutural foi realizada empregando microscopia ótica na RPA no centro do corpo de prova há 4 mm da borda lateral direita e esquerda, conforme previamente estabelecido e apresentado na Figura 22, chamada de região preferencial de análise.

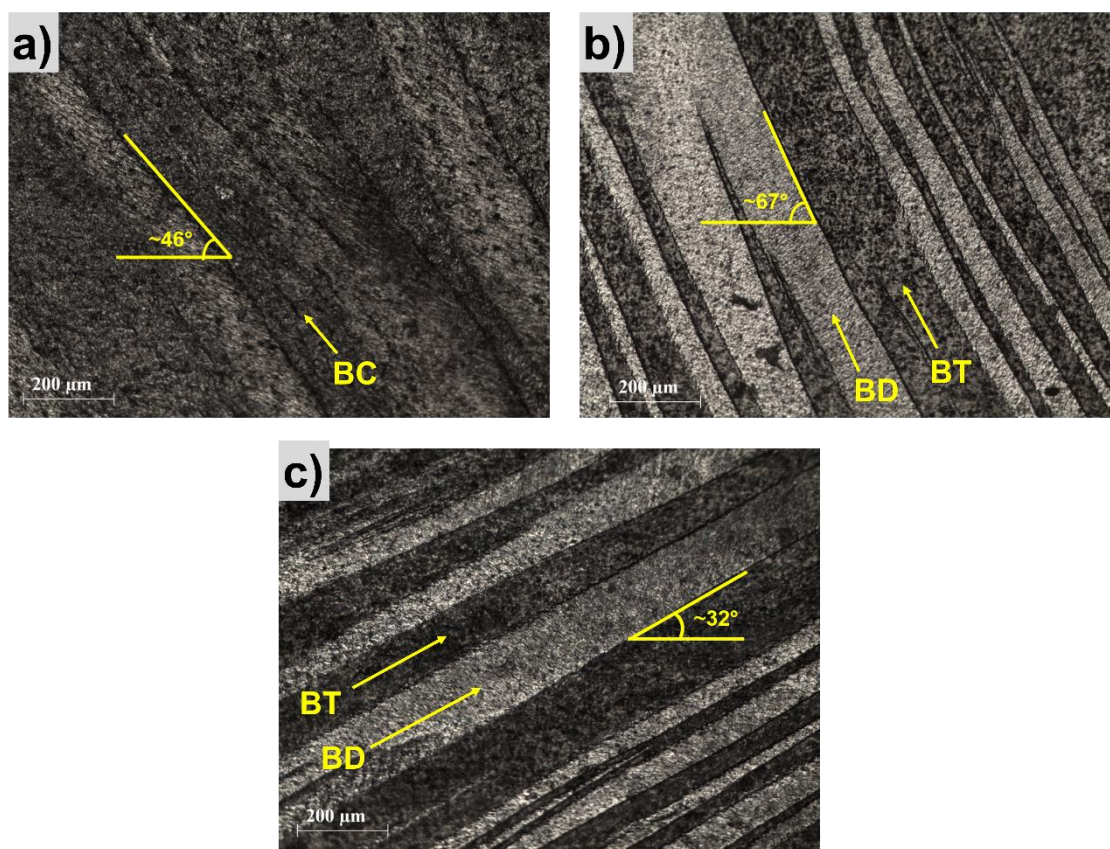


Figura 22. Micrografia da RPA do centro do corpo de prova deformado em 1 passe na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ nas condições com (a) SF- PTFE, (b) MS e (c) MSF-PTFE. Em destaque os ângulos das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.

Para essas três condições de análise, a tensão efetiva em 1 passe, originou uma estrutura bimodal com bandejamento grosso e próximas desse bandejamento encontram-se bandas finas, típico de regiões intermediárias adjacentes ao bandejamento mais grosso. As bandas apresentaram comprimento que variam de 1,3 a 1,8 mm, sendo que a maior parte dessas regiões bandeadas foram encontradas na região do centro, considerada uma região de tensão cisalhante preferencial [136].

As bandas identificadas exibem larguras que variam de 60 a 140 μm , e que serão chamadas, nessa discussão, de bandas “grosseiras”, pois o segmento de medição da reta transversal entre limites do contorno da banda é $\geq 30 \mu\text{m}$, bandas médias e finas são aquelas $\geq 1 \mu\text{m}$ e $\leq 30 \mu\text{m}$ e as microbandas são aquelas $\leq 1 \mu\text{m}$.

Assim, através da Figura 22, verifica-se que há similaridades entre as microestruturas dos três corpos de prova deformados com diferentes lubrificantes, as quais apresentam bandas grosseiras, do tipo cisalhante, transição e deformação, distribuídos em uma estrutura com fluxo aleatório em relação a DE em todo o mapeamento microestrutural.

Este fluxo das bandas variou com o tipo de lubrificante, o que é coerente com a abordagem da literatura que associa os maiores atritos a deslizamentos mais longos na matriz, que, por consequência, aumenta a área de ZDP e ZMM, além de aumentar a aleatoriedade da estrutura nas primeiras passagens ECAP [137, 138].

Na Figura 23 é apresentada a microestrutura da condição sem lubrificante, de uma região aleatória do centro do corpo de prova, uma vez que, a formação de trincas impossibilitou estabelecer as três regiões do mapeamento e definir a região preferencial de análise.

A microestrutura se caracterizou pela presença de bandas de cisalhamento em regiões aleatórias do corpo de prova, como mostrada na Figura 23 (a), sendo estas do tipo grosseira e com alto ângulo em relação a DE ($\sim 81^\circ$). Em outras regiões próximas ao limite da superfície do corpo de prova, foi identificada a presença de bandas finas e zona sem deformação cisalhante (ZSDC), como aquela apresentada na Figura 23 (b). Esse tipo de estrutura é um indicativo da interferência da ZDP na superfície do corpo de prova, que caracteriza uma estrutura não uniforme e que sofreu influência severa do atrito, além disso, essas regiões indicaram uma menor distribuição de tensão nesses pontos.

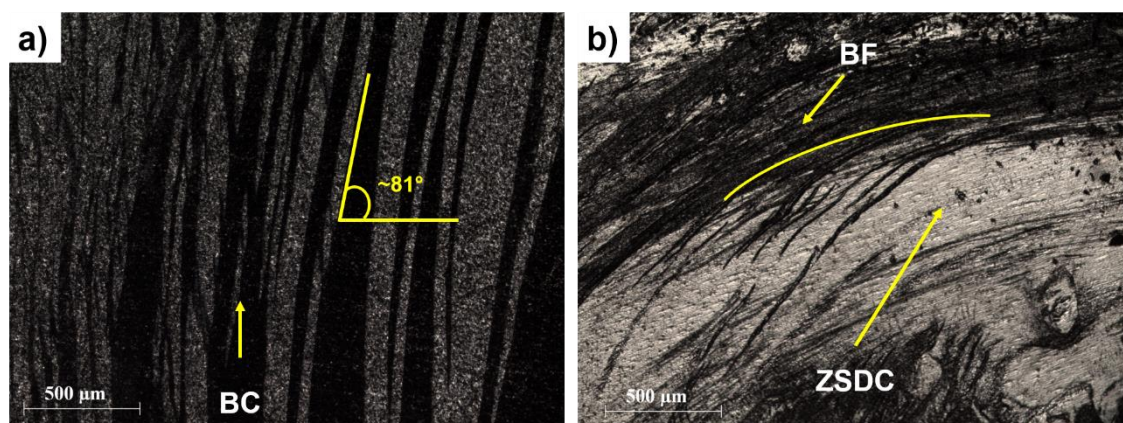


Figura 23. Micrografia do centro do corpo de prova deformado em 1 passe na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ na condição sem lubrificante. Em destaque à natureza das bandas identificadas e o ângulo das bandas em relação a DE.

A Tabela 5 mostra a largura das bandas grosseiras identificadas na microestrutura de acordo com o tipo de sistema de lubrificação empregado, além das regiões nas quais se identificaram essas bandas e a fração do mapeamento total com bandejamento.

Tabela 5. Parâmetros da microestrutura dos 4 sistemas de lubrificação.

Sistema de Lubrificação	Largura das Bandas (μm)	Fração do Mapeamento (%)	Regiões Identificadas
Sem Lubrificante (S/L)	-	-	-
Spray e fita de PTFE (SF-PTFE)	$\sim 75 - 140$	50	Cabeça, Centro e Cauda
MoS_2 (MS)	$\sim 52 - 135$	45	Cabeça e Centro
MoS_2 e fita de PTFE (MSF-PTFE)	$\sim 55 - 130$	50	Cabeça, Centro e Cauda

Ao analisar a amplitude da largura das bandas das condições analisadas, não é possível estabelecer uma diferença apreciável nos valores dos intervalos identificados, uma vez que as larguras transversais das bandas se encontram em um intervalo muito próximo umas das outras (~ 52 a $140 \mu\text{m}$). Essas bandas grosseiras para a condição SF-PTFE e MSF-PTFE foram identificadas nas regiões da cabeça, centro e cauda e, para a condição MS, essas bandas grosseiras foram identificadas nas regiões da cabeça e centro, indicando que a cauda é isenta desse bandejamento, havendo, portanto, uma menor tensão imposta nessa região.

Percebe-se que as microestruturas nas três condições analisadas não apresentaram diferenças visíveis uma das outras, uma vez que os três sistemas analisados obtiveram semelhanças no padrão de distribuição de deformação, natureza das bandas e fração das regiões bandeadas.

5.1.7. Homogeneidade de dureza do Nb processado por ECAP em diferentes sistemas de lubrificação

Serão apresentados os resultados dos valores médios de dureza no processamento ECAP em 1 passe em matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ e ZDP com os quatro tipos de sistemas de lubrificação: deformado sem lubrificante, com spray e fita de PTFE, MoS₂ em graxa e com MoS₂ em graxa com fita de PTFE. Em seguida, serão apresentados os resultados da homogeneidade de dureza HV através do mapeamento total e mapeamento por região. A discussão foi realizada no plano Z e considerou a existência de três regiões nos corpos de prova deformados por ECAP: cabeça, centro e cauda.

5.1.8. Processamento ECAP

A Figura 24 mostra os valores de microdureza Vickers para o Nb deformado na matriz ECAP com $\Psi = 0^\circ$ em 1 passe usando 4 condições diferentes de lubrificante: S/L, SF-PTFE, MS e MSF-PTFE e o valor médio de dureza HV do Nb sem ECAP.

Os valores de microdureza HV apresentados correspondem a média de todos os pontos de dureza contidas no plano Z que para as condições SF-PTFE, MS e MSF-PTFE, representam a média de 209 leituras individuais e, para a condição S/L, representa a média de 30 leituras individuais em pontos aleatórios do mapeamento da amostra. Os erros padrões no limite de 95% estão incluídos na Figura 24.

De acordo com os resultados de durezas, pode-se perceber que houve aumento significativo de dureza ao comparar o Nb sem processamento ECAP e processado nas 4 condições de lubrificação. Ao traçar uma comparação estatística entre os grupos de amostras lubrificadas, infere-se que não houve variação significativa entre as médias calculadas, indicando que nenhuma das 4 condições de lubrificação utilizadas interfere nos valores de microdureza HV.

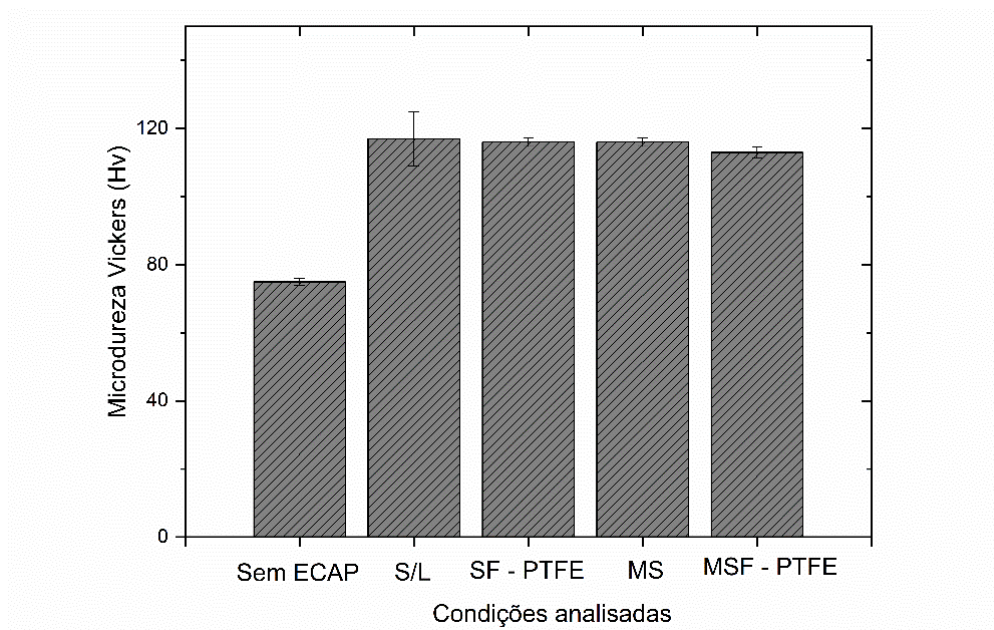


Figura 24. Valores de microdureza Vickers registrados no plano Z deformado em 1 passe com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ nas condições: sem ECAP e deformados com S/L, SF-PTFE, MS e MSF-PTFE.

5.1.9. Mapeamento total

O mapeamento total por mapas de contorno codificados por cores foi traçado para obter uma representação visual da homogeneidade dos corpos de prova, Figura 25, para o Nb no plano Z, nas condições: spray e fita de PTFE (a) MoS₂, em graxa (b) e MoS₂, em graxa e fita de PTFE (c) na ZDP, com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Os mapas de contorno foram obtidos através de valores individuais de dureza sobre planos de corte longitudinal e plotados em incrementos de 10 de 60 a 160, os quais permitem uma boa correlação entre os valores registrados nas medidas de dureza HV e homogeneidade do plano selecionado das amostras.

Dessa forma, observa-se, através da Figura 25, que o Nb deformado em 1 passe, nas 3 condições de lubrificação, não apresentou homogeneidade de dureza ao longo do mapeamento no plano Z. As regiões da cabeça e cauda apresentaram baixa dureza ao comparar com a região do centro, nas 3 condições de análise. Essa constatação é notada, em particular na região da cabeça a uma distância de $\pm 1,0$ mm nas condições MS e MSF-PTFE, e na região da cauda a uma distância de $\pm 1,5$ mm na condição SF-PTFE e de $\pm 1,0$ mm na condição MS e MSF-PTFE.

A não homogeneidade dessas regiões foi atribuída ao desenvolvimento de uma *zona morta* no canto externo, quando os corpos de prova não estão em contato com as

paredes do canal e o ângulo de curvatura não é preenchido. Essa condição de não homogeneidade é razoavelmente consistente com outras investigações para diferentes tipos de metais, onde a dureza no centro é maior do que nas extremidades [66, 90, 105, 115, 139, 140].

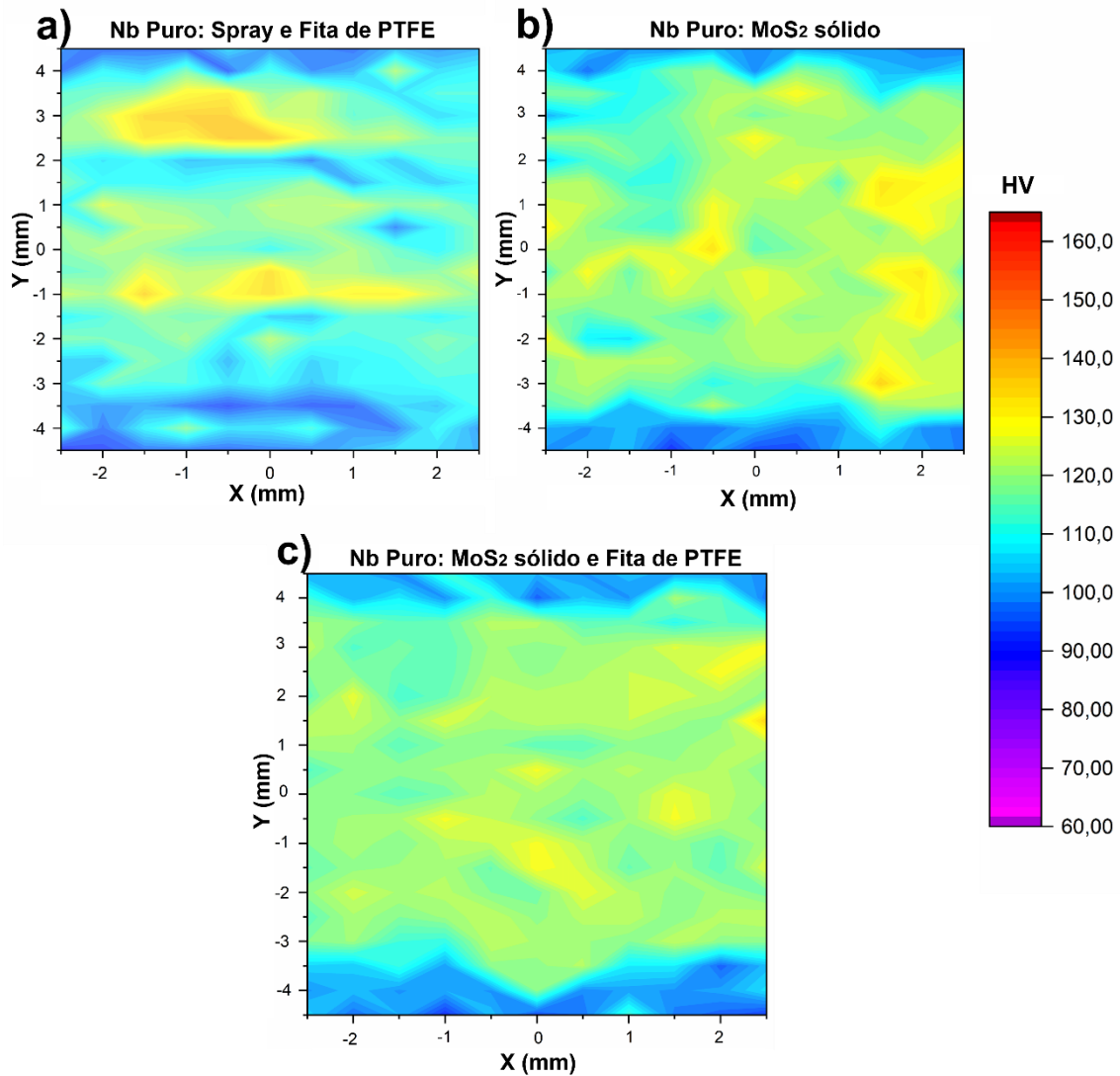


Figura 25. Mapas de contorno codificados por cores. Homogeneidade de deformação por região em 1 passe na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ nas condições: (a) SF- PTFE, (b) MS e (c) MSF-PTFE.

Na região cauda, na condição SF-PTFE, foi observado que essa região apresentou pontos de média dureza entre zonas de baixa dureza, Figura 25(a). Partindo dos resultados de microscopia apresentados na seção 5.1.6., essa região foi a que apresentou a maior zona morta - variou 0,5mm das condições MS e MSF-PTFE - e regiões bandeadas. Dessa forma, regiões de médias durezas na região da cauda indicam a presença de bandas grosseiras na microestrutura.

Outra justificativa para a não homogeneidade de dureza HV do centro e das bordas (cabeça e cauda) do Nb deformado, é o fato desta propriedade está relacionada aos mecanismos de atrito durante a deformação. Mesmo que durante o processamento, o material tenha sido bem lubrificado para minimizar os atritos entre o corpo de prova e as paredes da matriz, as influências do atrito não podem ser desprezadas, como se relata nas investigações de Agwa *et al.* [141], que perceberam que o atrito apresenta efeitos significativos na homogeneidade de deformação, qualquer que seja o lubrificante usado durante o processo ECAP.

5.1.10. Mapeamento por região

O mapeamento por região foi traçado para analisar a distribuição de tensão nas regiões da cabeça, centro e cauda, Figura 26. No gráfico de mapeamento por região, as análises foram feitas ao longo de travessias, que são as três pontes que ligam a borda lateral direita até a borda lateral esquerda do corpo de prova.

As quatro travessias apresentadas em cada mapeamento indicam as três regiões do corpo de prova (cabeça, centro e cauda) e o parâmetro zero (Nióbio sem processamento) que variam 0,5 mm entre cada ponto, e indica a média de microdureza HV. As linhas tracejadas inferiores indicam a microdureza na condição do Nb homogeneizado e não deformado, cada ponto está no erro no limite de 95%.

Ao analisar a Figura 26, nota-se que ocorreu um aumento significativo na dureza após 1 passe ECAP em todas as regiões analisadas, quando se compara a dureza média do Nb recozido (~75HV) para valores no intervalo de ~86 a 132 HV. Nas três condições de análise, o centro variou significativamente das regiões da cabeça e cauda.

Quanto mais próxima as travessias estão uma das outras, mais homogênea é a microestrutura analisada. Embora os valores de microdureza da cabeça e cauda não tenham apresentado variação significativa, foi possível observar que as barras de erro das travessias da cauda são maiores que as barras de erro nas travessias da região da cabeça e centro.

Ao analisarmos a amplitude da dureza HV nas 3 condições de lubrificantes, verifica-se que a amplitude nas condições SF-PTFE, MS e MSF-PTFE, os valores foram ~92 a 132Hv, ~88 a 130Hv e ~86 a 124Hv. Dessa forma, não foi possível identificar uma condição preferencial de lubrificação baseado nos resultados de mapeamento de dureza HV.

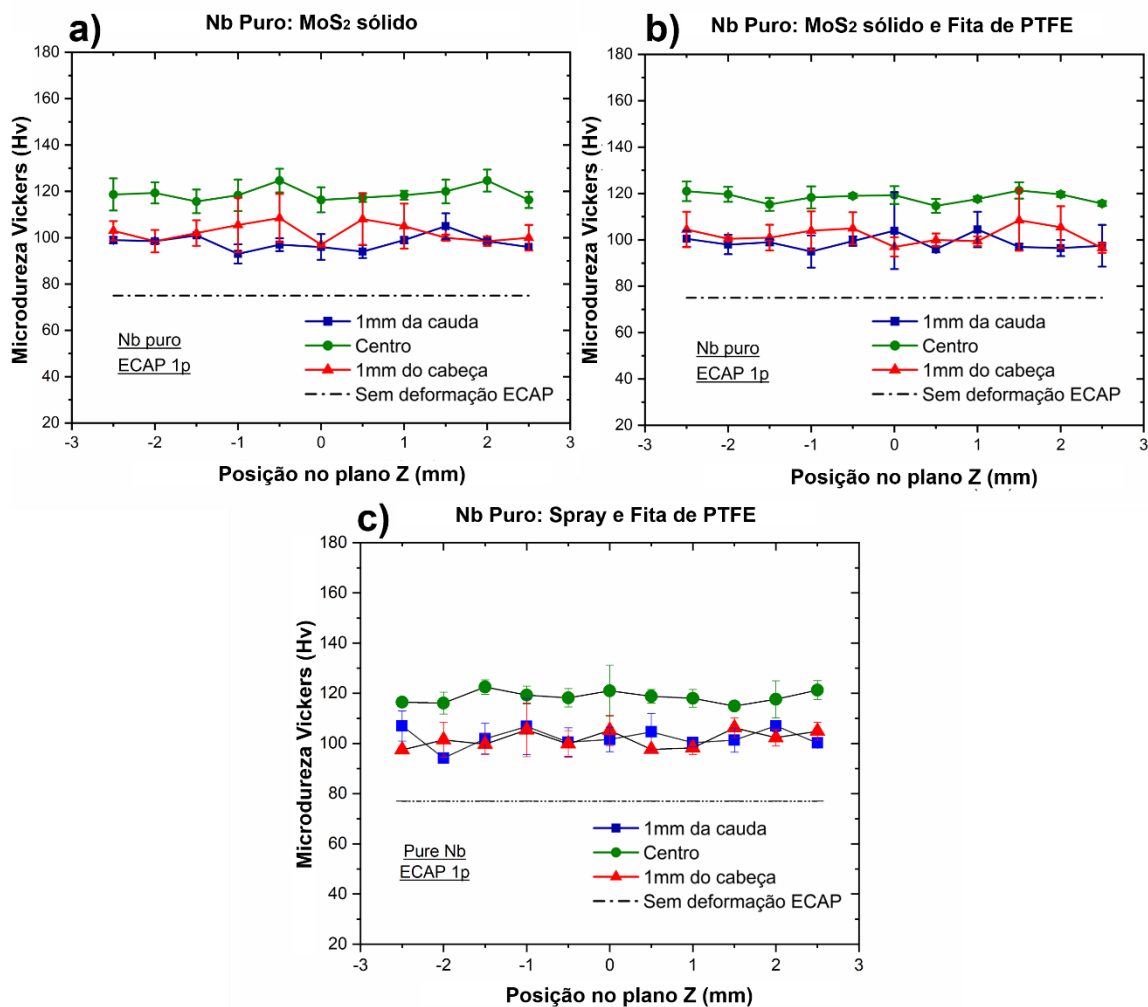


Figura 26. Análise da homogeneidade de deformação por região em 1 passe na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ nas condições: (a) MS, (b) MSF-PTFE e (c) SF-PTFE.

É perceptível que os tipos de lubrificantes interferem nos padrões de deformação. Pontos isolados de baixa e alta dureza indicam regiões preferencias de deformação em cada uma das 3 condições. Porém, é importante ressaltar que, de modo geral, não houve variação significativa em torno de cada uma das condições.

5.1.11. Seleção do lubrificante

Dos quatro sistemas de lubrificação testados, o spray e fita de de PTFE foi o que mais se destacou por apresentar uma superfície com melhor acabamento, sem risco, e com maior facilidade de extração do canal da matriz, parâmetro importante na otimização do processo ECAP. Além disso, o sistema SF-PTFE apresentou uma maior altura restante após 1 passe e produziu facilidade de processamento (menores solicitações de carga),

aliado ao baixo custo, ao comparar com lubrificantes como MoS_2 em graxa e MoS_2 em graxa com fita de PTFE. Os parâmetros apresentados justificaram a escolha deste lubrificante que foi adotado nos demais experimentos.

5.1.12. Magnitude das cargas de deformação na matriz com $\Psi = 0^\circ$

A determinação da carga máxima de prensagem ECAP é importante, do ponto de vista dos projetos de matrizes, para a avaliação da qualidade dos corpos de prova deformados, de sua associação com a distribuição de deformação, e da vida útil da matriz ECAP.

A Tabela 6 inclui a carga máxima ($C_{\text{máx}}$) registrada na prensa hidráulica no processamento com 1, 2, 4, 6 e 8 passes. Os valores correspondem as $C_{\text{máx}}$ individuais, em triplicata em cada um dos passes, e a média dos resultados individuais, acompanhados do respectivo erro padrão. As médias destes valores são apresentadas com erro no limite de confiança de 95%. Aqui, vale salientar que a $C_{\text{máx}}$ é uma estimativa da severidade do processamento [142] e sensível ao número de passes ECAP e a Temperatura de processamento (T_p). Nesse caso, a T_p é invariável nesses experimentos e não interfere na $C_{\text{máx}}$.

Tabela 6. Cargas máximas de deformação em cada um dos passes na ZDP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$.

Número de Passes	Carga CP1 (kN)	Carga CP2 (kN)	Carga CP3 (kN)	Média $\pm \bar{X}$
1	30	31	30	30,3 $\pm$ 0,3
2	33	33	33	33,0 $\pm$ 0,0
4	35	36	37	36,0 $\pm$ 0,5
6	38	36	36	38,7 $\pm$ 1,0
8	39	38	37	38,0 $\pm$ 0,5

Na Tabela 6, é observado que a carga máxima tende a aumentar com o aumento do número de passagens ECAP. Na análise estatística dos grupos, percebe-se que há diferença significativa entre os pares: 1º e 2º passe e o 2º e 4º passe, entre o 6º e 8º passe é possível notar, pelo erro padrão, que não houve alteração ao comparar a carga máxima. A $C_{\text{máx}}$ das 24 análises foi de ~39 toneladas em 8 passes.

5.1.13. Magnitude das cargas de deformação na matriz com $\Psi = 32^\circ$

A Tabela 7 mostra a carga máxima de processamento ECAP do Nb em 1, 2, 4, 6 e 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$.

Tabela 7. Cargas máxima de deformação em cada um dos passes na ZDP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$.

Número de Passes	Carga CP1 (kN)	Carga CP2 (kN)	Carga CP3 (kN)	Média $\pm \bar{X}$
1	29	28	29	$28,7 \pm 0,6$
2	29	31	29	$29,7 \pm 1$
4	32	32	31	$31,7 \pm 0,6$
6	32	31	31	$31,3 \pm 0,6$
8	33	32	32	$32,3 \pm 0,6$

As cargas máximas apresentaram uma leve tendência ao aumento, mas uma variação significativa somente ocorreu entre o 2º e 4º passes. A $C_{\text{máx}}$ das 24 análises foi de ~33 toneladas em 8 passagens, 15% a menos que a configuração de ZDP com $\Psi = 0^\circ$.

Quando se analisa as Tabelas 6 e 7, verifica-se que há uma variação significativa dos valores de carga máxima entre todos os grupos analisados, entre os 1º, 2º, 4º, 6º e 8º passes em ambas ZDP. Para a condição de ZDP com canto reto ($\Psi = 0^\circ$), as cargas máximas identificadas foram significativamente maiores em todos os passes analisados, ao comparar com a matriz de canto arredondado ($\Psi = 32^\circ$). Nesse sentido, quanto maior Ψ , menor a força de compressão, sendo as diferenças da ordem de 6 a 20%.

Durante a aplicação da carga, percebeu-se que após atingir o valor da $C_{\text{máx}}$, nos instantes iniciais, houve uma redução significativa nos valores registrados na prensa. Esse relato já foi identificado na literatura, quando Comanece *et al.* [120], através da modelagem física e numérica, perceberam que a carga máxima é devido à deformação na cabeça do corpo de prova, no Estágio I, quando a região toca pela primeira vez a parede inferior do canal da matriz no canto externo e termina quando a cabeça da peça dobra sobre a ZDP fazendo com que haja a redução da carga máxima.

Na literatura [120], há relatos de experimentos que analisaram a ZDP e as cargas máximas de deformação, e a mesma conclusão dos resultados experimentais foram percebidos, ou seja, quanto maior o ângulo de curvatura Ψ utilizado na ZDP, menos forças de prensagem ECAP são requeridas. Os autores apontaram que esse benefício tecnológico

é compensado pela redução da homogeneidade da deformação, mas essa análise para o Nb será abordada na seção oportuna.

Horita *et al.* [143] concluíram que as medidas da carga durante o ECAP, em particular a carga máxima, se elevaram com o aumento do número de passes, e perceberam que houve uma relação entre a carga máxima de processamento e a resistência do corpo de prova na condição lubrificada. Assim, a carga máxima aumentou com a severidade do processamento, pois a severidade determina a tensão suportada pelo corpo de prova e, portanto, a microestrutura formada [142]. Dessa forma, se a severidade do processamento determina a microestrutura, da mesma forma determinará em grande parte as propriedades mecânicas dos materiais processados por ECAP.

5.2. ANÁLISE DA HOMOGENEIDADE MICROESTRUTURAL

Nesta seção serão apresentados, inicialmente, os resultados das caracterizações microestruturais por microscopia óptica para o nióbio no estado homogeneizado e, em seguida, a análise de homogeneidade microestrutural do Nb deformado em 1, 2, 4, 6 e 8 passagens por microscopia eletrônica de varredura, as quais se referem à deformação em matriz ECAP com ângulo de canal $\Phi = 90^\circ$ empregando dois ângulos de curvatura $\Psi = 0^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$.

5.2.1. Microestura do Nióbio no estado bruto e homogeneizado

Na Figura 27 é mostrada a micrografia do Nb homogeneizado e sem deformação, através de microscopia óptica.

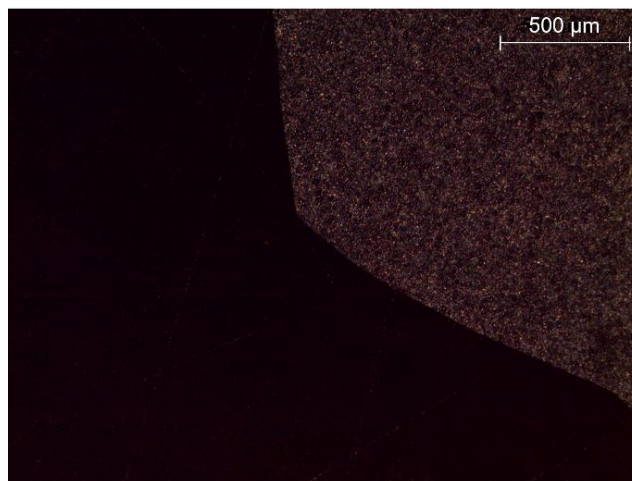


Figura 27. Micrografia do Nb homogeneizado.

É possível perceber a partir da Figura 27 que a microestrutura é constituída de grãos grosseiros com contornos de grãos visíveis a nível macroscópico, após o tratamento de homogeneização.

5.2.2. Microestrutura do Nióbio deformado com $\Psi = 0^\circ$

Nessa seção são apresentados os resultados da microestrutura do Nb deformado em matriz ECAP com $\Phi=90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ na zona de deformação plástica (ZDP). A discussão foi realizada no plano Z e considerou a existência de três regiões nos corpos de prova deformados por ECAP: cabeça, centro e cauda.

5.2.2.1. Deformação com 1 passe

A Figura 28 mostra a microestrutura na RPA do centro do corpo de prova deformado com 1 passe na matriz ECAP com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$, que corresponde a uma deformação de $\sim 1,15$.

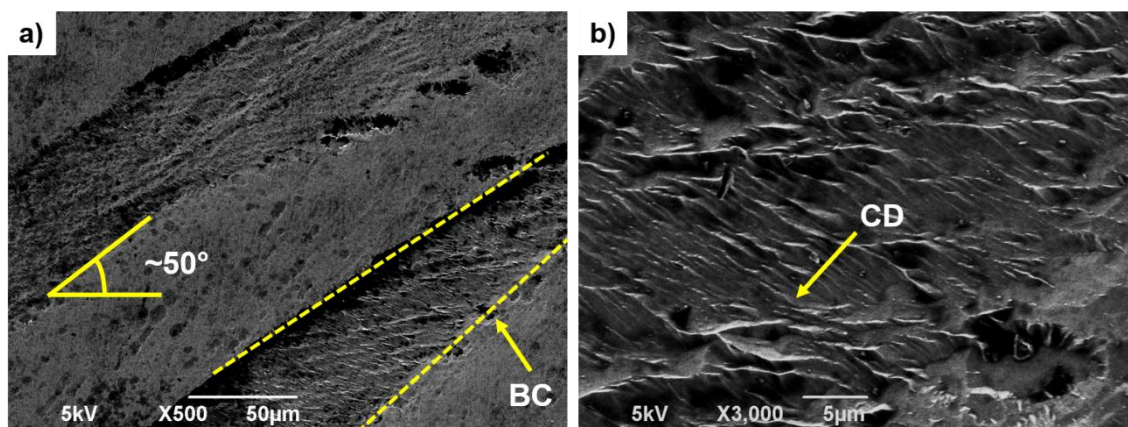


Figura 28. Micrografia na região preferencial do centro do corpo de prova deformado com 1 passe na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.

A deformação cisalhante, após o primeiro passe, fragmentou o grão grosseiro do Nb homogeneizado em uma estrutura bandeada com aspecto alongado e comprimento em torno de 1,5 mm, com prevalência na região do centro, como observado na Figura 28, e identificadas nas três regiões do corpo de prova. O conjunto destas bandas ocupa frações de área de aproximadamente 50% da área total e correspondem a bandas grosseiras com largura que variam de 75 a 140 μm .

Grande parte das bandas se encontram alinhadas e paralelas à direção de cisalhamento simples a 40° a 55° e foram identificadas no centro e cabeça do corpo de prova no plano Z. Em outros pontos do mapeamento, em particular no centro e cauda, foram encontradas regiões com bandas grosseiras com uma maior inclinação que as identificadas no centro, com cerca de 50° a 55° . Esse ângulo é definido a partir da inclinação de contorno da banda e a direção de extrusão, e pode ser observada na Figura 28(a).

A orientação preferencial (40° a 55°) dessas estruturas é atribuída ao plano de deformação de cisalhamento (PDC) contido na zona de deformação plástica (ZDP), que tende alinhar paralelamente ao sistema de planos de deslizamento mais favoravelmente orientado durante o processamento ECAP [144, 145]. O plano de cisalhamento teórico situa-se a 45° em relação à direção Z na interseção das duas partes do canal da matriz ECAP, onde as bandas formadas se alinham paralelamente aos sistemas de planos de deslizamentos de modo que fiquem paralelo ao plano de cisalhamento simples. Outras investigações relataram a preferência de grãos e bandas em se alongarem nesse sistema de deslizamento [57, 144].

Uma menor fração de bandas apresentou um contorno de baixo ângulo e pôde ser observada nas bordas laterais direita e esquerda da cabeça, além do centro e cauda dos corpos de prova. Essas estruturas de baixo ângulo foram identificadas em outras investigações, e podem estar associadas aos efeitos de atrito entre o material prensado e a matriz [146, 147].

A maior deformação efetiva em uma matriz com ângulo de $\Psi = 0$ é localizada ao longo do plano de intersecção dos canais, indicando que a maior parte da deformação plástica ocorre nesse plano e é menor nos cantos externos e internos do que na área central. A área central é mais ampla e, conseqüentemente, a deformação plástica total permanece quase uniforme ao longo da largura do tarugo [148].

Quanto aos tipos de bandas encontradas na microestrutura em 1 passe, pode-se considerar a existência de bandas de cisalhamento nas regiões da cabeça, centro e cauda, como aquelas observadas na RPA do centro, apresentada na Figura 28, além de bandas de deformação e transição identificadas no centro e na faixa inferior da cabeça dos corpos de prova. Esta interpretação é confirmada pela comparação das micrografias de investigações anteriores [106, 149-152].

A formação de bandas de cisalhamento ocorreu devido ao forte deslocamento e rotação dos conglomerados de grãos [153]. Seu aparecimento está associado a metais severamente deformados, baixas temperaturas de deformação e grãos grosseiros. Esse estado de deformação e heterogeneidade, apresentada em 1 passe, é comum em metais puros como o nióbio e o tântalo [154, 155]. Hatherly e Malin [156] destacaram que a natureza das bandas formadas durante a deformação são influenciadas por diversos fatores como: métodos de deformação, magnitude da deformação, temperatura de processamento, as características dos materiais e o tamanho do grão.

Por se tratar das bandas originárias, sem a definição de rota de processamento, estas bandas também são chamadas de bandas de cisalhamento primário, pois atuam como mecanismo originário do refinamento subsequente, através do aumento da tensão acumulativa.

Uma vez que as bandas de cisalhamento primário são geradas, as deformações plásticas tendem a se concentrar dentro das bandas de cisalhamento, sendo então formado um segundo padrão de orientação devido à rotação local do cristal dentro das bandas de cisalhamento, as quais são chamadas de células de deformação (CD), indicada na Figura 29(b), que se formam no plano de deslizamento mais altamente tensionado ou próximo a ele [106, 157].

A partir da ampliação no interior da banda de cisalhamento identificada na RPA da cabeça do corpo de prova, é possível verificar com detalhes a estrutura contida dentro das bandas de cisalhamento, Figura 29(a), constituída por células de deformação alongadas no interior das bandas após 1 passe de ECAP. Na Figura 29, é observado que as células apresentam uma direção de fluxo que independe da direção das bandas na microestrutura, esse padrão de fluxo interno é relatado na literatura [17].

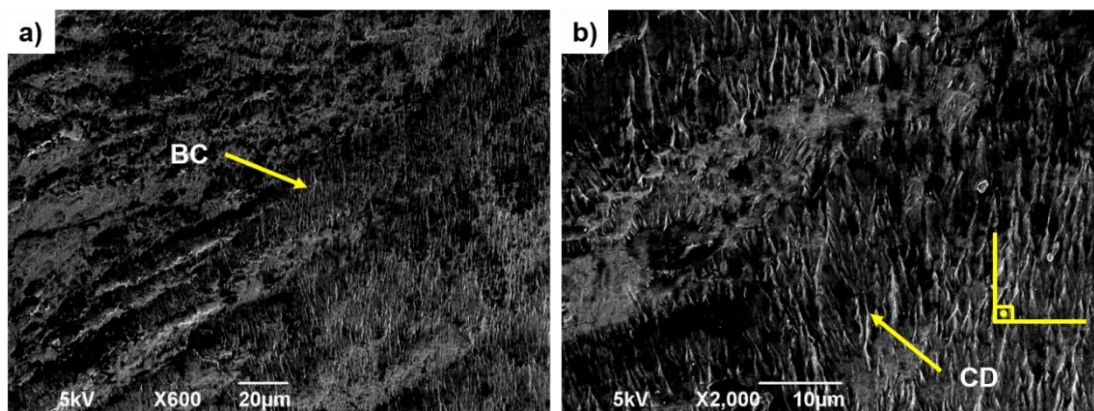


Figura 29. Micrografia do RPA da cabeça do corpo de prova deformado com 1 passe na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.

Na análise do mapeamento total do Nb deformado em 1 passe, em toda a seção Z, a microestrutura não apresentou homogeneidade nas regiões da cabeça, centro e cauda, embora essa condição aponte para uma estrutura mais definida na região central, diferentemente das bordas (cabeça e cauda). No centro, há formação de bandas grosseiras de alto ângulo (55°) do tipo cisalhante e de transição, em praticamente toda a região.

Nas regiões da cabeça e cauda se percebem zonas isentas de deformação cisalhante, sendo mais pronunciado na região da cauda. As linhas de fluxos das bandas na faixa superior direita da cauda do corpo de prova são curvas, Figura 30, assim como parte das linhas de fluxos cisalhantes da cauda. Essas bandas curvas indicam que a deformação não é uniforme e que o grau de deformação nesta área também é menor do que as outras regiões deformadas.

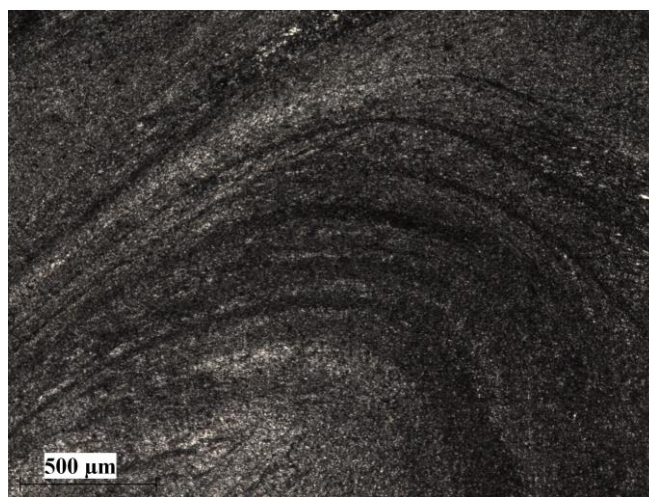


Figura 30. Micrografia na faixa superior direita da cauda do corpo de prova deformado com 1 passe na matriz de ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$.

Dessa forma, é fraco o espalhamento azimutal, ou seja, as bandas se concentram no centro do corpo de prova e são pouco dispersas nas bordas indicando uma microestrutura heterogênea, condição suscetível a metais de grãos grosseiros [106] que no caso dessa tese, é devidamente justificado pelo material utilizado – nióbio.

A não homogeneidade observada na faixa superior e inferior da cauda do corpo de prova foi atribuída ao desenvolvimento de uma zona de cisalhamento durante o ECAP. Na prática, o uso de uma matriz ECAP com um arco de curvatura maior que zero ($\Psi = 0^\circ$), leva à ocorrência de uma *zona morta* no canto externo, quando o corpo de prova não está mais em contato com a parede da matriz.

Na cauda, há a formação de bandas de cisalhamento primário. Também se observa uma pequena porção de $\sim 1,9$ mm do mapeamento isenta de regiões bandeadas, que percorre em praticamente toda a faixa inferior e parte da faixa superior na região da cauda.

5.2.2.2. Deformação com 2 passes

A Figura 31 mostra a microestrutura na RPA do centro do corpo de prova deformado com 2 passes em matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$, que corresponde a uma deformação de $\sim 2,3$.

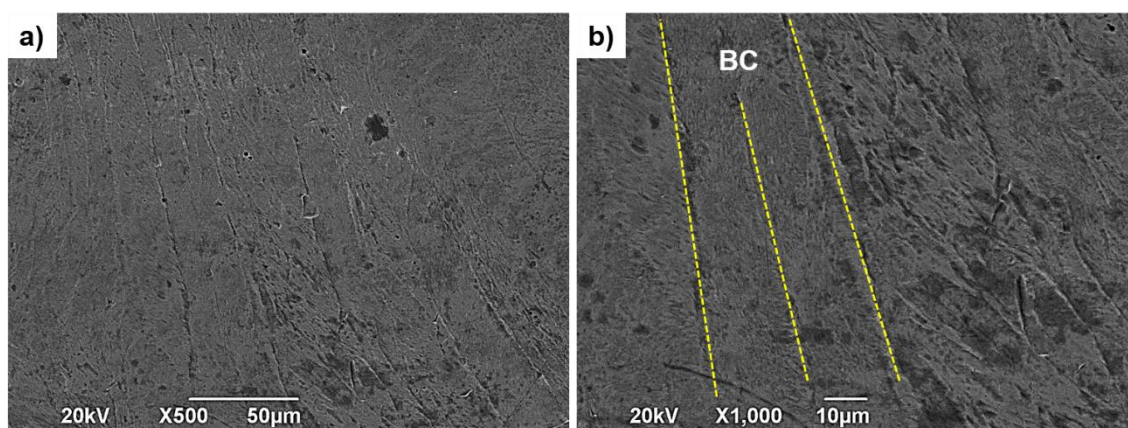


Figura 31. Micrografia na RPA do centro do corpo de prova deformado com 2 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque a natureza das bandas identificadas.

A microestrutura deformada com 2 passes, Figura 31, apresentou bandas grosseiras e médias com largura que variam de 25 - 130 μm . Em comparação com 1 passe, houve a redução dos limites inferior e superior do intervalo de larguras de bandas, ou seja, há uma maior dispersão dos resultados obtidos. A porção de bandas grossas reduziu e houve formação de um bandejamento mais fino, se caracterizando como uma estrutura bimodal com frações de área que ocupam aproximadamente 80% da área total. Nesse caso, ambas as regiões estão situadas em um intervalo de alto ângulo de aproximadamente 40° a 60° em relação a DE.

O aumento do número de passes reduziu a largura das bandas de cisalhamento. Essa análise foi possível através do intervalo obtido das larguras das bandas, uma vez que o limite superior de intervalos de bandas reduziu, indicando que a distância entre as fronteiras das bandas é menor.

No processamento ECAP do passe 1 para o passe 2, ocorre a rotação de 90° no corpo de prova, e a microestrutura apresenta um aumento da fração de bandas de

transição, cisalhamento e deformação. Além da estrutura desenvolvida em 1 passe, novas bandas foram formadas em 2 passes, as quais atuaram de duas formas na microestrutura: 1) no preenchimento das zonas de fraco cisalhamento e 2) na sobreposição em bandas de cisalhamento primário. O mecanismo 2) foi o mais evidente na microestrutura, Figura 32, pois a região de bandejamento primário é mais prevalente que zonas mortas de fraco cisalhamento. Na Figura 32, na região do centro, foi possível visualizar novas bandas de cisalhamento sobrepostas às bandas de cisalhamento primário, característica não identificada em 1 passe.

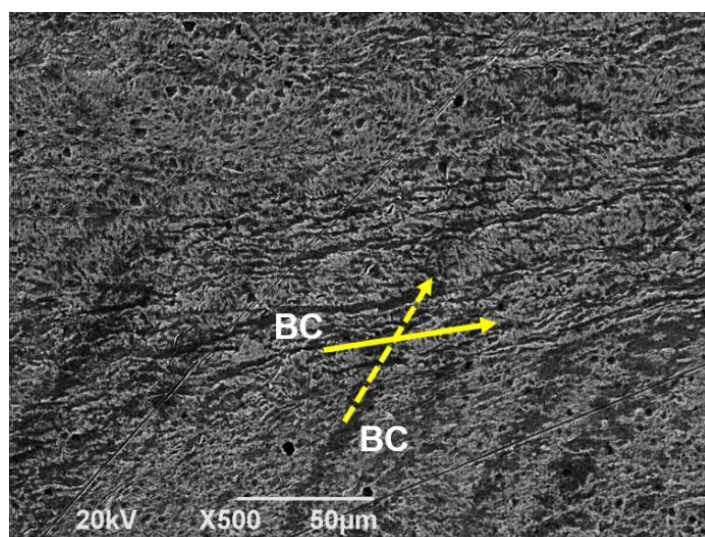


Figura 32. Micrografia na região do centro do corpo de prova deformado com 2 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque, a natureza das bandas identificadas.

As bandas de cisalhamento primário se propagaram e novas bandas se alargaram e deram origem a uma densa rede de bandas de cisalhamento. A justificativa dessas observações é devida às bandas permitirem uma maior acomodação e cruzamento de discordâncias na parte interna da estrutura bandeada primária formada no primeiro passe, fenômeno que é devido à geração de discordâncias e recombinação que ocorre durante o processamento na rota B_C [63].

A microestrutura se tornou uma densa rede de bandas mais complexas de alto e baixo ângulo, com larguras distintas e cruzamentos entre bandas primárias. Na região da cabeça do corpo de prova, as bandas apresentaram contorno de alto ângulo e diferentes direções em relação a DE. Na região do centro, as bandas originadas com 1 passe foram interceptadas por um novo conjunto de bandas cisalhantes, derivadas do aumento da tensão efetiva, o que dessa forma, se supõe que as bandas cisalhantes primárias

começaram a ser fragmentadas sugerindo o refinamento destas. Por último, na região da cauda não se observou o cruzamento de bandas e ainda se percebeu zonas de baixo cisalhamento de característica heterogênea em torno de 1,3 mm.

O espalhamento azimutal se tornou mais pronunciado, ou seja, houve maior dispersão nas regiões do centro, cabeça e cauda. As regiões da cabeça e centro apresentaram uma estrutura totalmente preenchida de regiões bandeadas, diferentemente da região da cauda, que apresentou significativas zonas sem deformação ainda decorrentes das consequências da formação da zona morta, ou seja, a deformação equivalente $\sim 2,31$ não foi suficiente para garantir que a cabeça, centro e cauda do corpo de prova apresentasse uma microestrutura completamente deformada.

5.2.2.3. Deformação com 4 passes

A Figura 33 mostra a microestrutura na RPA no centro do corpo de prova deformado com 4 passes em matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ que corresponde a uma deformação de $\sim 4,6$.

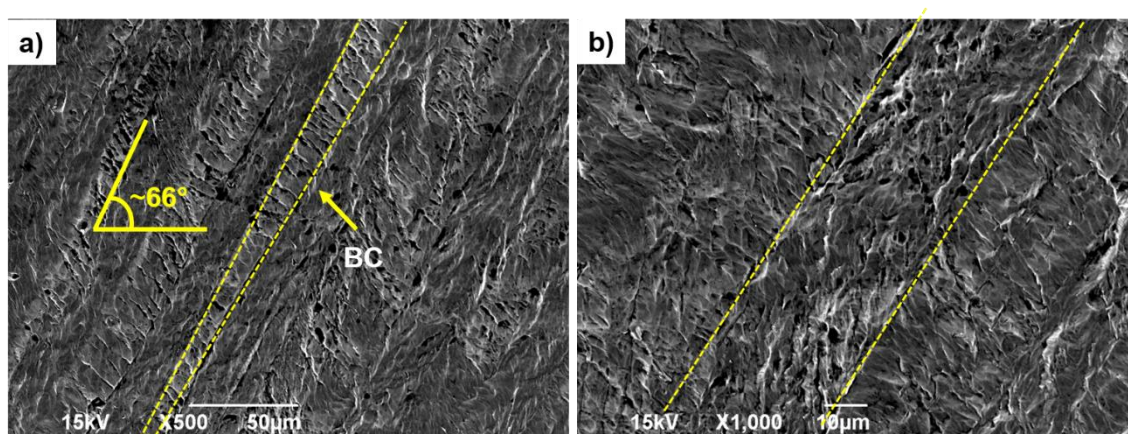


Figura 33. Micrografia na RPA no centro do corpo de prova deformado com 4 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.

A deformação com 4 passes, Figura 33, apresentou uma estrutura bimodal constituída de regiões de bandas grosseiras e regiões de bandas médias e finas. As bandas identificadas apresentaram larguras que variam de 5-125 μm , e a contínua redução do limite superior e inferior desse intervalo, leva a hipótese de que as bandas grosseiras se fragmentaram em bandas médias e finas, diminuindo a visualização de bandas grossas.

As frações de áreas bandeadas no mapeamento equivalem a aproximadamente 95% da área total.

A densidade das bandas de cisalhamento é maior se comparadas àquelas do processamento com 1 e 2 passes, o que é decorrente de uma recombinação entre as discordâncias produzidas e absorvidas [63]. As discordâncias introduzidas no terceiro e quarto passes interagem com os três conjuntos de discordâncias previamente armazenadas, e a acomodação no emaranhado de bandas torna a recombinação mais difícil [63]. Dessa forma, a microestrutura foi caracterizada por bandas alongadas com uma anisotropia muito menor em comparação com o corpo de prova deformado com 2 passes.

Ainda nessa condição, foi observado uma microestrutura essencialmente formada por bandas cisalhantes mais complexas – alto e baixo ângulo, larguras distintas e cruzamentos entre bandas primárias – e mais fina, onde o limite inferior do intervalo da largura das bandas, que indica as bandas mais finas, continuou decrescente. Além disso, somente em 4 passes, foi possível visualizar na microestrutura, a presença de bandas de deformação e transição que interceptaram as bandas de cisalhamento com ângulo em torno de 55° em relação a DE.

No mapeamento total, a região da cabeça do corpo de prova se caracteriza por um emaranhado de bandas de cisalhamento médias e finas com direções aleatórias de médio e alto ângulo de 35° a 70° . Na região do centro, as bandas totais grosseiras começam a dar lugar às bandas finas com direções mais definidas, preferencialmente às componentes de extrusão, embora ainda haja regiões com direcionamentos aleatórios. Na cauda, há uma formação de bandas de cisalhamento primário e se observa uma pequena porção de $\sim 0,7$ mm do mapeamento, isenta de regiões bandeadas.

O espalhamento azimutal é mais evidente que nas prensagens anteriores e as regiões da cabeça e centro apresentaram uma tendência ao emparelhamento no que se refere a natureza de bandas e direções, diferentemente da região da cauda que ainda apresenta uma microestrutura anisotrópica. Dessa forma, uma deformação equivalente de $\sim 4,62$ não é suficiente para garantir uma microestrutura homogênea.

5.2.2.4. Deformação com 6 passes

A Figura 34 mostra a microestrutura na região do centro do corpo de prova deformado com 6 passes em matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$, que corresponde a uma deformação de $\sim 6,93$.

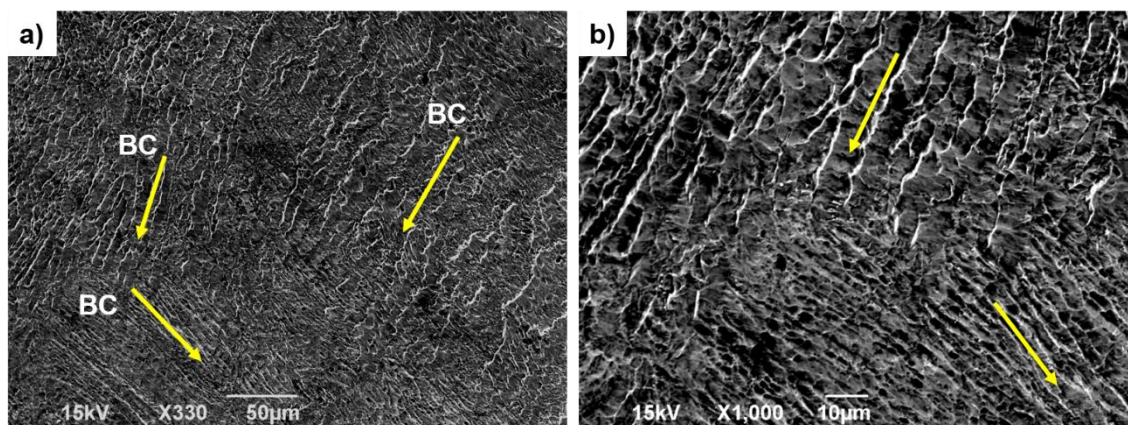


Figura 34. Micrografia na região do centro do corpo de prova deformado com 6 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque, o a direção do fluxo e natureza das bandas identificadas.

A microestrutura do corpo de prova com 6 passes apresentou regiões bandeadas mais alongadas em comparação com as deformações de 2 e 4 passes. Além disso as bandas apresentam contornos de alto ângulo entre 40° e 60° , contidos na direção do PDC.

A região do centro do corpo de prova apresentou um baixo nível de anisotropia e as bandas são, na maior parte, refinadas. As bandas grosseiras que caracterizaram a microestrutura em 1 e 2 passes, e que ainda estiveram presentes em 4 passes, não foram mais identificadas nas amostras deformadas em 6 passes, por isso que, a partir dessa condição, não é mais possível estimar a largura transversal das bandas.

No mapeamento total em 6 passes, a microestrutura foi isenta de bandas grosseiras de cisalhamento, bandas de transição e deformação. Na cabeça e centro, a microestrutura se caracterizou por bandas finas cisalhantes, formadas pelo cruzamento e fragmentação das bandas dos 5 passes anteriores. Nesse sentido, se estabelece na literatura, que materiais com bandejamento mais fino tendem a apresentar uma estrutura de deformação mais homogênea [106].

O fluxo do bandejamento mais fino é em torno de $40\text{-}50^\circ$ em relação a DE, principalmente na cabeça e cauda, regiões de maior homogeneidade microestrutural. Outra parcela do fluxo não apresenta padrão de direcionamento, essa condição é

visualizada principalmente na cauda, em que os fluxos de bandas finas são aleatórios. Em relação às aquelas bandas que se concentravam na superfície em torno de 10° - 15° , associadas ao atrito, não foram mais identificadas nessa condição.

5.2.2.5. Deformação com 8 passes

A Figura 35 mostra a microestrutura na RPA no centro do corpo de prova deformado com 8 passes em matriz com $\Phi = 90^{\circ}$ e $\Psi = 0^{\circ}$, que corresponde a uma deformação de $\sim 9,24$.

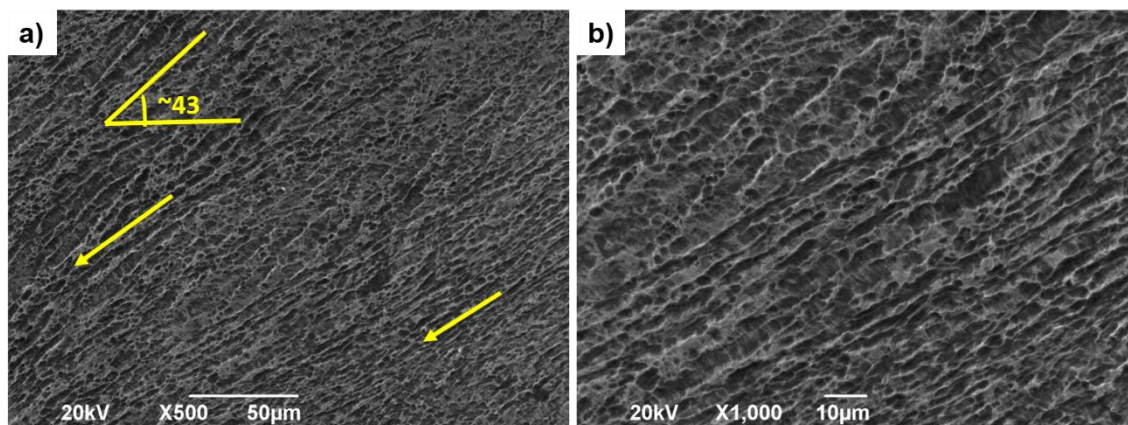


Figura 35. Micrografia na RPA no centro do corpo de prova deformado com 8 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^{\circ}$ e $\Psi = 0^{\circ}$. Em destaque, o fluxo e ângulo de contorno das bandas em relação a DE.

Na Figura 35(a), é visto que a direção do fluxo das regiões bandeadas se desenvolveu para um padrão único, e se concentrou em bandas de cisalhamento finas de alto ângulo (45°) em relação a DE. Na cabeça e centro, esse padrão de fluxo foi bem definido, diferentemente da cauda, que apresentou fluxo aleatório. Percebe-se que esse padrão de fluxo em torno da direção da DE, é um padrão final de deformação ao se aumentar o número de passes no processo ECAP.

Em 8 passes a microestrutura se caracterizou pela presença acentuada de bandas de cisalhamento finas e a microestrutura se mostrou isenta de bandas grosseiras e *zonas mortas* em todas as regiões analisadas no mapeamento - cabeça, centro e cauda - sendo que as deformações cisalhantes na microestrutura cobriram 100% das áreas analisadas. Em outras áreas fora da RPA, a microestrutura se mostrou ainda mais refinada, indicando a presença de microbandas (MB), como observado na Figura 36.

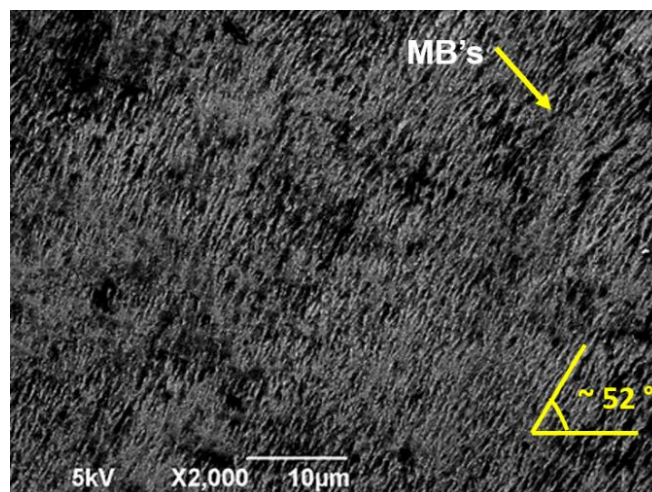


Figura 36. Micrografia de uma região fora da RPA no centro corpo de prova deformado com 8 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.

Por meio dessa análise é possível inferir que uma deformação equivalente de $\sim 9,24$ foi suficiente para garantir a formação de uma microestrutura homogênea.

5.2.3. Microestrutura do Nióbio deformado em $\Psi = 32^\circ$

Nesta seção, serão apresentados os resultados da microestrutura do Nb deformado com uma ZDP em matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. A discussão foi realizada no plano Z e considerou a existência de três regiões nos corpos de prova deformados por ECAP: cabeça, centro e cauda, análoga à discussão anterior.

5.2.3.1. Deformação com 1 passe

A Figura 37 mostra a microestrutura na RPA no centro do corpo de prova deformado com 1 passe em matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$, que corresponde a uma deformação verdadeira de ~ 1 .

No corpo de prova deformado com 1 passe, as bandas grosseiras de cisalhamento primário podem ser claramente reconhecidas, conforme apresentado na Figura 37. Essas bandas foram mais prevalentes nas proximidades do centro e na cabeça do corpo de prova ocupando uma fração de área estimada de $\sim 60\%$, as quais apresentaram larguras que variam de $\sim 60\mu\text{m}$ a $120\mu\text{m}$.

Assim como na matriz com $\Psi = 0^\circ$, duas direções de bandas de cisalhamento foram reconhecidas: uma orientada como contorno de alto ângulo (40° a 50°) e outra de baixo ângulo (10° a 15°) em relação ao eixo da amostra, sendo esta última localizada na região da cauda.

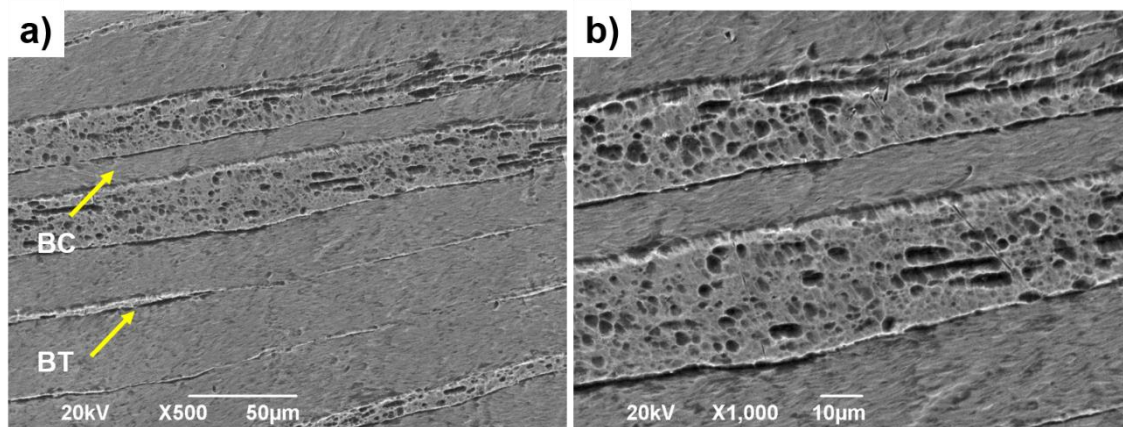


Figura 37. Micrografia na RPA no centro do corpo de prova deformado com 1 passe na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, a natureza das bandas identificadas.

A densidade das bandas de cisalhamento observada após processamento em matriz $\Psi = 32^\circ$ é maior, se comparadas àquela identificada na microestrutura das amostras processadas na matriz $\Psi = 0^\circ$. As bandas apresentam um fluxo aleatório de distribuição de deformação, sendo essa faixa, similar as amostras processadas com 1 passe com matriz de $\Psi = 0^\circ$. Nas três regiões analisadas, foram identificadas bandas grosseiras e a natureza das bandas identificadas são do tipo: transição, cisalhante e deformação.

No mapeamento total, a microestrutura apresentou alto grau de heterogeneidade microestrutural na cabeça e na cauda, diferentemente da região do centro que apresentou uma boa distribuição de deformação cisalhante, enquanto à extremidade inferior e superior apresentaram alta heterogeneidade. A região da cauda apresentou baixa homogeneidade se comparada às regiões da cabeça e centro, sendo que naquela região, há uma porção em torno de 2,1 mm da amostra que não apresentou nenhum tipo de banda.

A microestrutura, nessa condição, apresentou uma maior distribuição das regiões bandeadas, onde as bandas cisalhantes apresentam acentuado espalhamento azimuthal, ou seja, as deformações são dispersas na cabeça, centro e cauda.

5.2.3.2. Deformação com 2 passes

A Figura 38 mostra a microestrutura na RPA no centro do corpo de prova deformado com 2 passes em matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$, que corresponde a uma deformação verdadeira de ~ 2 .

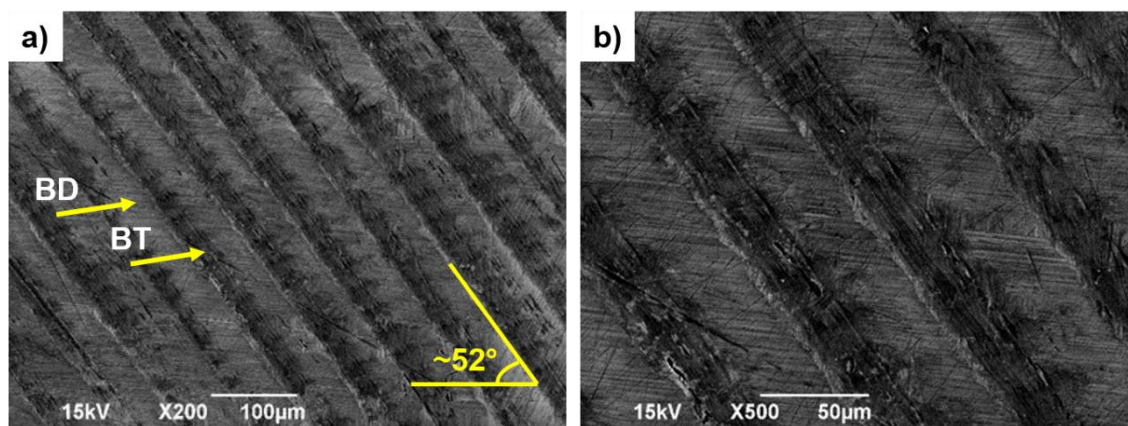


Figura 38. Micrografia na RPA no centro do corpo de prova deformado com 2 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.

Nas Figuras 38(a) e (b) são observadas bandas grosseiras e médias do tipo transição e deformação, registradas na região do centro do corpo de prova, as quais estão presentes nas três regiões de análise, embora com pouca representatividade na região da cauda. As regiões bandeadas ocupam uma fração estimada de $\sim 85\%$ do mapeamento da amostra e apresentaram larguras que variam de ~ 25 a $125 \mu\text{m}$.

Na microestrutura em 2 passes, foram mais predominantes as regiões de bandeamento grosseiro, que se interceptam em várias direções, não havendo um padrão quanto à orientação dessas bandas em relação a DE. Na prática, a natureza das bandas de cisalhamento em 2 passes foi a mesma daquela identificada na condição de 2 passes com matriz $\Psi = 0^\circ$ previamente discutida.

Nas Figuras 39 (a-b), são observadas bandas de deformação com ângulos em torno de 10 a 15° nas proximidades inferiores da cauda, além de uma rede de bandas de cisalhamento cruzadas e orientadas em um ângulo na faixa de 35 a 55° em relação ao DE. Ainda na região da cauda, foram identificadas áreas isentas de zonas cisalhantes que correspondem a uma porção em torno de $1,5 \text{ mm}$.

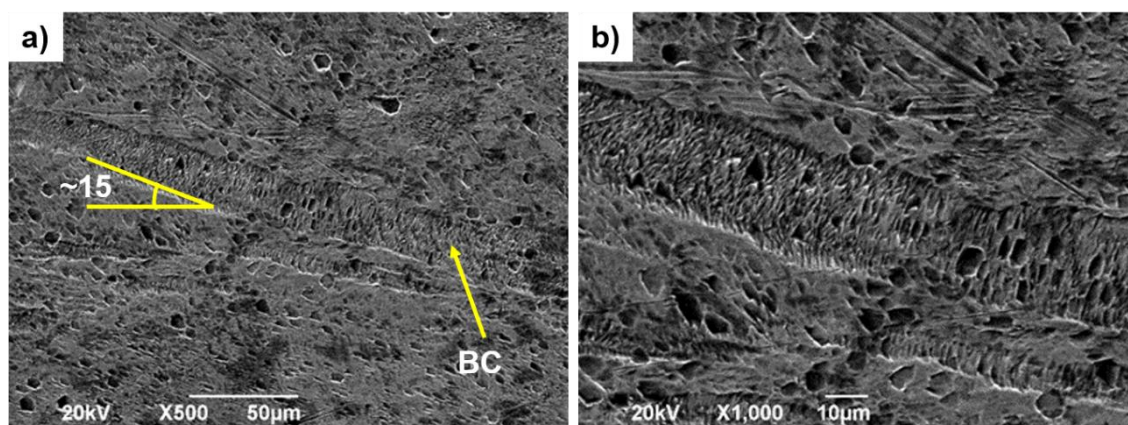


Figura 39. Micrografia da região da faixa inferior da cauda do corpo de prova deformado com 2 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.

Segundo a literatura, as bandas mais severas – aquelas que apresentam uma maior distância entre as fronteiras de contorno - emergem principalmente durante o primeiro passe, as quais são chamadas de bandas de cisalhamento primário, enquanto as regiões bandeadas são formadas nos passes subsequentes, sendo menos frequentes ou, até mesmo, podendo não existir devido à acomodação das discordâncias nas bandas de cisalhamento formadas na deformação ou processamento anterior, justificativa que foi adotada em outra investigação [146].

No mapeamento total, o grau de heterogeneidade diminuiu nas regiões da cabeça e cauda, e o centro apresentou uniformidade nas áreas bandeadas e cruzamento de bandas cisalhantes, formando áreas intensas de deformação.

5.2.3.3. Deformação com 4 passes

A Figura 40 mostra a microestrutura na RPA na cabeça do corpo de prova deformado com 4 passes em matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$, que corresponde a uma deformação verdadeira de ~ 4 .

Na análise da microestrutura foi observado o rompimento gradual das bandas de deformação através do cruzamento de novas bandas, no entanto, as bandas grosseiras e médias permanecem visíveis após 4 passes, Figura 40. A estrutura bandeada ficou mais fina que a do passe anterior e apresentou larguras que variaram de $\sim 3\mu\text{m}$ a $110\mu\text{m}$. Com o aumento da deformação, a estrutura ficou mais fina, embora existam áreas com bandeamento grosseiro. Na Figura 40 (a) foi possível diferenciar áreas com um

bandeamento mais fino e bandas médias. Estas áreas bandeadas ocupam uma fração estimada de ~90% do mapeamento total.

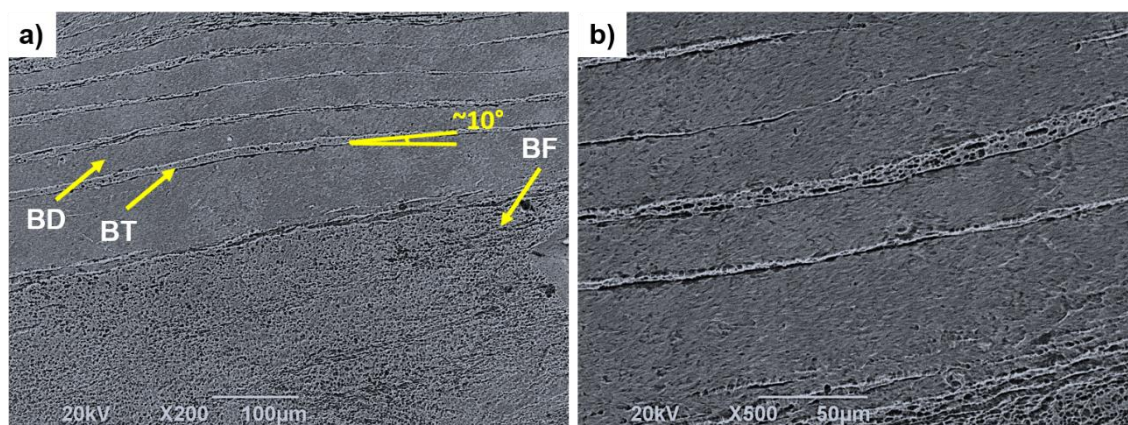


Figura 40. Micrografia na RPA na cabeça do corpo de prova deformado com 4 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, o ângulo de contorno das bandas em relação a DE e a natureza das bandas identificadas.

Para os dados experimentais referentes ao mapeamento total, em todas as regiões do corpo de prova, houve um aumento da fração de áreas bandeadas. Na região da cabeça, a heterogeneidade foi evidente, onde bandas grosseiras de cisalhamento se intercalaram entre regiões bandeadas finas. Nessa condição não houve um padrão definido de direção na qual as bandas estivessem alinhadas, e o intervalo de inclinação das bandas está entre 35° - 55° . Quanto a natureza das bandas, foram identificadas bandas de transição, cisalhamento e deformação.

No centro, não foi identificado bandas grosseiras cisalhantes, apenas o bandeamento mais fino, além disso, a região apresentou linhas de fluxo paralelas ao PDC e baixa heterogeneidade se comparado às bordas (cabeça e cauda). Na cauda, a heterogeneidade persistiu, e uma estrutura bimodal foi formada. Bandas grosseiras de cisalhamento dividem espaço com as áreas bandeadas finas que começaram a ser formadas com linhas de fluxo sem direcionamento. Ainda foi possível identificar nessa região uma área sem zona cisalhante na matriz em torno de 1,0 mm, que diminuiu ao longo dos 4 passes.

5.2.3.4. Deformação com 6 passes

A Figura 41 mostra a microestrutura na RPA no centro do corpo de prova deformado com 6 passes em matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$, que corresponde a uma deformação verdadeira de ~ 6.

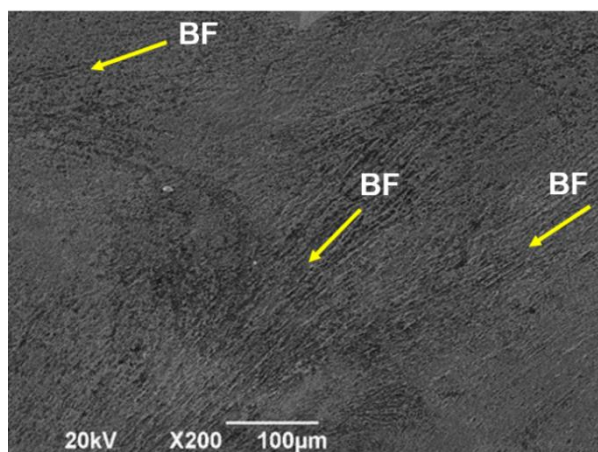


Figura 41. Micrografia na RPA no centro do corpo de prova deformado com 6 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, a direção de fluxo e natureza das bandas identificadas.

Na microestrutura, Figura 41, foram observadas as regiões de bandejamento mais fino na RPA no centro. Esse tipo de microestrutura foi predominante em duas regiões do corpo de prova: cabeça e centro, e em uma faixa estreita da região da cauda. Áreas de bandejamento mais grosso somente foram observadas na RPA da cauda, como mostrado na Figura 42, que se interceptaram entre a fração de bandejamento mais fino. A microestrutura é considerada bimodal e as regiões bandeadas ocupam uma fração estimada de $\sim 98\%$.

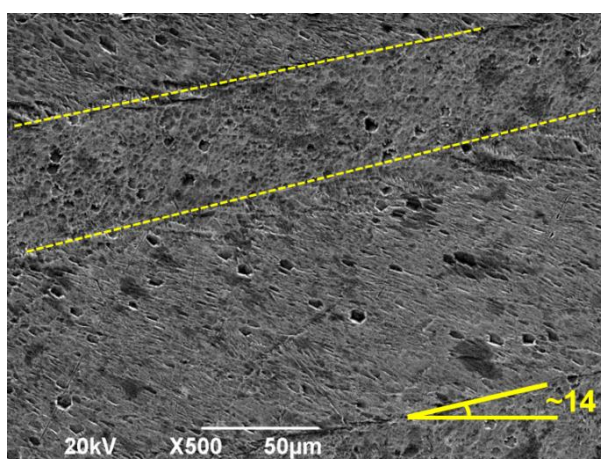


Figura 42. Micrografia na RPA na cauda do corpo de prova deformado com 6 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, uma banda de cisalhamento e o ângulo de contorno das bandas em relação a DE.

No mapeamento total persistiu o aumento da fração das áreas bandeadas. Na análise do mapeamento total, nas três regiões de análise, não há diferenças expressivas em relação a 4 passes. Na cabeça, as zonas bandeadas finas persistem e, no centro, houve

a consolidação de bandeamento mais fino com linhas de fluxos paralelas ao PDC. A cauda foi caracterizada pela presença única de áreas bandeadas finas, ou seja, as bandas grosseiras de cisalhamento se desintegraram ao longo dos dois últimos passes. As linhas de fluxo das bandas estão em sua maioria no intervalo de 35-55° e uma única região com inclinação em torno de 15° foi identificada no mapeamento, Figura 42. A *zona morta*, nessa condição, é de 0,3 mm, identificada na faixa inferior da cauda.

Também foi observado um rompimento gradual das bandas grosseiras de cisalhamento com o aumento da tensão, no entanto, as bandas permaneceram visíveis em 6 passes. As micrografias indicaram pequenas regiões que apresentaram bandas de cisalhamento com largura média em torno de $\sim 58 \mu\text{m}$. As bandas refinadas na microestrutura cobriram em torno de 98% das áreas analisadas, apresentando somente um conjunto de bandas na região da cauda. Em 6 passes, há acentuado espalhamento azimutal e nenhuma região preferencial se apresenta na microestrutura.

5.2.3.5. Deformação com 8 passes

A Figura 43 mostra a microestrutura do RPA no centro do corpo de prova deformado com 8 passes em matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$, que corresponde a uma deformação verdadeira de ~ 8 .

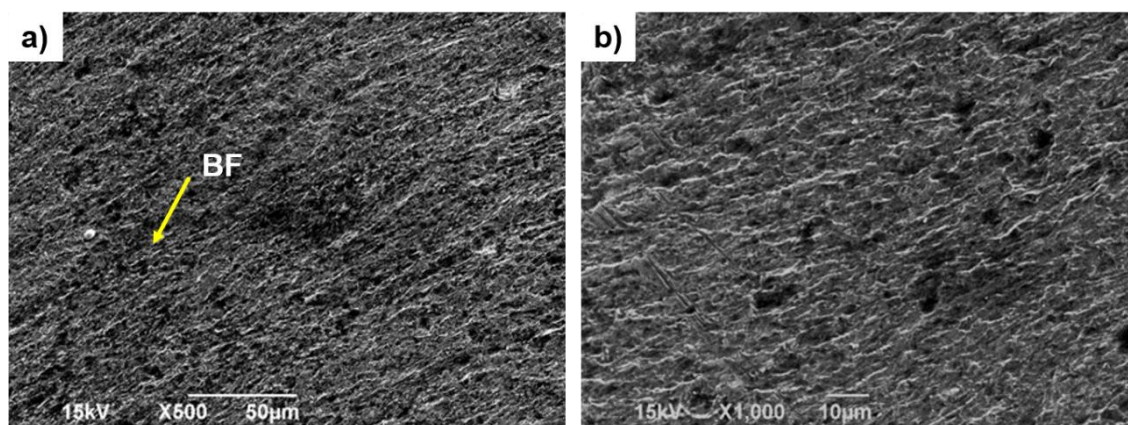


Figura 43. Micrografia do RPA no centro do corpo de prova deformado com 8 passes na matriz com ângulos $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Em destaque, a natureza das bandas identificadas.

O bandeamento mais refinado, identificado na região do centro, Figura 43, é representativo e predominante nas três regiões analisadas. As bandas de cisalhamento finas foram as únicas estruturas identificadas nas três regiões, e estima-se em $\sim 100\%$ a fração de regiões preenchidas com essas bandas no mapeamento total.

No mapeamento total em 8 passes, as regiões da cabeça, centro e cauda apresentaram um bandejamento mais refinado, isentas das bandas grosseiras cisalhantes identificadas até 6 passes. No que se refere ao fluxo de deformação das amostras analisadas, a cabeça e centro tem fluxo paralelo ao PDC. Na cauda, constata-se que os 8 passes na matriz com $\Psi = 32^\circ$, não foram suficientes para formar um único padrão de fluxo direcional.

5.2.4. Uma análise comparativa

Nesta seção será apresentada uma análise comparativa da homogeneidade microestrutural para as duas configurações de processamento ECAP ($\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 30^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$) em termos dos seguintes parâmetros: número de passes, largura das bandas, tamanho da *zona morta* e padrão de fluxo de deformação.

5.2.4.1. Relação entre o número de passes e a homogeneidade microestrutural

De acordo com os resultados apresentados para o nióbio, e independente da ZDP empregada nesse estudo, a deformação efetiva e acumulativa total é um fator importante na evolução da microestrutura em função do aumento do número de passes, entretanto, a partir do sexto passe não ocorreram mudanças significativas na microestrutura. Na prática, isso implica que a microestrutura do Nb deformado nas matrizes de $\Phi = 90^\circ$ e com $\Psi = 0^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$ até 6 passes, apresentou diversas variações ao longo do mapeamento total dos corpos de prova deformados, como padrão de fluxo cisalhante, tamanho e formato da *zona morta* e natureza e largura das bandas formadas.

No processamento ECAP nas matrizes com $\Psi = 0^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$, a formação de áreas de pouco ou nenhum cisalhamento foi diminuída, devido ao aumento das áreas bandeadas que são consequências do aumento da tensão interna. É importante ressaltar que na ZDP de $\Psi = 32^\circ$, há uma maior distribuição das áreas bandeadas, que resultaram em uma maior distribuição azimutal. Na região da cauda, essa lógica não foi atendida, uma vez que, as regiões de baixo cisalhamento – *zonas mortas* - persistiram com o aumento do número de passes em diferentes proporções, quando se relacionaram com a ZDP de $\Psi = 0^\circ$.

Ao longo do processamento ECAP as áreas bandeadas não são deformadas uniformemente, devido: (1) a diferença de orientação ao longo dos passes; (2) áreas que apresentam uma maior ou menor área bandeada; (3) zonas de baixo ou nenhum

cisalhamento. Para bandas com orientações desfavoráveis, ou seja, aquelas com direções oposta a PDC, são ativados sistemas de deslizamento com menor deslocamento [158]. Assim, as bandas grosseiras com orientações desfavoráveis são difíceis de serem subdivididas em uma estrutura mais refinada.

5.2.4.2. Relação entre largura das bandas e matriz

A Tabela 8 mostra a largura das bandas grosseiras identificadas nas microestruturas em função do número de passes e ângulos de curvatura (Ψ) da matriz ECAP, assim como são apresentadas as regiões do corpo de prova nas quais ocorreram a formação dessas bandas.

Tabela 8. Parâmetros microestruturais identificados ao longo dos passes.

Passes	Largura das Bandas (μm)		Fração do Mapeamento (%)		Regiões Identificadas do corpo de prova	
	$\Psi = 0^\circ$	$\Psi = 32^\circ$	$\Psi = 0^\circ$	$\Psi = 32^\circ$	$\Psi = 0^\circ$	$\Psi = 32^\circ$
1	75 – 140	60 – 120	50	60	cabeça, centro e cauda	cabeça, centro e cauda
2	25 – 130	25 – 125	80	85	cabeça, centro e cauda	cabeça, centro e cauda
4	5 – 125	3 – 110	95	90	cauda	cabeça e cauda
6	—	58*	100	98	—	—
8	—	—	100	100	—	—

* Corresponde ao tamanho da seção transversal de uma única região bandeada.

A amplitude da largura das bandas grosseiras sofreu variação de acordo com o número de passes, ou seja, as áreas bandeadas grosseiras se fragmentaram e tiveram sua largura reduzida devido a sobreposição das bandas primárias com as bandas formadas nos passes subsequentes, possibilitando assim, a redução da capacidade de o material absorver energia e produzir novas bandas.

A matriz com $\Psi = 0^\circ$ apresentou uma maior amplitude no intervalo da largura de bandas, sendo que nessa condição, o limite superior do intervalo de largura das bandas nos passes 1, 2, 4 e 6 foi maior que o limite superior nos mesmos incrementos em relação

a matriz com $\Psi = 32^\circ$, ou seja, bandas mais largas foram formadas na ZDP com ângulo reto. Essa condição, pode estar associada às deformações efetivas geradas em cada uma das ZDP. Assim foi notado que maiores cepas de cisalhamento formaram bandas com larguras superior, o que justifica que, ao se processar Nb com matriz de $\Psi = 32^\circ$, bandas mais estreitas foram observadas. Essa justificativa se alinha no pressuposto que menores cepas são capazes de produzir uma microestrutura menos heterogênea, uma vez que Sandim [106] já relacionou que um bandejamento microestrutural mais fino equivale a um mapeamento mais homogêneo.

As áreas bandeadas grosseiras foram identificadas na microestrutura até 4 passes, para o Nb processado na matriz $\Psi = 0^\circ$, e até 6 passes, para a condição do Nb deformado na matriz $\Psi = 32^\circ$. Há um perfil de prevalência das bandas em todo o mapeamento dos corpos de prova processados, onde as bandas grosseiras foram visualizadas nas três regiões para as duas condições de ZDP em 1 e 2 passes. Em 4 passes para deformação com matriz de $\Psi = 32^\circ$, ainda há bandejamento grosseiro nas regiões da cabeça e cauda, enquanto na matriz de $\Psi = 0^\circ$, sua presença foi indicada apenas na região da cauda. O desaparecimento de bandas grosseiras ocorre por completo em 6 passes para a configuração $\Psi = 30^\circ$ e em 8 passes para a configuração $\Psi = 32^\circ$.

Dois pontos importantes devem serem considerados para justificar esses eventos: 1) as bordas (cabeça e cauda) representam as áreas da microestrutura que persistem em um bandejamento mais grosseiro ao longo dos passes, e isso é devido às zonas de fraco cisalhamento ou, até mesmo, aquelas zonas sem deformação cisalhante; e 2) o aumento da deformação efetiva reduziu a zona fraca cisalhante nas bordas (cabeça e cauda), em especial na região da cabeça, ou seja, para a microestrutura do Nb deformado na ZDP de $\Psi = 0^\circ$, as maiores cepas de deformação favorecem o desaparecimento de zonas de fraco cisalhamento a partir de 4 passes.

5.2.4.3. Formação das bandas

A natureza das bandas obtidas, no presente estudo, é resultado do comportamento de deformação de grãos (material homogeneizado e deformado em 1 passe) e bandas (a partir de 1 passe) com diferentes orientações que, de acordo com as condições de processamento adotadas, interferem na formação de bandas refinadas e bandas grosseiras. De acordo com o resultado do processamento nas condições já descritas, a estrutura se

desenvolveu de grãos grosseiros no Nióbio homogeneizado sem deformação, para uma estrutura bimodal quando deformada até 6 passes, e uma estrutura refinada de bandeamento fino em 8 passes para as duas condições de ângulo de curvatura da matriz.

As rotações cristalográficas dentro das bandas de deformação, em relação à matriz deformada, são proporcionais às cepas de deformações e são independentes dos sistemas de deslizamento atuantes [159]. Dessa forma, as rotações do corpo de prova entre cada passe de deformação ECAP, definem os ângulos correspondentes de desorientações – que serão discutidos mais adiante - e correlacionam-se diretamente com a formação de novas bandas e o refinamento da estrutura durante o fluxo localizado.

Quatro tipos de bandas foram identificados nas microestruturas formadas em ambas as ZDP: bandas de cisalhamento; bandas de transição; bandas de deformação e microbandas. Fundamentado nessas observações, salienta-se que quanto maior a deformação efetiva por prensagem, maior a concentração de áreas bandeadas e, por consequência, há uma diversidade e formação de uma microestrutura complexa e com variação da densidade e tipos de bandas formadas.

É importante considerar que um bandeamento mais fino é encontrado próximo das regiões de bandas de cisalhamento, enquanto uma estrutura mais grosseira está presente nas regiões não cisalhadas. O desenvolvimento de uma estrutura lamelar dentro das bandas de cisalhamento, após 1 passe de ECAP, se torna perceptível.

5.2.4.4. Tamanho da *Zona morta*

O tamanho da *zona morta* e a zona fraca de cisalhamento são dois importantes parâmetros da homogeneidade de um material deformado por ECAP. Nesse estudo, o tamanho da *zona morta* e da zona fraca variaram com o aumento do número de passes, isto é, foram inversamente proporcionais ao aumento da tensão / deformação efetiva.

As *zonas mortas* nas microestruturas em ambos os ângulos analisados – $\Psi = 0^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$ – em 1 e 2 passes, foram distribuídas ao longo da cabeça e cauda. A partir de 4, passes essa zona se concentrou apenas na cauda para ambas as ZDP, até seu desaparecimento na microestrutura em ambas as ZDP em 8 passes.

O tamanho da zona morta, em particular na cauda, foi estimado. Na matriz com $\Psi = 0^\circ$ a *zona morta* reduziu seu tamanho de 1,9 mm, 1,3mm, 0,7mm, ao longo de 1, 2 e 4

passos, respectivamente, até a completa remoção em 6 passos. Na segunda condição ($\Psi = 32^\circ$), o tamanho da *zona morta* foi reduzido de 2,1 mm, 1,5mm, 1,0mm e 0,3mm, ao longo de 1, 2, 4 e 6 passos, respectivamente, com sua extinção em 8 passos.

A não homogeneidade de deformação na região inferior do centro e na faixa superior e inferior da cauda dos corpos de prova processados por ECAP foi relatada em análises experimentais, tanto para matriz com ângulo de $\Psi = 0^\circ$ [160], quanto para ângulos maiores e $\Psi > 0^\circ$ [93], assim como foi previsto usando análise de elementos finitos [89, 88, 161, 162].

Como já discutido, ambos os ângulos da matriz utilizada nessa investigação, apresentaram uma inhomogeneidade na cauda, que foi reduzida com o aumento do número de passos. De acordo com a simulação teórica, esse problema poderia ser evitado ou reduzido usando $\Psi > 0^\circ$, pois o uso de ângulos próximos a $\Psi = 0^\circ$ dificulta o preenchimento completo do canto da matriz ao prensar materiais menos dúcteis, pois durante o processamento, a ZDP não é preenchida, e uma menor ZMM é formada. Os resultados obtidos experimentalmente, mostraram que para o Nb, usando ZDP com $\Psi=32^\circ$ não foi suficiente para reduzir a *zona morta* em diferenças significativas, em até 6 passagens, como na condição de $\Psi = 0^\circ$.

Nesse contexto, Mohamed e Dheda [163] ressaltaram que, além dos parâmetros de processamento ECAP, os quais foram apresentados na seção 3.3.1., como ZDP e rotas de processamento, a estrutura cristalina e propriedades físicas e, em especial, a energia de falha de empilhamento, influenciam no refino da microestrutura. Estruturas cristalinas cúbicas de corpo centrado (CCC) e hexagonal compacta (HC) apresentam respostas distintas à deformação por ECAP sobre as mesmas condições de processamento. Dessa forma, embora alguns materiais possam ter características similares, a maior parte dos materiais apresentarão microestruturas distintas mediante o processamento como: linhas de fluxos em relação a DE, fração do mapeamento e tamanho de *zona morta*.

5.2.4.5. Padrão de Fluxo de deformação

O aumento do número de passos produziu a recombinação das discordâncias e fragmentação das bandas, mediante uma nova cepa de deformação com orientação preferencial em torno de 45° , favorecendo a ampliação dos limites inferior e superior do

intervalo. Esses valores não podem ser previstos, pois a deformação entre cada um dos passes favoreceu a formação de corpos de prova distorcidos. Na Figura 44, é observada uma representação esquemática da diferença do modelo de corpos de prova inseridos no canal de entrada da matriz ECAP, daqueles que são deformados na ZDP e que saem do segundo canal.

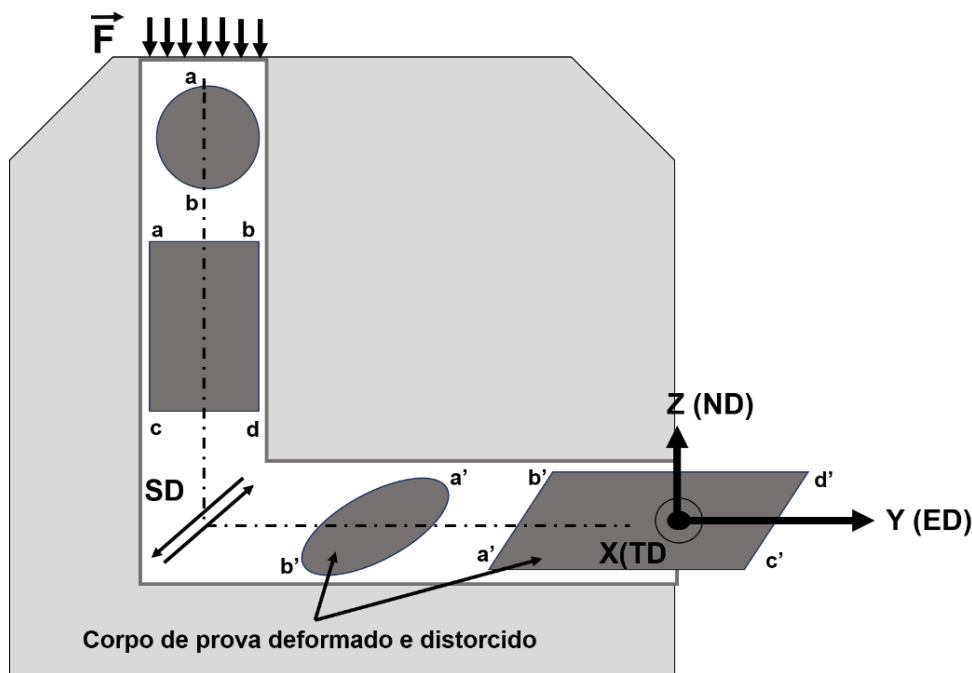


Figura 44. Ilustração esquemática do resultado de processamento com corpos de provas distorcidos.

Dessa forma, verifica-se que o formato que esses corpos de provas emergem do canal de saída, interferem na previsão por simulação numérica da definição do ângulo das linhas de fluxo das bandas e microbandas, indicando que, na análise experimental, há um padrão de fluxo distintos ao longo do número de passes.

As diferenças de orientação das bandas com o aumento do número de passes para ambas as matrizes utilizadas, foram consideradas de alto ângulo e se concentraram no intervalo de 35° a 70°, não havendo uma região preferencial na microestrutura, tendo representatividade na cabeça, centro e cauda. Outros metais e ligas apresentaram essa orientação preferencial em relação a direção de extrusão como o alumínio [147, 164], cobre [157], liga Al-Mg-Si [165] e níquel [166].

Para aquelas regiões bandeadas que apresentaram contorno de baixo ângulo, no intervalo de 10° a 15°, em ambas as condições de ZDP, sua concentração se deu em regiões próximas as bordas laterais direita e esquerda das regiões da cabeça, centro e

cauda, e estão associadas aos efeitos de atrito, o que justifica que fora das bordas laterais, nenhuma outra região foi identificada esses contornos de baixo ângulo. A distribuição de desorientação bimodal é uma característica dos materiais processados por DPS [147].

Além disso, é importante considerar que na estrutura próxima as bandas de cisalhamento grosseiro, há regiões com linhas de fluxos aleatórias que, em muitos casos, mais refinada que as bandas de suas proximidades, análise que foi relatada em outra investigação [158].

Segal [167] propôs que as bandas de cisalhamento e a rotação do subgrão determinam o refinamento da microestrutura de um material deformado por ECAP. Sendo que o primeiro mecanismo, que se baseia na sobreposição cruzada de bandas durante as etapas do processamento, é o mecanismo mais aceitável. Nesse contexto, a distribuição de cisalhamento entre diferentes orientações durante multipasses é importante para a otimização do processamento.

Nas duas ZDP analisadas nessa investigação, o fluxo das bandas tende a se alinhar aos planos de deslizamentos ativados para a rota Bc que é a 45° . Nessa condição a recombinação da microestrutura, cruzamento de bandas e fragmentação foram percebidos como padrão de evolução da estrutura, até se desenvolver para um padrão único com ângulos mais próximos ao PDC a 45° . Na matriz com $\Psi = 0^\circ$, em 8 passes, a estrutura se apresentou mais direcionada, se comparada a microestrutura na matriz com $\Psi = 32^\circ$ na mesma quantidade de passes, sendo que, em 8 passes, a microestrutura não conseguiu se desenvolver com um padrão de fluxo no centro e cauda, como aconteceu para a ZDP de $\Psi = 0^\circ$.

Uma explicação adequada para o alinhamento das bandas formadas está associada ao seu processo de formação. As bandas tendem a se alinhar com o sistema de deslizamento inicialmente mais favorável, que se formam paralelas ao plano de deslizamento primário e mudam durante processamento por ECAP devido à rotação da rede [114, 168]. Portanto, os resultados mostram que, para o Nb deformado nas condições analisadas na presente investigação, a direção de deslizamento se alinha com o plano macroscopicamente mais tensionado, sendo este comportamento também observado em outra investigação [168].

A bandas contidas no interior das bandas de cisalhamento não apresentam um fluxo padrão de direção, uma vez algumas se alinham na direção normal 0° e outras a 22° e a 55° .

5.2.4.6. Relação entre o mapeamento total

Até a presente discussão, já ficou definido o quanto a ZDP interfere na microestrutura. Uma das regiões que mais se diferiram, na deformação em ambos os ângulos da matriz utilizada, foi a cauda, que na matriz com $\Psi = 0^\circ$, apresentou uma maior redução da *zona morta* com o aumento dos passes. Os tamanhos das *zonas mortas* foram apresentados e a relação em torno de sua redução em diferentes proporções está ligado a geometria da ZDP.

Em 1 passe, o espalhamento azimutal foi menos acentuado na ZDP de matriz com $\Psi = 0^\circ$, ou seja, a deformação se concentrou na região do centro, sendo que as regiões da cabeça e cauda apresentaram uma maior porção de zonas de fraco cisalhamento, principalmente na região da cauda em torno de 1,9 mm. Na matriz com $\Psi = 32^\circ$, houve um maior espalhamento azimutal, ocorrendo uma maior dispersão nas três regiões de análise, entre todos os mapeamentos dos corpos de prova analisados nessa condição. A região do centro continuou sendo a mais deformada, a da cabeça apresentou uma menor porção de zonas de fraco cisalhamento e, na região da cauda, foi observada uma *zona morta* de aproximadamente $\sim 2,1$ mm. Analisando essas duas condições, percebeu-se que o grau de homogeneidade em 1 passe na ZDP com $\Psi = 32^\circ$ é superior a ZDP com $\Psi = 0^\circ$, sendo que, em 1 passe, foi possível verificar o grau de distribuição das áreas bandeadas entre as duas condições, havendo para a condição de ZDP com $\Psi = 32^\circ$, um maior espalhamento azimutal.

Em 2, 4 e 6 passes, o espalhamento azimutal foi fortalecido, sendo mais intenso na matriz $\Psi = 32^\circ$. A microestrutura se desenvolveu para uma condição em que o bandeamento grosseiro se tornou menos perceptível ao longo da estrutura, dando lugar ao bandeamento mais refinado, assim como as áreas em que as *zonas mortas* eram perceptíveis, que começaram a se enfraquecer e sumir, em especial na cauda, que teve seu tamanho reduzido significativamente.

Em 8 passes, ambas as condições de processamento foram suficientes para produzir uma microestrutura com um bandeamento mais fino nas três regiões do

mapeamento do corpo de prova – cabeça, centro e cauda. Zonas sem deformação não foram mais identificadas em nenhuma dessas regiões, indicando que a microestrutura é mais homogênea na matriz com $\Psi = 32^\circ$ em até 2 passes. Mesmo que as microestruturas formadas por ambas as ZDP evoluam diferentemente ao longo de 1, 2, 4 e 6 passes, uma estrutura homogênea é obtida em 8 passes nas duas condições. Mesmo que a matriz $\Psi = 32^\circ$ tenha obtido uma microestrutura mais homogênea em 1 passe, ao longo do aumento da tensão, a microestrutura em matriz $\Psi = 0^\circ$ mais rapidamente se desenvolveu para um perfil mais homogêneo na cabeça e cauda.

5.3. ANÁLISE DA HOMOGENEIDADE DE DUREZA ECAP

Nesta seção serão apresentados, inicialmente, os valores médios de dureza do nióbio homogeneizado e deformado em 1, 2, 4, 6 e 8 passagens em matriz ECAP com ângulo de canal de $\Phi = 90^\circ$ em dois ângulos de curvatura $\Psi = 0^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$, em seguida, serão apresentados o mapeamento total, por região e os parâmetros de distribuição de deformação.

5.3.1. Mapeamento de dureza do Nióbio deformado com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$

Serão apresentados os resultados de evolução da homogeneidade do Nb baseado no mapeamento microestrutural através de durezas HV com uma ZDP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. A discussão foi realizada no plano Z e considerou a existência de três regiões nos corpos de prova deformados por ECAP: cabeça, centro e cauda.

5.3.1.1. Processamento ECAP

A Figura 45 mostra os valores de microdureza Vickers para o Nb homogeneizado e deformado na matriz ECAP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ e empregando 0, 1, 2, 4, 6 e 8 passes. Em cada um dos passes de deformação foram realizadas medidas de microdureza no plano Z nas três regiões de análise: cabeça, centro e cauda. Os valores correspondem a microdureza média em cada condição de processamento de todas as medidas contidas no plano Z nas três regiões de análise – cabeça, centro e cauda. Os erros padrões estão incluídos na Figura 45, onde cada coluna do gráfico representa a média de 209 leituras individuais.

As microdurezas das amostras deformadas em todos os passes foram significativamente maiores quando comparadas com a dureza do material homogeneizado e sem deformação (75 ± 1 HV), empregado como dado de referência para as análises dos incrementos ECAP, Figura 45. Os resultados experimentais mostraram que houve um aumento de 88% nos valores de dureza entre o Nb sem deformação e o deformado em 8 passes, Figura 45.

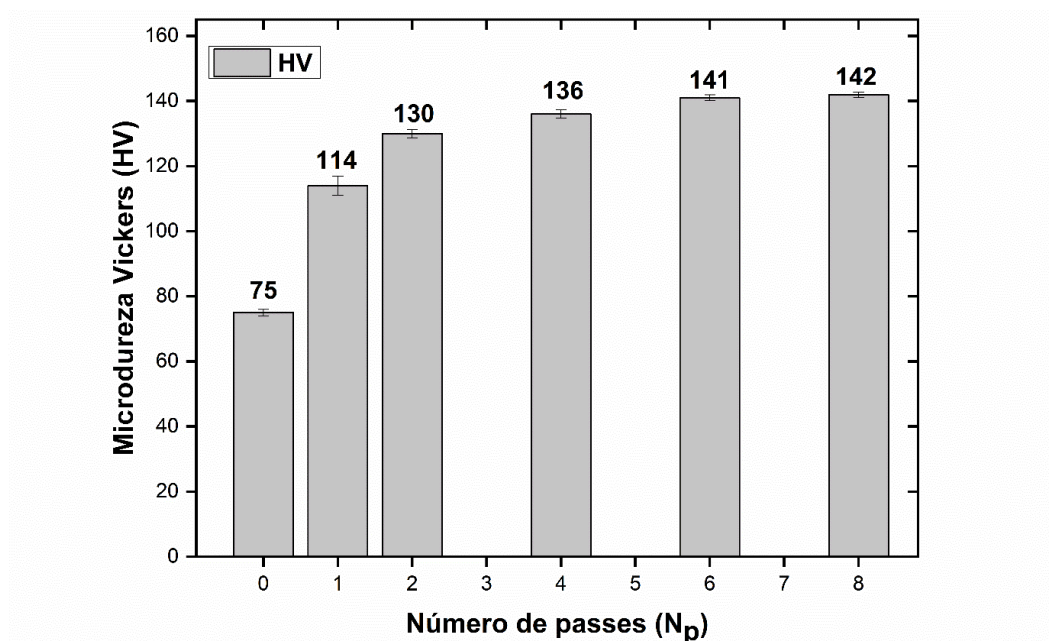


Figura 45. Microdureza Vickers do nióbio homogeneizado e deformado na matriz ECAP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$.

A microdureza aumentou em $\sim 52\%$ após o primeiro passe, de um valor inicial de 75 HV para 114 HV. Em seguida, a microdureza continuou a aumentar com o incremento do número de passes, porém em taxa percentual de 11% (1° ao 2° passe), 4% (2° ao 4° passe) e 6% (4° ao 6° passe), não havendo um aumento do 6° ao 8° passe.

Os resultados de análise de variância sugeriram, através do valor significativo de (F), que houve um aumento estatisticamente significativo entre a primeira passagem em relação a todos os grupos de 2°, 4°, 6° e 8° passe. A partir de 2 passes, não houve variação significativa entre os grupos: 2° ao 4° passe; 4° ao 6° passe; e 6° ao 8° passe.

Os valores de microdureza se aproximam gradualmente para uma condição saturada com os passes adicionais até a dureza final da saturação [5]. O número de passes

é um dos parâmetros que determina a quantidade de deformação induzida em amostras por passagem [72].

A dureza final não depende apenas da deformação máxima verdadeira imposta sobre o material deformado ($\sim 9,2$), obtida pela ZDP, mas também da natureza da deformação e, na presente pesquisa, da temperatura de processamento, uma vez que é conveniente conduzir a prensagem ECAP em uma temperatura baixa, quando se deforma materiais dúcteis, para se obter um melhor refinamento da estrutura [58].

5.3.1.2. Mapeamento Total

No mapeamento total, empregado para verificar a evolução da homogeneidade de deformação do processo ECAP, os resultados da dureza foram plotados na forma de mapas de contorno, Figura 46. Nela são observados os mapas de contorno para o Nb e homogeneizado no plano Z, nas condições: sem deformação (a) e deformado com (b) 1, (c) 2, (d) 4, (e) 6 e (f) 8 passes na ZDP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. Esses mapas de contorno codificados por cores são obtidos através de valores individuais de dureza sobre planos de corte longitudinais e plotados em incrementos de 10 no intervalo de 60 a 160, os quais permitem uma boa correlação entre os valores registrados nas medidas de dureza HV e homogeneidade do plano selecionado das amostras. O número de passes é indicado acima de cada ilustração e os valores respectivos de cada uma das cores são apresentados na borda lateral direita fora do mapeamento.

O primeiro mapa, Figura 46(a), mostra a condição do Nb homogeneizado e sem deformação ECAP, e é evidente que os valores de dureza HV, tendo um valor médio de $\sim 75\text{HV}$, indicam uma microestrutura razoavelmente homogênea em toda a amostra. O Nb sem deformação, amostra referencial, apresentou dureza inferior às durezas das amostras deformadas.

O Nb deformado em 1 passe não apresentou homogeneidade de dureza em toda a seção Z, e foi observado que, na região da superfície superior, a uma distância de $\pm 1,0$ mm ($\sim 101\text{HV}$) e, principalmente na região inferior, a uma distância de $\pm 1,5$ mm ($\sim 102\text{HV}$), seus valores de HV foram inferiores à média ($\sim 114\text{HV}$), como mostrado na Figura 46 (b).

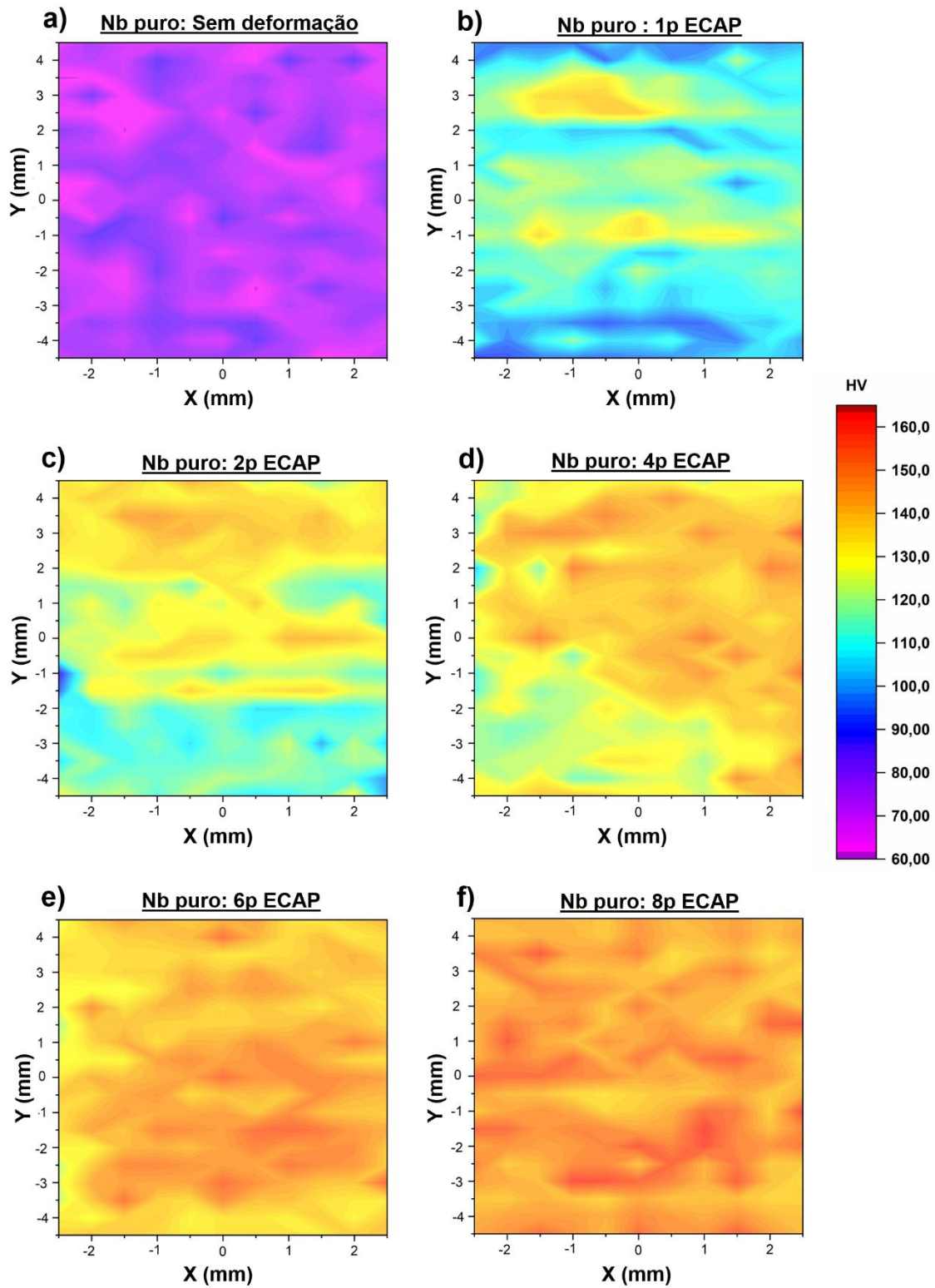


Figura 46. Mapas de contorno codificados por cores mostrando a homogeneidade de deformação em função do número de passes: Nb sem deformação (a) e Nb deformado com (b) 1, (c) 2 (d) 4 (e) 6 e (f) 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$.

A não homogeneidade da dureza é atribuída ao não preenchimento do ângulo de curvatura [26], e aos mecanismos de atrito durante a deformação, mesmo que durante o processamento o material tenha sido bem lubrificado para minimizar o atrito entre o corpo de prova e as paredes da matriz. Tal influência do atrito não pode ser desprezada, como se relata nas investigações de Agwa *et al.* [141], que perceberam que o atrito apresenta efeitos significativos na homogeneidade de deformação, qualquer que seja o lubrificante usado durante o processo.

Nas Figuras 46 (b-c), as regiões de menor dureza HV – em tons de azul – foram gradativamente removidas na região superior após 2 passes e, na região inferior após 4 passes, e totalmente removidas em ambas as regiões em 6 passes, conforme mostrado na Figura 46 (d). Após 4 passes de deformação ECAP, a falta de homogeneidade foi efetivamente reduzida e desapareceu, conferindo uma excelente homogeneidade após oito passes, Figura 46 (e). Os resultados demonstraram que a homogeneidade foi melhorada com o aumento do número de passes, mesmo com a alta heterogeneidade introduzida no primeiro passe. A variável número de passes permitiu elevar o nível da deformação imposta ao material e promover uma maior homogeneidade de deformação ao longo da amostra [169].

A deformação não homogênea, que ocorreu durante os primeiros passes acumulativos de deformação verdadeira, pode levar à variação dos valores de dureza HV em diferentes regiões do plano de análise, nesse caso o plano Z, e assim como em seccionamentos diferenciados no plano Y ou transversal, porque essas variações se associam aos parâmetros característicos de combinação da matriz ECAP, abordados até aqui, justificando uma análise minuciosa de cada um desses planos, cortes e regiões.

5.3.1.3. Mapeamento por região

No mapeamento por região foi analisado a distribuição da homogeneidade da deformação nas três regiões do corpo de prova: cabeça, centro e cauda. Os resultados com erro, no limite de confiança de 95%, são mostrados na Figura 47, após (a) 1, (b) 2, (c) 4, (d) 6 e (e) 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$. As linhas tracejadas inferiores em cada uma das figuras representam o valor da microdureza na condição do Nb homogeneizado e não deformado.

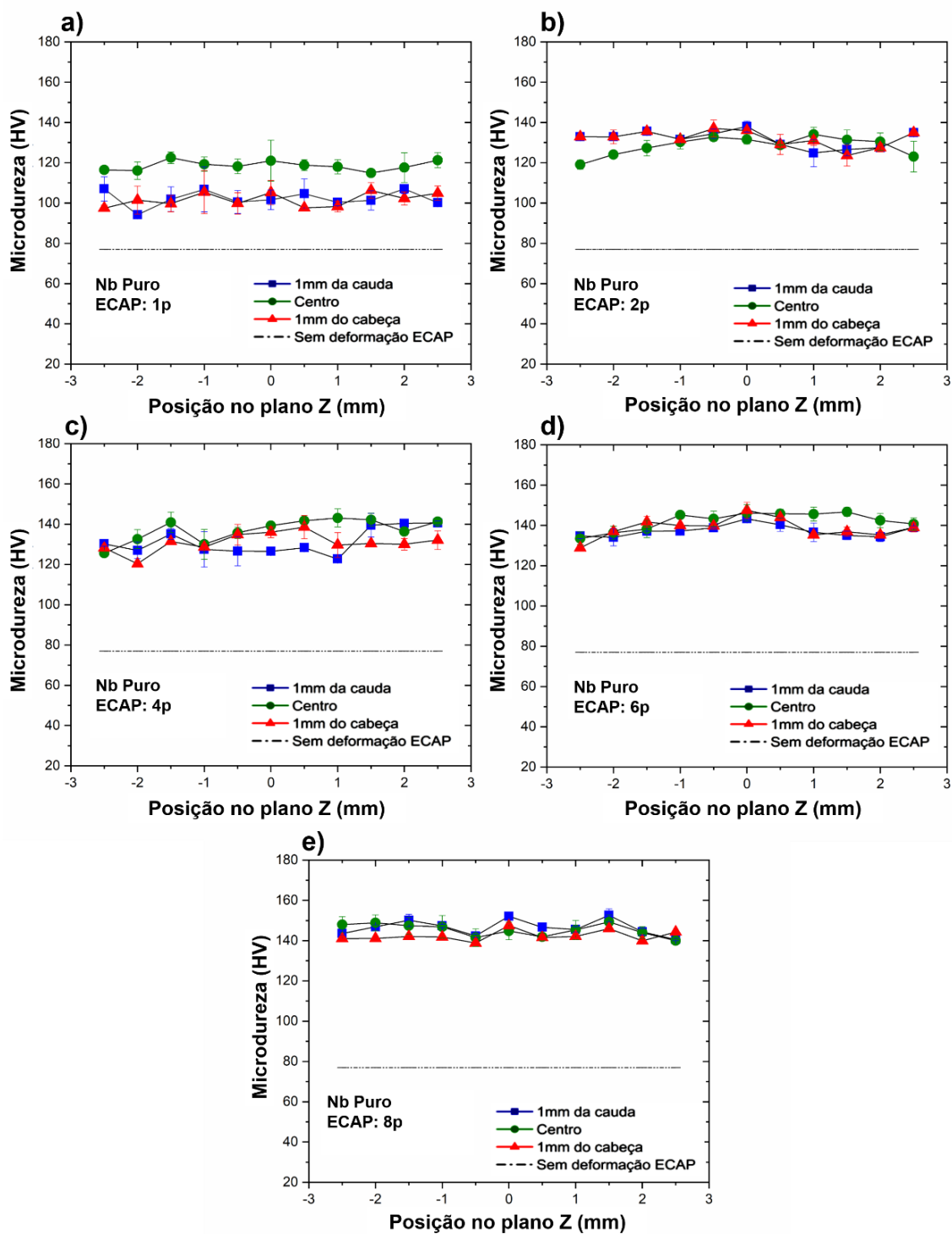


Figura 47. Mapeamento por região. Análise da homogeneidade de deformação por região em função do número de passes: (a) 1, (b) 2, (c) 4, (d) 6 e (e) 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$.

De acordo com o mapeamento, infere-se que houve aumento significativo na dureza após 1 passe de ECAP em todas as regiões analisadas, quando se compara a dureza média do Nb homogeneizado ($\sim 75\text{HV}$) com valores no intervalo de ~ 98 a 130HV .

No 1º passe a dureza apresentou valores diferentes nas três regiões da amostra: o centro apresentou dureza significativamente maior do que as regiões da cabeça e cauda, Figura 47 (a), enquanto ao analisar a diferença de valores de dureza entre grupos, todas as regiões variaram significativamente uma das outras.

O aumento do número de passes promoveu a redução da diferença de dureza entre as três regiões analisadas, Figuras 47(b-e), a qual é possível de ser observada através da redução da distância entre as travessias, de modo que, somente a partir de 4 passes, os valores de dureza não apresentam variação significativa entre os grupos. Em todas as regiões os valores de dureza aumentaram progressivamente, de modo que em 8 passes quase todos os valores foram superiores a 140HV .

Nas Figuras 47(b-d), observa-se que os valores de dureza na região central aumentam após 2 passes, mas depois a dureza permanece essencialmente constante até 6 passes. O centro se consolida como a travessia que apresenta os valores de durezas mais altos, enquanto na cauda se concentra baixos valores de dureza HV. Isso pode ser associado a dispersão com a qual cada uma das travessias transversais estão dispersas entre si, indicando que, em cada região, é atribuído um comportamento. Travessias distantes entre si indicam heterogeneidade dos valores de dureza HV, por outro lado, quanto mais próximas estiverem mais homogeneidade os dados apresentam.

5.3.1.4. Parâmetros de uniformidade de distribuição de deformação

Dois parâmetros são amplamente utilizados para analisar a homogeneidade de distribuição de deformação nos corpos de prova processados por deformação plástica severa: o índice de não homogeneidade (IF) e o desvio padrão (DP) [170, 171].

5.3.1.4.1. Fator de não homogeneidade (IF)

O índice de não homogeneidade (IF) é um parâmetro estatístico empregado para determinar a homogeneidade da dureza na superfície dos corpos de prova [170]. O IF é dado pela Equação 05:

$$IF = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n (H_i - H_{avg})^2 / n - 1}}{H_{avg}} \quad (\text{Equação 05})$$

Onde n é o número de medições de microdureza em cada amostra, H_i é o valor da dureza de i -ésima medição, H_{avg} é o valor médio da dureza. A redução dos valores de IF indica maior homogeneidade das propriedades mecânicas [170]. O IF calculado nas regiões da cabeça, centro e cauda são apresentados na Tabela 9.

Tabela 9. Microdureza Vickers e fator de não homogeneidade em função do número de passes.

Número de Passes	Fator de Não homogeneidade por região (IF)		
	Cabeça	Centro	Cauda
0	0,032	0,028	0,027
1	0,071	0,055	0,072
2	0,044	0,054	0,046
4	0,053	0,056	0,067
6	0,040	0,044	0,034
8	0,028	0,031	0,030

Os valores altos do IF no primeiro passe indicam uma deformação não homogênea e dureza variável, enquanto a redução nos valores de IF com o aumento do número de passes, indicam maior homogeneidade de deformação e dureza. A redução do IF foi maior nas regiões da cabeça e cauda, caracterizadas por elevada heterogeneidade, enquanto na região do centro, a redução foi em menor magnitude, devido a essa região apresentar a melhor distribuição de deformação no processo ECAP. O IF calculado para as diferentes regiões, indicou que o índice diminuiu com o aumento do número de passagens de ECAP, ou seja, o Nb se torna mais homogêneo quando deformado.

5.3.1.4.2. Desvio Padrão (DV)

O segundo parâmetro de uniformidade de distribuição de deformação é o coeficiente estatístico chamado desvio padrão (DV). É um coeficiente estatístico obtido a partir da Equação 06.

$$D.V. = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n (H_i - H_{avg})^2}}{n} \quad (\text{Equação 06})$$

Onde n é o número de medições de microdureza em cada amostra, H_i é o valor da dureza de i -ésima medição, H_{avg} é o valor médio da dureza. Altos valores do DV indicam não uniformidade na distribuição da deformação [83].

O DV calculado de cada um dos passes é apresentado na Figura 48. Esses valores foram calculados a partir dos 201 pontos de durezas ao longo da seção de comprimento do corpo de prova.

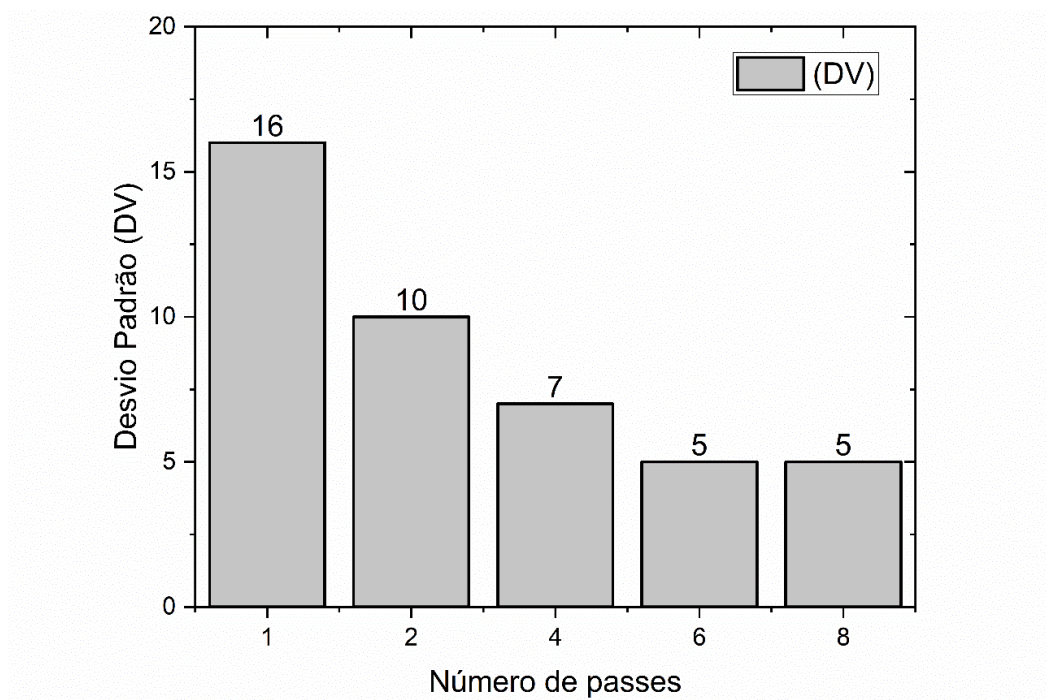


Figura 48. Valores de desvio padrão em função do número de passes: 1, 2, 4, 6 e 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$.

A magnitude do DV diminui com o aumento dos números de passes. O aumento do número de passes resultou em uma maior uniformidade de distribuição de deformação do Nb por ECAP. Nas condições 1, 2 e 4 passes, os valores de DV das durezas HV foram inferiores aos das amostras da condição anterior de processamento. O decréscimo foi de 37% (1° ao 2° passe), 30% (2° ao 4° passe) e 28% (4° ao 6° passe), não havendo um decréscimo do 6° ao 8° passe.

5.3.2. Mapeamento de dureza do nióbio deformado com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$

Serão apresentados os resultados de evolução da homogeneidade do Nb baseado no mapeamento microestrutural através de durezas HV com uma ZDP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. A discussão foi realizada no plano Z e considerou a existência de três regiões nos corpos de prova deformados por ECAP: cabeça, centro e cauda.

5.3.2.1. Processamento ECAP

A Figura 49 mostra os valores de microdureza Vickers para o Nb homogeneizado e deformado na matriz ECAP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$ e empregando 0, 1, 2, 4, 6 e 8 passes. Os valores correspondem a microdureza média em cada condição de processamento de todas as medições contidas no plano Z nas três regiões de análise – cabeça, centro e cauda. Salienta-se que as barras de erro associadas a esses pontos representam a média de 209 leituras individuais.

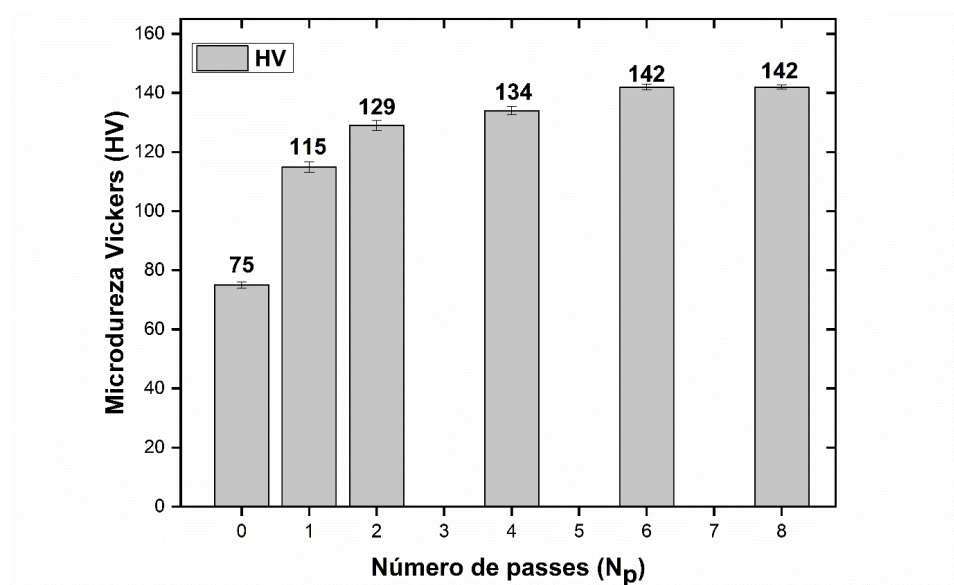


Figura 49. Microdureza Vickers do nióbio homogeneizado e deformado na matriz ECAP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$.

Os resultados experimentais mostraram que houve um aumento de 88% nos valores de dureza entre o nióbio sem deformação e o deformado em 8 passes, Figura 49. Em todos os corpos de prova deformados, os valores de dureza HV foram superiores aos do material homogeneizado e não deformado (75 ± 1 HV). O aumento correspondeu a ~

54% no 1º passe, 12% (1º ao 2º passe), 4% (2º ao 4º passe) e 6% (4º ao 6º passe), não havendo um aumento do 6º ao 8º passe.

O ponto de saturação dos valores de dureza é o mesmo obtido na ZDP de matriz com $\Psi = 0^\circ$. A partir de 2 passes, a taxa de aumento das durezas foi reduzida, indicando uma diminuição da capacidade de encruamento. Pode-se inferir que o número de passes é um fator importante na determinação das durezas em ECAP, principalmente nos dois primeiros passes que as cepas de deformação produziram um maior encruamento.

A configuração da matriz avaliada na presente investigação não influenciou nas durezas depois do processamento ECAP. As amostras não variaram significativamente umas das outras, sendo que em todos os passes analisados, 1, 2, 4, 6 e 8, não houve variação a partir do quarto passe nas duas configurações de ZDP e não apresentaram variação entre os grupos.

5.3.2.2. Mapeamento Total

A Figura 50 mostra os mapas de dureza codificados por cores para o Nb no plano Z, nas condições: sem deformação (a) e deformado com (b) 1, (c) 2, (d) 4, (e) 6 e (f) 8 passes, processados em matriz de ZDP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$.

A Figura 50(a), para o nióbio na condição como recebido e sem deformação, apresentou valor médio de $\sim 75\text{HV}$ de perfil homogêneo em toda a seção Z. Em 1 passe, Figura 50(b), o perfil apresentou alta heterogeneidade nas três regiões analisadas. As extremidades inferior e superior do corpo de prova apresentaram baixa dureza quando comparada a região do centro, a uma distância de $\pm 1,5\text{ mm}$ da cabeça e $\pm 2,5\text{ mm}$ da cauda, distância em relação aos limites do corpo de prova de ambas as regiões. Essas duas faixas do mapeamento apresentaram baixa dureza em torno de $\sim 101\text{ HV}$ e $\sim 95\text{ HV}$, respectivamente, que são significativamente menores que a média.

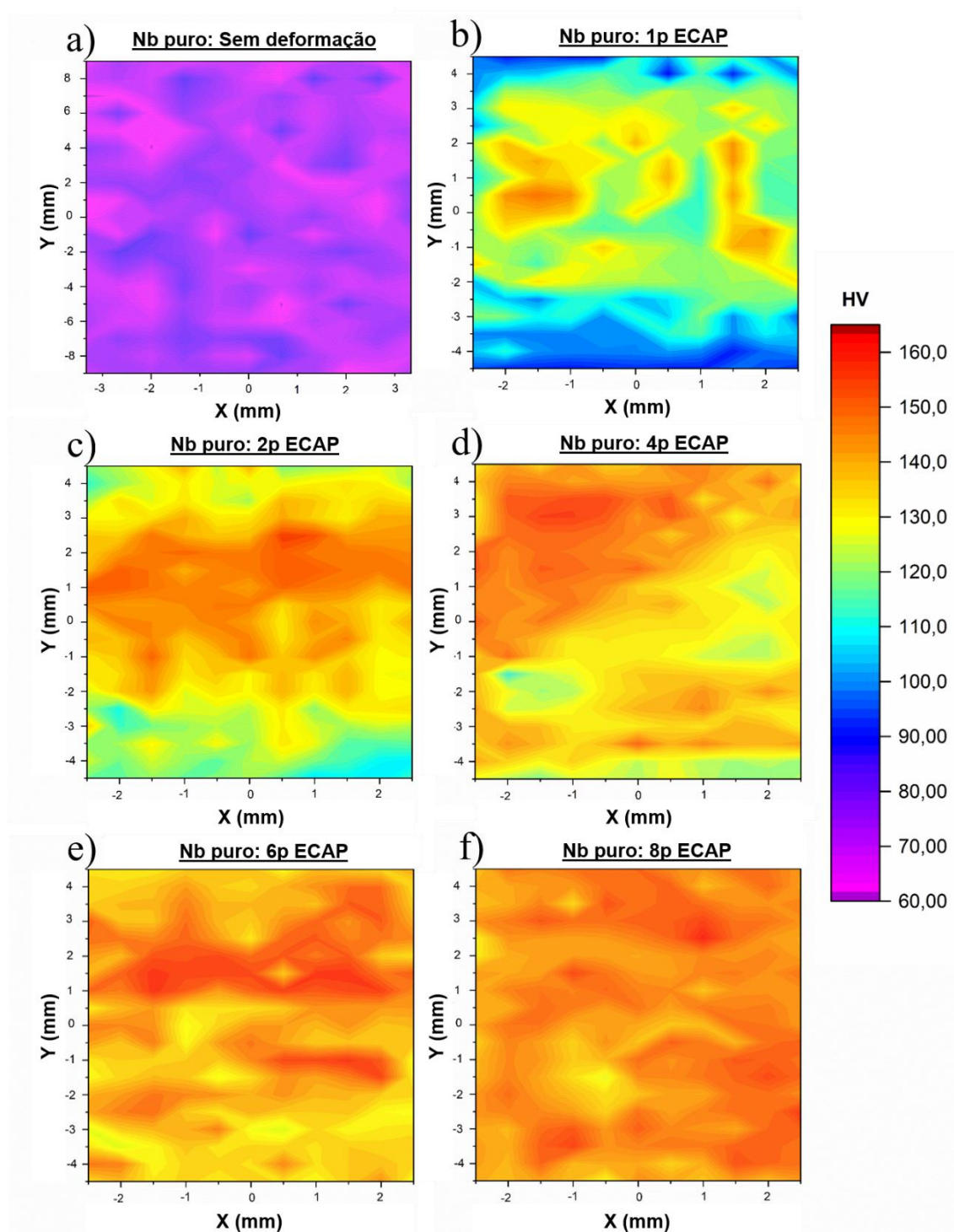


Figura 50. Mapas de contorno codificados por cores mostrando a homogeneidade de deformação em função do número de passes do Nb sem deformação (a) e Nb deformado com (b) 1, (c) 2 (d) 4 (e) 6 e (f) 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$.

Essas frações de área de baixa dureza – *zonas mortas* – são as mesmas discutidas na seção 5.2.2 para ZDP com $\Psi = 0^\circ$. Ao relacionar as duas configurações de ZDP, $\Psi = 0^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$, ambas apresentaram as mesmas áreas de baixas durezas nas regiões da cabeça e cauda. Na condição de ZDP com $\Psi = 32^\circ$, a região da cauda apresentou uma maior homogeneidade nas áreas de baixas durezas, ao se correlacionar as Figura 46 (b) com a Figura 50 (b) do mapeamento codificado por cores. Observa-se que a fração de área em azul na cauda, na condição de ZDP com $\Psi = 32^\circ$, é mais intensa e melhor distribuída na faixa superior e inferior da região.

Ainda em 1 passe, é importante considerar que no centro do corpo de prova, principalmente na faixa superior dessa região, há uma porção de alta dureza entre 140-160 HV, sugerindo que altas cepas de deformação foram incididas nessa região, indicando ser o centro a região preferencial de deformação, além de ser a área que menos tem contato com as paredes da matriz durante o processamento.

A partir do segundo passe de deformação ECAP, observou-se uma redução da heterogeneidade nas três regiões analisadas. O centro se consolidou como a região de melhor homogeneidade, principalmente na faixa superior do centro, onde o tom alaranjado é mais intenso e distribuído. Foi observado nas Figura 50 (b - c), que as regiões de menor dureza HV (em azul) foram gradativamente removidas em 2 passes nas regiões da cabeça e cauda, e totalmente removidas em ambas as regiões a partir de 6 passes, conforme mostrado na Figura 50 (d).

A partir do quarto passe de deformação ECAP, Figura 50 (c-d), foi verificado o aumento das durezas ao longo das três regiões. Os valores de dureza aumentaram gradualmente das regiões internas do centro para as extremidades superior e inferior do corpo de prova, embora ainda haja pontos isolados de baixa dureza na faixa inferior da cauda em azul claro.

A partir do sexto passe de deformação ECAP, há uma consolidação do tom alaranjado de maior dureza, Figura 50 (d-e). Nas três regiões de análise, a distribuição da dureza foi uniforme, e não apresentou pontos isolados de baixa dureza.

A conclusão sobre as duas configurações de ZDP utilizadas nesses experimentos é que, o perfil de durezas das três regiões (cabeça, centro e cauda), se desenvolveu de forma potencialmente diferente entre os passes, mas em ambas as condições, o perfil de

homogeneidade a partir de 6 passes foi basicamente o mesmo, exceto por uma pequena região na faixa inferior da cauda que apresentou baixa dureza.

5.3.2.3. Análise comparativa no mapeamento total

No mapeamento codificado por cores, são apresentadas as principais diferenças do perfil de homogeneidade de dureza, em torno de ambas as configurações de processamento. A comparação do mapa das cores para deformação em 1 passe na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e os dois ângulos de curvatura, $\Psi = 32^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$, é apresentada na Figura 51, onde é possível observar que os maiores valores de dureza HV se concentram no centro, em especial, nas extremidades superior e inferior, onde baixos valores são percebidos. O tamanho da *zona morta* na matriz com ZDP de $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$ e a zona de fraco cisalhamento na cabeça é superior ao tamanho na condição de ZDP com $\Psi = 0^\circ$.

Para a matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$, os tamanhos das *zonas mortas* tiveram uma leve tendência de aumento, embora não tenha sido possível estabelecer um aumento significativo. Nessa condição, a coloração azulada foi mais intensa e preencheu de forma mais intensa o mapeamento, indicando uma maior homogeneidade de baixa dureza na região da cauda.

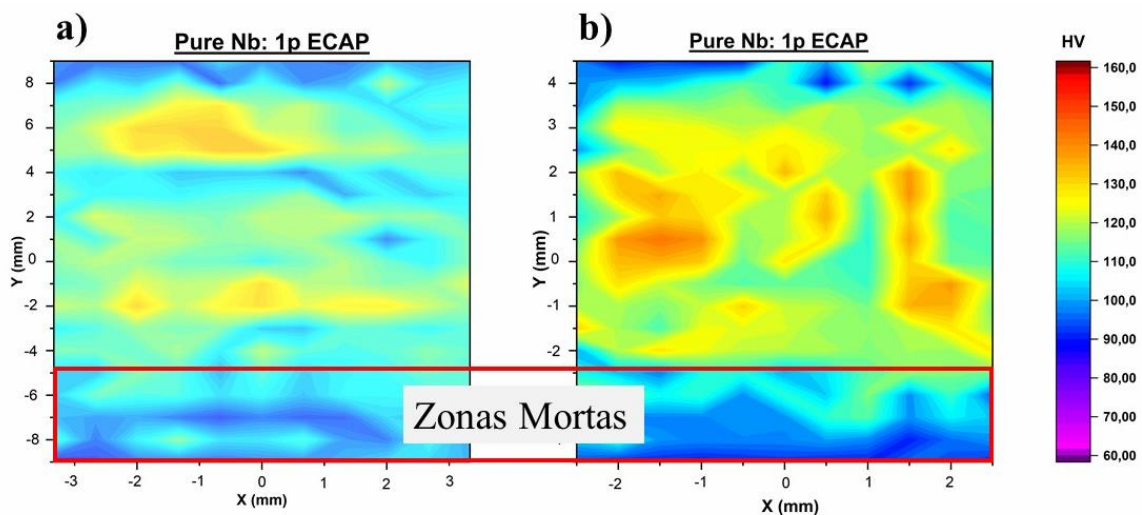


Figura 51. Mapas de contorno codificados por cores para Nb puro deformado em 1 passe nas condições: (a) processado em ZDP com $\Psi = 32^\circ$ e (b) processado em ZDP com $\Psi = 0^\circ$.

O espalhamento azimutal em 1, 2 e 4 passes foi mais pronunciado para a ZDP com $\Psi = 32^\circ$ e mais fraco para $\Psi = 0^\circ$. Esse comportamento fica evidente ao compararmos o quarto passe em ambas as condições, quando pode-se perceber uma longa faixa da cauda até o centro, caracterizada por uma baixa dureza em um tom mais azulado. Nota-se ainda que os baixos valores de dureza HV na matriz são mais pronunciados na região da cauda. A partir do sexto passe, a microestrutura foi homogênea, nas três regiões de análise do mapeamento, em ambas as ZDP analisadas.

É evidente que a mudança na configuração da matriz de deformação para dos ângulos de $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ para $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$ para o nióbio puro tem pouco ou nenhum efeito sobre o grau de homogeneidade ao longo do plano Z acima de 6 passes.

Experimentos com ângulos de curvatura maiores que zero ($\Psi > 0$) foram realizados com Alumínio puro, com o objetivo de analisar a homogeneidade do fluxo durante a prensagem por ECAP usando duas configurações de matrizes: matriz de canto arredondado com $\Psi = 20^\circ$ e matriz de canto vivo com $\Psi = 0^\circ$. Xu e Langdon [139] fizeram o mapeamento de cores e as medições detalhadas de microdureza e perceberam que ambas as ZDP produziram resultados essencialmente idênticos, concluindo que o aumento em 20° no ângulo de matriz não produziu nenhuma heterogeneidade de dureza significativa.

Nesse aspecto, os resultados da literatura se apresentam de forma bastante controversa. Por um lado, um grupo de pesquisadores percebeu que, pelo método dos elementos finitos (MEF), o processamento com a ZDP utilizando a matriz com um canto arredondado foi capaz de produzir um aumento da heterogeneidade [87, 172], enquanto outro estudo utilizou a modelagem física para analisar a homogeneidade ECAP e mostrou que a deformação era mais uniforme quando $\Psi = 28^\circ$ do que $\Psi = 0^\circ$ [173].

5.3.2.4. Mapeamento por região

No mapeamento por região foi fornecida uma representação complementar para a análise da distribuição da homogeneidade de deformação nas regiões da cabeça, centro e cauda, representado por meio de pontos individuais e travessias no plano Z. Os resultados com erro no limite de confiança de 95% são mostrados na Figura 52, após (a) 1, (b) 2, (c) 4, (d) 6 e (e) 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$.

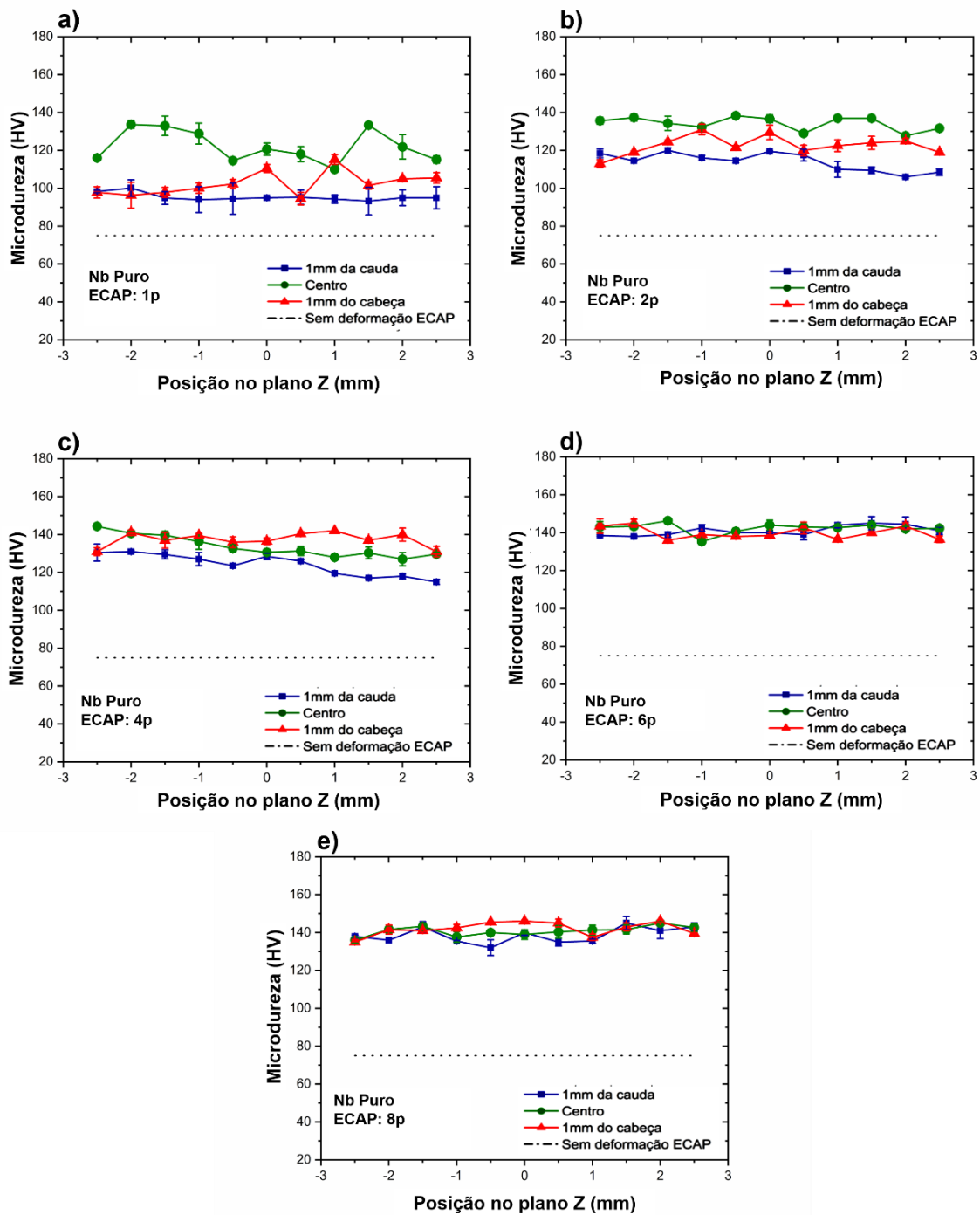


Figura 52. Mapeamento por região. Análise da homogeneidade de deformação por região em função do número de passes: (a) 1, (b) 2, (c) 4, (d) 6 e (e) 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$.

Os resultados mostraram que houve um aumento significativo na dureza após 1 passe de ECAP em todas as regiões analisadas, quando se compara a dureza média do Nb homogeneizado ($\sim 75\text{HV}$) com valores no intervalo de ~ 86 a 138HV . O limite inferior do intervalo de dureza HV em alguns pontos isolados em 1 passe, se aproxima dos valores médios do Nb não deformado, sendo que estes baixos valores estão presentes na região da cauda, e indicam regiões de pouco encruamento.

Ao longo de 1, 2, 4 e 6 passes, as travessias transversais se distanciaram do Nb homogeneizado e não deformado, indicando que em 6 passes, há uma estagnação dos valores de dureza HV em ~ 140 . A partir de 6 passes, Figuras 52 (d-e), o nível de homogeneidade dos valores de dureza HV foi superior aos passes anteriores, Figuras 52 (a-c). Os valores de dureza HV se desenvolvem até uma condição em que as durezas da cabeça, e em especial a da cauda, são muito semelhantes aos valores de dureza no centro do corpo de prova. Assim, a diferença entre os valores de microdureza na travessia central e nas travessias das bordas (cabeça e cauda), diminuiu após seis passes e a homogeneidade da dureza dentro da liga foi aumentada.

Dessa forma, há um aumento gradual nos valores de microdureza nas extremidades superior e inferior em direção ao centro do corpo de prova, com o aumento do número de passes. Assim, os valores de microdureza tornaram-se mais homogêneos ao longo do corpo de prova após 6 passes, sendo o mesmo padrão observado para a condição de processamento com matriz de $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$.

Em se tratando da análise estatística ANOVA realizada entre os três grupos ao longo dos passes, foi possível identificar uma variação significativa entre cabeça, centro e cauda em até 4 passagens, sendo que em 6 e 8 passes, não houve variação de dureza entre as três regiões analisadas.

Umas das principais diferenças em torno das análises em relação as matrizes utilizadas dizem respeito se relacionaram a amplitude dos valores de dureza HV percebidos no gráfico de mapeamento regional em 8 passes. A amplitude de durezas em 8 passes para as ZDP em matriz de $\Phi = 90^\circ$ com $\Psi = 0^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$ foram de ~ 138 – 155HV e ~ 128 – 158HV , respectivamente. Na ZDP de $\Psi = 32^\circ$, foram percebidas maiores barras de erro se comparada às outras travessias. Os limites superior e inferior de dureza em 8 passes foram superiores àquelas apresentadas no mapeamento nessa mesma região na ZDP de $\Psi = 32^\circ$, indicando que, nessa condição, o grau de homogeneidade é alto, porém diminuído em relação a ZDP com $\Psi = 0^\circ$.

Ocorreu uma variação significativa no primeiro e segundo passe nas 3 regiões de análise, onde os valores de dureza foram significativamente maiores no centro e menores nas extremidades superior e inferior. Em 4 passes, apenas a região da cauda apresentou uma distorção significativa em relação a cabeça e centro e, a partir de 4 passes, não houve diferença estatisticamente significativa, entre cada uma das regiões analisadas.

Em ambas as configurações de matrizes utilizadas nesses experimentos, as barras de erro foram maiores na região do centro e cauda, sendo a da cauda ainda maior que a do centro. As barras de erro em todas as regiões diminuem com o aumento do número de passes ECAP, confirmando na condição de análise por região, a existência de uma maior uniformidade microestrutural após um maior número de prensagens.

5.3.2.5. Parâmetros de uniformidade de distribuição de tensão

5.3.2.5.1. Fator de não homogeneidade (IF)

Da mesma forma que para as amostras processados na ZDP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$, foi determinado o fator de não homogeneidade (IF) em cada uma das regiões do mapeamento ao longo de 1, 2, 4, 6 e 8 passes ECAP, a partir da Equação 05. Os dados calculados são apresentados na Tabela 10 em função do número de passes.

Tabela 10. Microdureza Vickers e fator de não homogeneidade em função do número de passes.

Número de Passes	Fator de Não homogeneidade por região		
	Cabeça	Centro	Cauda
0	0,032	0,028	0,027
1	0,082	0,052	0,091
2	0,048	0,034	0,048
4	0,035	0,041	0,051
6	0,029	0,027	0,044
8	0,029	0,032	0,040

A Tabela 10 apresenta os dados do fator de não homogeneidade (IF) em cada uma das regiões para matriz ECAP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. Altos valores de IF no primeiro, passe indicam um padrão de heterogeneidade dos perfis de dureza, quanto mais distante de zero o IF, menos uniforme o mapeamento se apresenta. Os resultados indicaram que a distribuição da deformação plástica do plano Z do corpo de prova foi altamente não homogênea. Os maiores valores de IF foram nas regiões da cabeça e cauda, indicando

maior heterogeneidade, os quais foram coerentes com as distribuições homogêneas de dureza mostrados até essa seção. O aumento do número de passes reduziu os valores do IF nas três regiões. As maiores amplitudes de dureza, justificam maiores IF para essa condição, quando comparamos com matriz de configuração ZDP com $\Psi = 0^\circ$.

O maior nível de não homogeneidade na microestrutura ocorreu após o primeiro passe, onde IF estava mais distante do valor ideal ($IF = 0$). Após o segundo passe, os valores de dureza HV começam a se aproximarem entre si, reduzindo o IF com o aumento do número de passes ECAP.

5.3.2.5.2. Desvio Padrão (DV)

A Figura 53 mostra os valores de desvio padrão dos valores de microdureza Vickers para o Nb deformado na matriz com $\Psi = 32^\circ$ em 0, 1, 2, 4, 6 e 8 passes ECAP. Os valores correspondem a microdureza média no plano Z nas três regiões de análise – cabeça, centro e cauda.

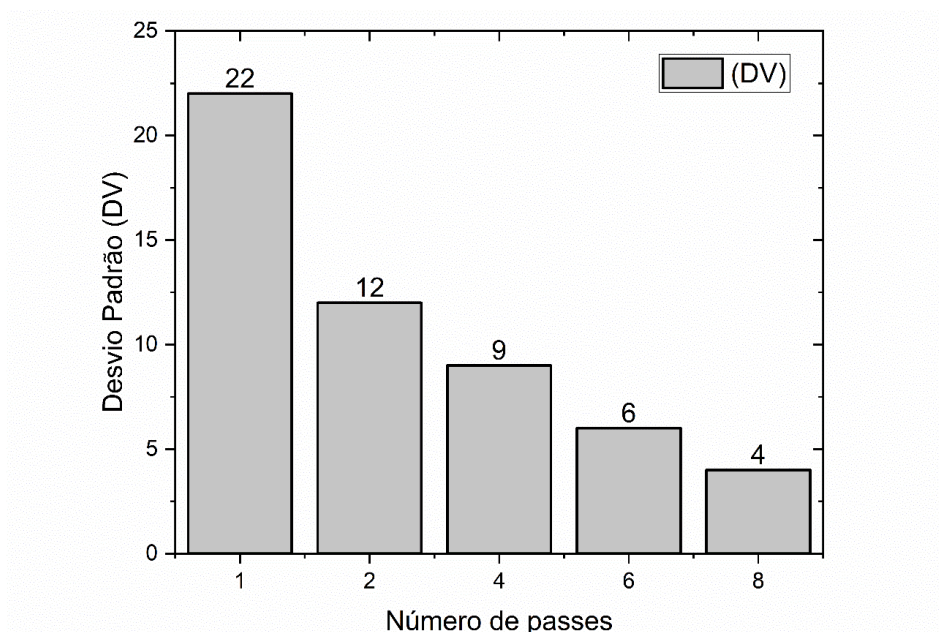


Figura 53. Valores de desvio padrão em função do número de passes: 1, 2, 4, 6 e 8 passes na matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$.

Os resultados de distribuição de tensão, sob o aspecto do desvio padrão, é coerente com o IF da mesma condição de processamento. O DV é reduzido conforme se aumenta o incremento de tensão efetiva. Para essa condição de ZDP, o decréscimo foi de 45% (1° ao 2° passe), 25% (2° ao 4° passe), 33% (4° ao 6° passe) e 33% (6° ao 8° passe).

Assim, como na configuração de ZDP com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$, os resultados dos parâmetros de uniformidade de distribuição de deformação – IF e DV – confirmaram que houve uma excelente concordância entre os resultados de mapeamento total e mapeamento regional e os parâmetros de uniformidade de distribuição de deformação.

5.3.3. Correlação entre o processo ECAP, Microestrutura e dureza

Baseado nos resultados da seção anterior, serão apresentadas uma relação direta entre as mudanças na microestrutura com os valores de dureza HV e uma correlação entre homogeneidade de durezas e homogeneidade da microestrutura.

A partir do mapeamento codificado em cores e das análises microestruturais, pode-se inferir que os pontos de baixa dureza – faixas em tons azuis – correspondem às regiões de fraco cisalhamento e zonas sem deformação. O bandeamento grosseiro foi o ponto de transição entre uma dureza mais baixa e uma dureza mais alta – faixas em amarelo – enquanto o bandeamento mais refinado – faixas em tons alaranjados – corresponde as durezas mais altas na microestrutura. Nesse contexto, foi possível correlacionar a variação de dureza com as alterações na microestrutura e determinar o padrão de homogeneidade ou heterogeneidade de uma microestrutura.

A distribuição de dureza foi consequência da estrutura formada pela deformação ECAP, morfologia das bandas formadas, formação de *zonas mortas*, zonas de fraco cisalhamento, formação de uma estrutura bimodal, fração de regiões bandeadas no mapeamento e presença de bandas grosseiras e refinadas, que direcionam a heterogeneidade da microestrutura.

A partir do mapeamento codificado por cores de ambas as configurações de matrizes, foi possível correlacionar que a falta de homogeneidade das microestruturas dos corpos de prova resultou em falta de homogeneidade de dureza, ou seja, pontos de baixa dureza identificados no mapeamento são os pontos que a microestrutura apresentou regiões isentas de cisalhamento. Essas faixas de baixa dureza, tiveram seu tamanho mensurado ao longo dos passes e foi perceptível que seu tamanho reduziu com o incremento da tensão acumulativa.

As mudanças mais intensas na microestrutura acontecem no primeiro passe devido a uma tensão efetiva de ~ 1 para ambas as ZDP, que favoreceu o encruamento do material após o processamento, e são consequência da alta densidade de discordâncias

introduzidas na microestrutura durante os passes ECAP. A intensidade com a qual essas mudanças aconteceram na microestrutura ao longo do incremento de tensão efetiva, depende das propriedades do material, como microestrutura inicial, energia de falha de empilhamento, tipo de estrutura cristalina, entre outras propriedades que podem estar inter-relacionadas. Essa mudança na microestrutura é parâmetro para justificar que os valores de dureza HV praticamente dobraram em 8 passes, quando se compara a condição inicial do Nb em ambas as configurações de ZDP analisadas.

O material processado em 1 passe apresentou uma microestrutura que consistiu de zonas de baixa e alta dureza, que são equivalentes às regiões que apresentam um bandejamento mais grosseiro e mais fino, respectivamente. Essas áreas, como estão próximas umas das outras, causam uma flutuação nos perfis de dureza como são evidentes no mapeamento total nos primeiros passes. Na literatura, é consolidado que há uma alta heterogeneidade nas microestruturas de materiais deformados por ECAP nos estágios iniciais de processamento [60, 90, 115, 140, 174].

Embora os valores de dureza na matriz com ZDP de $\Psi = 0^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$ não apresentem variação significativa, no mapeamento codificado por cores, foi possível analisar a distribuição da deformação pela superfície do corpo de prova. Assim, foi perceptível que na ZDP de $\Psi = 32^\circ$, houve uma maior capacidade dessa configuração em produzir uma microestrutura com maior espalhamento azimutal, ou seja, as bandas – responsáveis por parte do aumento de dureza – se dispersaram em todo o mapeamento amostral, indicando para essa condição, a existência de uma microestrutura menos heterogênea.

Nesta etapa, a distribuição dos valores de microdureza não foi uniforme e variou ao longo da espessura do corpo de prova, com valores maiores no centro e valores menores nas bordas (cabeça e cauda). A estrutura de bandas na parte central do corpo de prova deformado foi mais refinado e apresentou maior dureza que as outras regiões – cabeça e cauda – que apresentaram menor dureza e uma microestrutura isenta de deformações e com bandejamento mais grosseiro.

Com o aumento de passes ECAP, novas camadas de bandas foram depositadas sobre o bandejamento anterior, produzindo uma nova estrutura com maior densidade de discordâncias, alterando a microestrutura final em relação à microestrutura inicialmente depositada. Essa alteração da microestrutura ao longo dos passes, aumentou os valores de

dureza em até 4 passes, e a partir de 6, essa densidade de discordância e encruamento chegaram a um estágio de saturação do corpo de prova deformado.

Com o aumento do número de passes e a diminuição do tamanho da *zona morta* nas regiões da cabeça e cauda, foi possível perceber que os valores de dureza se tornaram mais próximos aos valores do centro. Em suma, regiões de fraco cisalhamento e *zonas mortas* são as principais estruturas responsáveis pela heterogeneidade da microestrutura e, por conseguinte, pela dispersão relativa das microdurezas.

A partir do quarto passe e independente das ZDP utilizadas nos experimentos, a fração de regiões bandeadas na microestrutura foi igual ou superior a 90% do mapeamento amostral, e em 6 passes correspondeu a saturação dos valores de durezas HV. Além disso, a análise microestrutural demonstrou que, no estágio final de deformação em 8 passes, a microdureza tornou-se razoavelmente uniforme em todo mapeamento do corpo de prova, exceto na condição com ZDP $\Psi = 32^\circ$, onde que as regiões de *zonas mortas* não foram identificadas na região da cauda no mapeamento codificado por cores, mas notadas a partir da amplitude dos dados de dureza HV no mapeamento por região, e confirmadas por maiores barras de erros dos valores de dureza nas travessias da respectiva região e nos maiores IF para as regiões da cauda.

Uma hipótese acerca da orientação das bandas grosseiras e refinadas na microestrutura é que, mesmo que as bandas exibam uma orientação preferencial em relação ao eixo de extrusão, não há correlação entre os valores de durezas e a orientação dessas bandas. Dessa forma infere-se que a dureza depende muito mais do refinamento da microestrutura do que da própria orientação.

A existência de bandas de cisalhamento, transição, deformação e microbandas na microestrutura ECAP explica a dispersão relativamente ampla do intervalo de valores de dureza, ou seja, a fração de regiões bandeadas desempenham um papel importante nos valores de dureza HV. Quando a frequência de regiões bandeadas estava em torno de 50%, os dados de dureza foram mais heterogêneos, mas o aumento da fração dessas regiões bandeadas, tornou os valores de dureza mais uniforme. No mapeamento por região, as travessias de dureza das três regiões se aproximaram uma das outras com o aumento das bandas no mapeamento amostral.

O ECAP foi eficiente em aumentar a resistência do Nióbio. A dureza média dos corpos de prova aumentaram em até 4 passes, sendo esse acréscimo de dureza é

justificado pelo aumento da tensão acumulativa e, conseqüentemente, pelas mudanças microestruturais em cada um dos passes ECAP, fato este observado em ambas ZDP desses experimentos.

Em geral, os materiais produzidos por técnicas DPS geralmente têm características estruturais especiais, como altas densidades de discordâncias, contornos de grão fora do equilíbrio e outras características estruturais associadas a deformações plásticas intensas. Esses defeitos produzidos pelo processamento DPS levam também a uma alta resistência à deformação plástica ECAP[175], os quais são compatíveis com os resultados experimentais dessa investigação.

6. CONCLUSÃO

- Foram avaliados quatro sistemas de lubrificação para investigar o desempenho durante processamento em 1 passe ECAP. Os resultados mostram que os lubrificantes: spray e fita de politetrafluoretileno – PTFE (SF-PTFE), MoS₂ em graxa (MS) e MoS₂ em graxa com fita de PTFE (MSF-PTFE) apresentaram desempenho superior em relação a condição sem lubrificante. Verificou-se também que os usos combinados de fita PTFE (fita de politetrafluoretileno) no MoS₂ em graxa e spray de politetrafluoretileno garantiram resultados satisfatórios a ambos os sistemas de lubrificação para deformação a frio do Nb, sendo o SF-PTFE o sistema de lubrificação que ofereceu uma alternativa adequada à pasta comumente usada MoS₂ em graxa.
- O Nb foi processado por ECAP em até 8 passes em temperatura ambiente usando uma matriz com um ângulo de canal de 90° e ângulo de curvatura de 0° e 32°. Este processamento produziu um corpo de prova isento de trincas e rachaduras.
- A microestrutura do material, após deformação a frio, apresentou uma diminuição da heterogeneidade de deformação ao longo dos passes ECAP. Bandas grosseiras foram identificadas em até 4 passes para a configuração de matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ e em até 6 passes para a matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$. As microestruturas progrediram para uma condição isenta de bandas grosseiras e com prevalência de um bandejamento mais fino a partir de 6 passagens. A partir da análise de alguns parâmetros microestruturais como tamanho de *zonas mortas*, fração de bandas no mapeamento e inclinação do fluxo cisalhante, é possível inferir que a microestrutura da configuração de matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 0^\circ$ apresentou melhora na homogeneidade em relação a configuração de matriz com $\Phi = 90^\circ$ e $\Psi = 32^\circ$ em até 8 passes.
- Medidas de microdureza foram feitas no plano Z de corpos de prova de Nb puro após processamento por ECAP em 1, 2, 4, 6 e 8 passes. Essas medições revelam a presença de valores de baixa dureza nas extremidades superior e inferior dos corpos de prova nos primeiros passes. Com o aumento da tensão acumulativa, há

uma evolução gradual para uma distribuição homogênea de dureza ao longo do plano Z após 6 passes em ambas as configurações de ZDP.

- No mapeamento regional, as regiões foram representadas por três travessias em intervalos de 0,5 mm ao longo do plano Z, de modo a obter uma maior precisão dos intervalos de flutuação dos valores de dureza HV. Com o aumento do número de passes, as travessias ficaram mais próximas uma das outras indicando que em ambas as configurações de matrizes a variação de dureza HV se tornou cada vez menor entre as regiões.
- Os resultados experimentais de durezas foram correlacionados com as observações microestruturais em 8 passagens por ECAP em ambas as configurações de matrizes. Foi possível observar que as microestruturas com bandas mais refinadas, menor *zona morta* e fluxo cisalhante paralelo ao PDC, apresentam maiores valores de dureza, enquanto que as microestruturas com bandas grosseiras, maior *zona morta* e fluxo cisalhante aleatório, possuem os menores valores de dureza no mapeamento de homogeneidade de dureza HV.
- A partir dessas conclusões infere-se que o ECAP foi eficiente no processamento do Nb em até 8 passes, utilizando matrizes com ângulo de canal reto ($\Phi = 90^\circ$) com variação do ângulo de curvatura ($\Psi = 0^\circ$ e 32°). Os experimentos mostraram resultados satisfatórios de processamento, homogeneidade microestrutural e dureza, quando os corpos de provas foram devidamente lubrificados.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Analisar a homogeneidade microestrutural e de dureza nos eixos X e Y das amostras deformadas por ECAP ao longo de 1, 2, 4, 6 e 8 passes;
- Analisar a microestrutura em nível nanométrico das condições deformadas;
- Analisar a relação entre a homogeneidade de deformação ECAP com a resistência à corrosão por meio de técnicas de ensaios eletroquímicos;
- Realizar refinamento Rietveld para analisar os parâmetros de rede da célula unitária e se há alguma relação entre o número de passes ECAP.

REFERÊNCIAS

- [1] P. Kneisel *et al.*, “Review of ingot niobium as a material for superconducting radiofrequency accelerating cavities”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, vol. 774, p. 133–150, fev. 2015, doi: 10.1016/j.nima.2014.11.083.
- [2] M. Balat-Pichelin, J. L. Sans, C. Escape, e H. Combes, “Emissivity of Elgiloy and pure niobium at high temperature for the Solar Orbiter mission”, *Vacuum*, vol. 142, p. 87–95, ago. 2017, doi: 10.1016/j.vacuum.2017.05.012.
- [3] C. G. O. Bruziquesi *et al.*, “NIÓBIO: UM ELEMENTO QUÍMICO ESTRATÉGICO PARA O BRASIL”, *Química Nova*, vol. 42, nº 10, p. 1184–1188, out. 2019, doi: 10.21577/0100-4042.20170442.
- [4] R. Z. Valiev e T. G. Langdon, “Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement”, *Progress in Materials Science*, vol. 51, nº 7, p. 881–981, set. 2006, doi: 10.1016/j.pmatsci.2006.02.003.
- [5] T. G. Langdon, “Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement”, *Acta Materialia*, vol. 61, nº 19, p. 7035–7059, nov. 2013, doi: 10.1016/j.actamat.2013.08.018.
- [6] H. H. Bernardi, “Processamento e caracterização microestrutural de nióbio deformado plasticamente por extrusão em canal angular.”, (Doutorado em Engenharia de Materiais), Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo, 2009.
- [7] R. Z. Valiev, T. C. Lowe, e A. K. Mukherjee, “Understanding the unique properties of SPD-induced microstructures”, *JOM*, vol. 52, nº 4, p. 37–40, abr. 2000, doi: 10.1007/s11837-000-0130-0.
- [8] V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, I. V. Alexandrov, T. C. Lowe, e R. Z. Valiev, “Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 299, nº 1, p. 59–67, fev. 2001, doi: 10.1016/S0921-5093(00)01411-8.
- [9] S. Faghihi, F. Azari, A. P. Zhilyaev, J. A. Szpunar, H. Vali, e M. Tabrizian, “Cellular and molecular interactions between MC3T3-E1 pre-osteoblasts and nanostructured titanium produced by high-pressure torsion”, *Biomaterials*, vol. 28, nº 27, p. 3887–3895, set. 2007, doi: 10.1016/j.biomaterials.2007.05.010.
- [10] M. Hoseini, A. Shahryari, S. Omanovic, e J. A. Szpunar, “Comparative effect of grain size and texture on the corrosion behaviour of commercially pure titanium processed by equal channel angular pressing”, *Corrosion Science*, vol. 51, nº 12, p. 3064–3067, dez. 2009, doi: 10.1016/j.corsci.2009.08.017.
- [11] R. Kapoor, “Chapter 20 - Severe Plastic Deformation of Materials”, em *Materials Under Extreme Conditions*, A. K. Tyagi e S. Banerjee, Orgs., Amsterdam: Elsevier, 2017, p. 717–754. doi: 10.1016/B978-0-12-801300-7.00020-6.

- [12] V. M. Segal, *Methods of stress-strain analysis in metalforming*. em Physical Technical Institute Academy of Sciences of Buelorussia. Minsk, Russia: Physical Technical Institute Academy of Sciences of Buelorussia, 1974.
- [13] P. S. Roodposhti, N. Farahbakhsh, A. Sarkar, e K. L. Murty, “Microstructural approach to equal channel angular processing of commercially pure titanium—A review”, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 25, n° 5, p. 1353–1366, maio 2015, doi: 10.1016/S1003-6326(15)63734-7.
- [14] R. Srinivasan, “Computer simulation of the equichannel angular extrusion (ECAE) process”, *Scripta Materialia*, vol. 44, n° 1, p. 91–96, jan. 2001, doi: 10.1016/S1359-6462(00)00546-7.
- [15] V. N. Anumalasetty, Y. Tick-Hon, e H. P. Seow, *Deformation behavior and strain homogeneity in equal channel angular extrusion/pressing*, vol. 192. 2007. doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.04.093.
- [16] B. Bazaz, A. Zarei-Hanzaki, e S. M. Fatemi-Varzaneh, “Hardness and microstructure homogeneity of pure copper processed by accumulative back extrusion”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 559, p. 595–600, jan. 2013, doi: 10.1016/j.msea.2012.08.147.
- [17] H. R. Z. Sandim, H. H. Bernardi, B. Verlinden, e D. Raabe, “Equal channel angular extrusion of niobium single crystals”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 467, n° 1, p. 44–52, out. 2007, doi: 10.1016/j.msea.2007.02.086.
- [18] Z. Pan *et al.*, “Microstructural evolution and mechanical properties of niobium processed by equal channel angular extrusion up to 24 passes”, *Acta Materialia*, vol. 60, n° 5, p. 2310–2323, mar. 2012, doi: 10.1016/j.actamat.2011.12.019.
- [19] V. V. Popov, E. N. Popova, e A. V. Stolbovskiy, “Nanostructuring Nb by various techniques of severe plastic deformation”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 539, p. 22–29, mar. 2012, doi: 10.1016/j.msea.2011.12.082.
- [20] N. R. Philips, M. Carl, e N. J. Cunningham, “New Opportunities in Refractory Alloys”, *Metall Mater Trans A*, vol. 51, n° 7, p. 3299–3310, jul. 2020, doi: 10.1007/s11661-020-05803-3.
- [21] “Mechanical behavior and forming of commercially-pure niobium sheet”, *International Journal of Solids and Structures*, vol. 257, p. 111770, dez. 2022, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2022.111770.
- [22] M. Kim *et al.*, “Mechanical behavior and forming of commercially-pure niobium sheet”, *International Journal of Solids and Structures*, vol. 257, p. 111770, dez. 2022, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2022.111770.
- [23] R. Grill e A. Gnadenberger, “Niobium as mint metal: Production–properties–processing”, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 24, n° 4, p. 275–282, jul. 2006, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2005.10.008.
- [24] M. Sankar, Y. Satish Reddy, e R. G. Baligidad, “Effect of different thermomechanical processing on structure and mechanical properties of electron beam melted niobium”, *Trans Indian Inst Met*, vol. 62, n° 2, p. 135–139, abr. 2009, doi: 10.1007/s12666-009-0018-9.

- [25] M. Liu *et al.*, “Additive manufacturing of pure niobium by laser powder bed fusion: Microstructure, mechanical behavior and oxygen assisted embrittlement”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 866, p. 144691, fev. 2023, doi: 10.1016/j.msea.2023.144691.
- [26] S. Lyon *et al.*, “Corrosion of Tantalum and Niobium and their Alloys”, *Shreir’s Corrosion: Volume 3: Corrosion and Degradation of Engineering Materials*, dez. 2009, Acesso em: 24 de julho de 2023. [Online]. Disponível em: <https://research.manchester.ac.uk/en/publications/corrosion-of-tantalum-and-niobium-and-their-alloys>
- [27] R. M. F. S. SOUSA, L. E. FERNANDES, e W. GUERRA, “Nióbio”, vol. 35, nº 1, p. 68–69, 2013.
- [28] L. Kommel, “Microstructure and properties that change during hard cyclic viscoplastic deformation of bulk high purity niobium”, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 79, p. 10–17, fev. 2019, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2018.10.009.
- [29] Y. Estrin e A. Vinogradov, “Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science”, *Acta Materialia*, vol. 61, nº 3, p. 782–817, fev. 2013, doi: 10.1016/j.actamat.2012.10.038.
- [30] X. Sauvage, G. Wilde, S. V. Divinski, Z. Horita, e R. Z. Valiev, “Grain boundaries in ultrafine grained materials processed by severe plastic deformation and related phenomena”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 540, p. 1–12, abr. 2012, doi: 10.1016/j.msea.2012.01.080.
- [31] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, e I. P. Semenova, “Superplasticity in nanostructured materials: New challenges”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 463, nº 1, p. 2–7, ago. 2007, doi: 10.1016/j.msea.2006.08.121.
- [32] R. VALIEV, “Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties | Nature Materials”, *Nature*, nº 3, p. 511–516, 2004, doi: <https://www.nature.com/articles/nmat1180>.
- [33] L. Mishnaevsky *et al.*, “Nanostructured titanium-based materials for medical implants: Modeling and development”, *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 81, p. 1–19, jul. 2014, doi: 10.1016/j.mser.2014.04.002.
- [34] K. Bartha *et al.*, “Lattice defects in severely deformed biomedical Ti-6Al-7Nb alloy and thermal stability of its ultra-fine grained microstructure”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 788, p. 881–890, jun. 2019, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.02.173.
- [35] R. Z. Valiev, M. Y. MURASHKIN, A. V. GANEEV, e N. A. ENIKEEV, “Superstrength of nanostructured metals and alloys produced by severe plastic deformation | SpringerLink”, *The Physics of Metals and Metallograph*, nº 113, p. 1193–1201, 2012.
- [36] Y. Fukuda, K. Oh-ishi, Z. Horita, e T. G. Langdon, “Processing of a low-carbon steel by equal-channel angular pressing”, *Acta Materialia*, vol. 50, nº 6, p. 1359–1368, abr. 2002, doi: 10.1016/S1359-6454(01)00441-4.

- [37] L. S. Toth e C. Gu, “Ultrafine-grain metals by severe plastic deformation”, *Materials Characterization*, vol. 92, p. 1–14, jun. 2014, doi: 10.1016/J.MATCHAR.2014.02.003.
- [38] G. E. DIETER, *Metalurgia Mecânica*. Guanabara Dois S. A., 1982.
- [39] R. W. HERTZBERG, *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*. New York: John Wiley & Sons, 2012.
- [40] R. Z. Valiev, I. V. Alexandrov, Y. T. Zhu, e T. C. Lowe, “Paradox of Strength and Ductility in Metals Processed Bysevere Plastic Deformation”, *Journal of Materials Research*, vol. 17, nº 1, p. 5–8, jan. 2002, doi: 10.1557/JMR.2002.0002.
- [41] W. Q. Cao, A. Godfrey, e Q. Liu, “EBSP investigation of microstructure and texture evolution during equal channel angular pressing of aluminium”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 361, nº 1, p. 9–14, nov. 2003, doi: 10.1016/S0921-5093(03)00055-8.
- [42] S. Swaminathan *et al.*, “Severe plastic deformation (SPD) and nanostructured materials by machining”, *J Mater Sci*, vol. 42, nº 5, p. 1529–1541, mar. 2007, doi: 10.1007/s10853-006-0745-9.
- [43] H. Kumar, K. Devade, D. Pratap Singh, J. Mohan Giri, M. Kumar, e V. Arun, “Severe plastic deformation: A state of art”, *Materials Today: Proceedings*, mar. 2023, doi: 10.1016/j.matpr.2023.02.194.
- [44] M. J. Zehetbauer e R. Z. Valiev, *Nanomaterials by Severe Plastic Deformation*. John Wiley & Sons, 2006.
- [45] M. Kasaeian-Naeini, M. Sedighi, e R. Hashemi, “Severe plastic deformation (SPD) of biodegradable magnesium alloys and composites: A review of developments and prospects”, *Journal of Magnesium and Alloys*, vol. 10, nº 4, p. 938–955, abr. 2022, doi: 10.1016/j.jma.2021.11.006.
- [46] S. Sabbaghianrad, S. A. Torbati-Sarraf, e T. G. Langdon, “An investigation of the limits of grain refinement after processing by a combination of severe plastic deformation techniques: A comparison of Al and Mg alloys”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 712, p. 373–379, jan. 2018, doi: 10.1016/j.msea.2017.11.090.
- [47] V. M. SEGAL, V. REZNIKOV, e A. DROBYSHEVSKIY, 1981.
- [48] M. Hockauf *et al.*, “Mechanical properties and corrosion behaviour of ultrafine-grained AA6082 produced by equal-channel angular pressing”, *J Mater Sci*, vol. 43, nº 23, p. 7409–7417, dez. 2008, doi: 10.1007/s10853-008-2724-9.
- [49] S. R. Agnew, P. Mehrotra, T. M. Lillo, G. M. Stoica, e P. K. Liaw, “Crystallographic texture evolution of three wrought magnesium alloys during equal channel angular extrusion”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 408, nº 1, p. 72–78, nov. 2005, doi: 10.1016/j.msea.2005.07.052.
- [50] V. M. Segal, “Materials processing by simple shear”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 197, nº 2, p. 157–164, jul. 1995, doi: 10.1016/0921-5093(95)09705-8.

- [51] Y. Huang e T. G. Langdon, “Advances in ultrafine-grained materials”, *Materials Today*, vol. 16, n° 3, p. 85–93, mar. 2013, doi: 10.1016/j.mattod.2013.03.004.
- [52] Y. Estrin e A. Vinogradov, “Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science”, *Acta Materialia*, vol. 61, n° 3, p. 782–817, fev. 2013, doi: 10.1016/j.actamat.2012.10.038.
- [53] M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, e T. G. Langdon, *The Shearing Characteristics Associated with Equal-Channel Angular Pressing*, vol. 257. 1998. doi: 10.1016/S0921-5093(98)00750-3.
- [54] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, e T. G. Langdon, “The process of grain refinement in equal-channel angular pressing”, *Acta Materialia*, vol. 46, n° 9, p. 3317–3331, maio 1998, doi: 10.1016/S1359-6454(97)00494-1.
- [55] J. Suh, J. Victoria-Hernández, D. Letzig, R. Golle, e W. Volk, “Effect of processing route on texture and cold formability of AZ31 Mg alloy sheets processed by ECAP”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 669, p. 159–170, jul. 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.05.027.
- [56] X. Zhao, X. Yang, X. Liu, X. Wang, e T. G. Langdon, “The processing of pure titanium through multiple passes of ECAP at room temperature”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, n° 23, p. 6335–6339, set. 2010, doi: 10.1016/j.msea.2010.06.049.
- [57] S. Suwas, G. Gottstein, e R. Kumar, “Evolution of crystallographic texture during equal channel angular extrusion (ECAE) and its effects on secondary processing of magnesium”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 471, n° 1, p. 1–14, dez. 2007, doi: 10.1016/j.msea.2007.05.030.
- [58] A. Yamashita, D. Yamaguchi, Z. Horita, e T. G. Langdon, “Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 287, n° 1, p. 100–106, jul. 2000, doi: 10.1016/S0921-5093(00)00836-4.
- [59] Y. Han *et al.*, *Effect of ECAP numbers on microstructure and properties of titanium matrix composite*, vol. 75. 2015. doi: 10.1016/j.matdes.2015.03.018.
- [60] C. Xu e T. G. Langdon, “The development of hardness homogeneity in aluminum and an aluminum alloy processed by ECAP”, *J Mater Sci*, vol. 42, n° 5, p. 1542–1550, mar. 2007, doi: 10.1007/s10853-006-0899-5.
- [61] I. Sabirov, M. Yu. Murashkin, e R. Z. Valiev, “Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 560, p. 1–24, jan. 2013, doi: 10.1016/j.msea.2012.09.020.
- [62] P. B. Berbon, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, e T. G. Langdon, “Influence of pressing speed on microstructural development in equal-channel angular pressing”, *Metall and Mat Trans A*, vol. 30, n° 8, p. 1989–1997, ago. 1999, doi: 10.1007/s11661-999-0009-9.
- [63] A. Vevečka, M. Cabibbo, e T. G. Langdon, “A characterization of microstructure and microhardness on longitudinal planes of an Al–Mg–Si alloy processed by ECAP”, *Materials Characterization*, vol. 84, p. 126–133, out. 2013, doi: 10.1016/j.matchar.2013.07.016.

- [64] K. R. Gopi e H. Shivananda Nayaka, “Microstructure and mechanical properties of magnesium alloy processed by equal channel angular pressing (ECAP)”, *Materials Today: Proceedings*, vol. 4, n° 9, p. 10288–10292, jan. 2017, doi: 10.1016/j.matpr.2017.06.366.
- [65] M. J. Qarni, A. Rosochowski, e S. Boczkal, “Influence of incremental ECAP on the microstructure and tensile behaviour of commercial purity titanium”, *Procedia Engineering*, vol. 207, p. 1481–1486, jan. 2017, doi: 10.1016/j.proeng.2017.10.917.
- [66] M. I. Abd el aal e M. M. Sadawy, “Influence of ECAP as grain refinement technique on microstructure evolution, mechanical properties and corrosion behavior of pure aluminum”, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 25, n° 12, p. 3865–3876, dez. 2015, doi: 10.1016/S1003-6326(15)64034-1.
- [67] P. Minárik, R. Král, e M. Janeček, “Effect of ECAP processing on corrosion resistance of AE21 and AE42 magnesium alloys”, *Applied Surface Science*, vol. 281, p. 44–48, set. 2013, doi: 10.1016/j.apsusc.2012.12.096.
- [68] L. Zhang, A. Ma, J. Jiang, e X. Jie, “Effect of processing methods on microhardness and acid corrosion behavior of low-carbon steel”, *Materials & Design (1980-2015)*, vol. 65, p. 115–119, jan. 2015, doi: 10.1016/j.matdes.2014.09.010.
- [69] Y. Gu *et al.*, “Simultaneously improving mechanical properties and corrosion resistance of pure Ti by continuous ECAP plus short-duration annealing”, *Materials Characterization*, vol. 138, p. 38–47, abr. 2018, doi: 10.1016/j.matchar.2018.01.050.
- [70] V. N. Chuvil’deev *et al.*, “Study of mechanical properties and corrosive resistance of ultrafine-grained α -titanium alloy Ti-5Al-2V”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 723, p. 354–367, nov. 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2017.06.220.
- [71] R. Naseri, H. Hiradfar, M. Shariati, e M. Kadkhodayan, “A comparison of axial fatigue strength of coarse and ultrafine grain commercially pure titanium produced by ECAP”, *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 18, n° 3, p. 755–767, jul. 2018, doi: 10.1016/j.acme.2017.12.005.
- [72] V. M. Segal, “Engineering and commercialization of equal channel angular extrusion (ECAE)”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 386, n° 1, p. 269–276, nov. 2004, doi: 10.1016/j.msea.2004.07.023.
- [73] V. M. Segal, K. T. Hartwig, e R. E. Goforth, “In situ composites processed by simple shear”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 224, n° 1, p. 107–115, mar. 1997, doi: 10.1016/S0921-5093(96)10539-6.
- [74] V. M. Segal, “Materials processing by simple shear”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 197, n° 2, p. 157–164, jul. 1995, doi: 10.1016/0921-5093(95)09705-8.
- [75] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, e T. G. Langdon, “Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials”, *Scripta Materialia*, vol. 35, n° 2, p. 143–146, jul. 1996, doi: 10.1016/1359-6462(96)00107-8.

- [76] K. F. D. Silva, “PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS MESTRADO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS”, p. 105, 2017.
- [77] H. S. Kim, “Evaluation of strain rate during equal-channel angular pressing”, *Journal of Materials Research*, vol. 17, nº 1, p. 172–179, 2002, doi: 10.1557/JMR.2002.0026.
- [78] V. M. Segal, “Slip line solutions, deformation mode and loading history during equal channel angular extrusion”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 345, nº 1, p. 36–46, mar. 2003, doi: 10.1016/S0921-5093(02)00258-7.
- [79] S. Li, M. A. M. Bourke, I. J. Beyerlein, D. J. Alexander, e B. Clausen, “Finite element analysis of the plastic deformation zone and working load in equal channel angular extrusion”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 382, nº 1, p. 217–236, set. 2004, doi: 10.1016/j.msea.2004.04.067.
- [80] R. B. Figueiredo, P. R. Cetlin, e T. G. Langdon, “The processing of difficult-to-work alloys by ECAP with an emphasis on magnesium alloys”, *Acta Materialia*, vol. 55, nº 14, p. 4769–4779, ago. 2007, doi: 10.1016/j.actamat.2007.04.043.
- [81] Z. Lin, L. Wang, X. Xue, W. Lu, J. Qin, e D. Zhang, “Microstructure evolution and mechanical properties of a Ti–35Nb–3Zr–2Ta biomedical alloy processed by equal channel angular pressing (ECAP)”, *Materials Science and Engineering: C*, vol. 33, nº 8, p. 4551–4561, dez. 2013, doi: 10.1016/j.msec.2013.07.010.
- [82] S. C. Yoon, P. Quang, S. I. Hong, e H. S. Kim, “Die design for homogeneous plastic deformation during equal channel angular pressing”, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 187–188, p. 46–50, jun. 2007, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2006.11.117.
- [83] F. Djavanroodi, B. Omranpour, M. Ebrahimi, e M. Sedighi, “Designing of ECAP parameters based on strain distribution uniformity”, *Progress in Natural Science: Materials International*, vol. 22, nº 5, p. 452–460, out. 2012, doi: 10.1016/j.pnsc.2012.08.001.
- [84] J. R. Bowen, A. Gholinia, S. M. Roberts, e P. B. Prangnell, “Analysis of the billet deformation behaviour in equal channel angular extrusion”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 287, nº 1, p. 87–99, jul. 2000, doi: 10.1016/S0921-5093(00)00834-0.
- [85] JC Werenskiold, HJ Roven, MJ Zehetbauer, RZ Valiev (Eds.), e EHETBAUER, Michael J.; VALIEV, Ruslan Z, “Nanomaterials by Severe Plastic Deformation”. Acesso em: 16 de agosto de 2021. [Online]. Disponível em: https://books.google.com.br/books?hl=pt-BR&lr=&id=Q7Hwy1w16EsC&oi=fnd&pg=PR7&ots=rIVfdBL4Nd&sig=jB_WO__63r7t50V8VpUDhx70Zu0&redir_esc=y#v=onepage&q&f=false
- [86] W. Skrotzki, “Deformation Heterogeneities in Equal Channel Angular Pressing”, *Mater. Trans.*, vol. 60, nº 7, p. 1331–1343, jul. 2019, doi: 10.2320/matertrans.MF201926.
- [87] J. R. Bowen, A. Gholinia, S. M. Roberts, e P. B. Prangnell, “Analysis of the billet deformation behaviour in equal channel angular extrusion”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 287, nº 1, p. 87–99, jul. 2000, doi: 10.1016/S0921-5093(00)00834-0.

- [88] P. B. Prangnell, C. Harris, e S. M. Roberts, “Finite element modelling of equal channel angular extrusion”, *Scripta Materialia*, vol. 37, n° 7, p. 983–989, out. 1997, doi: 10.1016/S1359-6462(97)00192-9.
- [89] J.-W. Park e J.-Y. Suh, “Effect of die shape on the deformation behavior in equal-channel angular pressing”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32, p. 3007–3014, dez. 2001, doi: 10.1007/s11661-001-0175-x.
- [90] M. Prell, C. Xu, e T. G. Langdon, “The evolution of homogeneity on longitudinal sections during processing by ECAP”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 480, n° 1, p. 449–455, maio 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.08.011.
- [91] J. Wongsan-Ngam, M. Kawasaki, e T. G. Langdon, “The development of hardness homogeneity in a Cu–Zr alloy processed by equal-channel angular pressing”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 556, p. 526–532, out. 2012, doi: 10.1016/j.msea.2012.07.022.
- [92] A. Shan, I.-G. Moon, H.-S. Ko, e J.-W. Park, “Direct observation of shear deformation during equal channel angular pressing of pure aluminum”, *Scripta Materialia*, vol. 41, n° 4, p. 353–357, jul. 1999, doi: 10.1016/S1359-6462(99)00188-8.
- [93] C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita, e T. G. Langdon, “The evolution of homogeneity and grain refinement during equal-channel angular pressing: A model for grain refinement in ECAP”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 398, n° 1, p. 66–76, maio 2005, doi: 10.1016/j.msea.2005.03.083.
- [94] F. P. E. Dunne, “Inhomogeneity of microstructure in superplasticity and its effect on ductility”, *International Journal of Plasticity*, vol. 14, n° 4, p. 413–433, jan. 1998, doi: 10.1016/S0749-6419(98)00013-8.
- [95] J. F. C. Lins, H. R. Z. Sandim, H.-J. Kestenbach, D. Raabe, e K. S. Vecchio, “A microstructural investigation of adiabatic shear bands in an interstitial free steel”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 457, n° 1, p. 205–218, maio 2007, doi: 10.1016/j.msea.2006.12.019.
- [96] W. Chrominski, L. Olejnik, A. Rosochowski, e M. Lewandowska, “Grain refinement in technically pure aluminium plates using incremental ECAP processing”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 636, p. 172–180, jun. 2015, doi: 10.1016/j.msea.2015.03.098.
- [97] A. F. PADILHA e F. SICILIANO JR, *Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura*. São Paulo: ABM, 2005.
- [98] T. G. Langdon, “The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 462, n° 1, p. 3–11, jul. 2007, doi: 10.1016/j.msea.2006.02.473.
- [99] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, R. Z. Valiev, e T. G. Langdon, “Microstructural characteristics of an ultrafine grain metal processed with equal-channel angular pressing”, *Materials Characterization*, vol. 37, n° 5, p. 277–283, nov. 1996, doi: 10.1016/S1044-5803(96)00131-3.
- [100] M. I. Abd el aal e M. M. Sadawy, “Influence of ECAP as grain refinement technique on microstructure evolution, mechanical properties and corrosion behavior of pure aluminum”, *Transactions of Nonferrous Metals Society of*

- China*, vol. 25, nº 12, p. 3865–3876, dez. 2015, doi: 10.1016/S1003-6326(15)64034-1.
- [101] D. V. Gunderov *et al.*, “Evolution of microstructure, macrotexture and mechanical properties of commercially pure Ti during ECAP-conform processing and drawing”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 562, p. 128–136, fev. 2013, doi: 10.1016/j.msea.2012.11.007.
- [102] M. Cabibbo, C. Paoletti, P. Minárik, R. Král, e M. Zemková, “Secondary phase precipitation and thermally stable microstructure refinement induced by ECAP on Mg-Y-Nd (WN43) alloy”, *Materials Letters*, vol. 237, p. 5–8, fev. 2019, doi: 10.1016/j.matlet.2018.09.107.
- [103] V. M. Segal, “Materials processing by simple shear”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 197, nº 2, p. 157–164, jul. 1995, doi: 10.1016/0921-5093(95)09705-8.
- [104] N. HANSEN, “Deformation microstructures”, vol. 27, p. 1447–1452, 1992.
- [105] D. J. Alexander e I. J. Beyerlein, “Anisotropy in mechanical properties of high-purity copper processed by equal channel angular extrusion”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 410–411, p. 480–484, nov. 2005, doi: 10.1016/j.msea.2005.08.149.
- [106] H. R. Z. SANDIM, *Heterogeneidades de deformação: uma visão microscópica, em Textura e relações de orientação*, 2º ed. São Paulo, 2003.
- [107] B. Bay, N. Hansen, e D. Kuhlmann-Wilsdorf, “Microstructural evolution in rolled aluminium”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 158, nº 2, p. 139–146, nov. 1992, doi: 10.1016/0921-5093(92)90002-I.
- [108] D. A. Hughes, “The evolution of deformation microstructures and local orientations (Conference) | OSTI.GOV”, *United States: N. p., 1995. Web.*, Acesso em: 23 de julho de 2023. [Online]. Disponível em: <https://www.osti.gov/biblio/418479>
- [109] D. A. Hughes e N. Hansen, “High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms”, *Acta Materialia*, vol. 45, nº 9, p. 3871–3886, set. 1997, doi: 10.1016/S1359-6454(97)00027-X.
- [110] M. T. Pérez-Prado, J. A. Hines, e K. S. Vecchio, “Microstructural evolution in adiabatic shear bands in Ta and Ta–W alloys”, *Acta Materialia*, vol. 49, nº 15, p. 2905–2917, set. 2001, doi: 10.1016/S1359-6454(01)00215-4.
- [111] C. S. Lee, B. J. Duggan, e R. E. Smallman, “A theory of deformation banding in cold rolling”, *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 41, nº 8, p. 2265–2270, ago. 1993, doi: 10.1016/0956-7151(93)90308-F.
- [112] F. S. J. Poggiali, R. B. Figueiredo, M. T. P. Aguilar, e P. R. Cetlin, “Effect of grain size on compression behavior of magnesium processed by Equal Channel Angular Pressing”, *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 2, nº 1, p. 30–35, jan. 2013, doi: 10.1016/j.jmrt.2013.03.009.
- [113] K. F. D. Silva, “Efeito Do Processo Ecap Sobre A Microestrutura e as Propriedades Mecânicas Da Liga Ti-35nb-0,15si E do Ti Cp”, p. 105, 2017.

- [114] L. Zhu, M. Seefeldt, e B. Verlinden, “Three Nb single crystals processed by equal-channel angular pressing—Part I: Dislocation substructure”, *Acta Materialia*, vol. 61, nº 12, p. 4490–4503, jul. 2013, doi: 10.1016/j.actamat.2013.04.018.
- [115] S. N. Alhajeri, N. Gao, e T. G. Langdon, “Hardness homogeneity on longitudinal and transverse sections of an aluminum alloy processed by ECAP”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, nº 10, p. 3833–3840, abr. 2011, doi: 10.1016/j.msea.2011.01.074.
- [116] S. Frint, M. Hockauf, P. Frint, e M. F.-X. Wagner, “Scaling up Segal’s principle of Equal-Channel Angular Pressing”, *Materials & Design*, vol. 97, p. 502–511, maio 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2016.02.067.
- [117] S. Ferrasse, V. M. Segal, F. Alford, J. Kardokus, e S. Strothers, “Scale up and application of equal-channel angular extrusion for the electronics and aerospace industries”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 493, nº 1, p. 130–140, out. 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.04.133.
- [118] V. M. Segal, “Engineering and commercialization of equal channel angular extrusion (ECAE)”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 386, nº 1, p. 269–276, nov. 2004, doi: 10.1016/j.msea.2004.07.023.
- [119] S.-H. Hsiang e J.-L. Kuo, “An investigation on the hot extrusion process of magnesium alloy sheet”, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 140, nº 1, p. 6–12, set. 2003, doi: 10.1016/S0924-0136(03)00693-9.
- [120] R. Comaneci, L. Zaharia, e R. Chelariu, “Damaging Prediction of Difficult-to-Work Aluminum Alloys During Equal Channel Angular Pressing”, *J. of Materi Eng and Perform*, vol. 21, nº 3, p. 287–297, mar. 2012, doi: 10.1007/s11665-011-9904-5.
- [121] A. A. de A. MENDES FILHO, V. L. SORDI, J. B. RUBERT, e M. FERRANTE, “The Influence of ECAP Die Channel Geometry on Shear Strain and Deformation Uniformity”, *Fórum de Ciência de Materiais*, vol. (Volumes 584-586), 2008, Acesso em: 14 de julho de 2023. [Online]. Disponível em: <https://www.scientific.net/MSF.584-586.145>
- [122] S. Frint, M. Hockauf, P. Frint, e M. F.-X. Wagner, “Scaling up Segal’s principle of Equal-Channel Angular Pressing”, *Materials & Design*, vol. 97, p. 502–511, maio 2016, doi: 10.1016/j.matdes.2016.02.067.
- [123] A. R. Eivani e A. Karimi Taheri, “The effect of dead metal zone formation on strain and extrusion force during equal channel angular extrusion”, *Computational Materials Science*, vol. 42, nº 1, p. 14–20, mar. 2008, doi: 10.1016/j.commatsci.2007.06.001.
- [124] “METAL POWDER REPORT”, 71, N.5, 2016. doi: <https://www.scimagojr.com/journalsearch.php?q=29420&tip=sid>.
- [125] O. Adegoke, “Homogenization of Precipitation Hardening Nickel Based Superalloys”, p. 40.
- [126] K. F. D. Silva, “Efeito do processo ECAP sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas da liga Ti-35Nb-0,15Si e do Ti CP”, *Effect of the ECAP process on the microstructure and mechanical properties of Ti-35Nb-0,15Si alloy*

- and Ti CP, out. 2017, Acesso em: 16 de julho de 2023. [Online]. Disponível em: <https://ri.ufs.br/jspui/handle/riufs/7204>
- [127] E. de O. Santos, “Efeito da prensagem em canais equiangulares (ECAP) sobre a microestrutura e dureza do alumínio reciclado obtido em processos de usinagem”, *Effect of the equal channels pressing (ECAP) on the microstructure and mechanical properties of recycled aluminum obtained in machining processes*, fev. 2023, Acesso em: 16 de julho de 2023. [Online]. Disponível em: <https://ri.ufs.br/jspui/handle/riufs/17574>
- [128] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, e T. G. Langdon, *The Process of Grain Refinement in Equal-Channel Angular Pressing*, vol. 46. 1998. doi: 10.1016/S1359-6454(97)00494-1.
- [129] H. J. R. Cabral, “Estudo das transformações de fases ocorridas em ligas de Ti-Nb-Si submetidas a tratamentos termomecânicos”, fev. 2019, Acesso em: 16 de julho de 2023. [Online]. Disponível em: <https://ri.ufs.br/jspui/handle/riufs/13138>
- [130] T. Guo, S. Wei, C. Wang, Q. Li, e Z. Jia, “Texture evolution and strengthening mechanism of single crystal copper during ECAP”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 759, p. 97–104, jun. 2019, doi: 10.1016/j.msea.2019.05.042.
- [131] E. Cerri, P. P. De Marco, e P. Leo, “FEM and metallurgical analysis of modified 6082 aluminium alloys processed by multipass ECAP: Influence of material properties and different process settings on induced plastic strain”, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 209, n° 3, p. 1550–1564, fev. 2009, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2008.04.013.
- [132] A. Heydarinia, M. Mohri, P. Asghari-Rad, H. S. Kim, e M. Nili-ahmadabadi, “Free volume formation and the high strength of pure Mg after room temperature core-sheath ECAP passes”, *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 18, p. 147–158, maio 2022, doi: 10.1016/j.jmrt.2022.02.061.
- [133] F. R. F. SILVA, J. F. LINS, N. MEDEIROS, e L. P. MOREIRA, “Evolução microestrutural de um aço if prensado em canais equiangulares”, vol. 5, N. 4., p. 193–197, 2009, doi: <http://dx.doi.org/10.4322/tmm.00504001>.
- [134] S. Alipour, H. Vafaenezhad, M. Fesahat, A. Yazdi, S. M. Mousavi-Khoshdell, e M. Soltanieh, “Electrochemical behavior of ECAP-processed Sn–5Sb alloy”, *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 23, p. 5193–5211, mar. 2023, doi: 10.1016/j.jmrt.2023.02.128.
- [135] E. Damavandi, S. Nourouzi, S. M. Rabiee, e R. Jamaati, “Effect of ECAP on microstructure and tensile properties of A390 aluminum alloy”, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 29, n° 5, p. 931–940, maio 2019, doi: 10.1016/S1003-6326(19)65002-8.
- [136] S. L. Semiatin e D. P. DeLo, “Equal channel angular extrusion of difficult-to-work alloys”, *Materials & Design*, vol. 21, n° 4, p. 311–322, ago. 2000, doi: 10.1016/S0261-3069(99)00085-0.
- [137] P. Chapala, P. Sunil Kumar, J. Joardar, V. Bhandari, e S. G. Acharyya, “Effect of alloying elements on the microstructure, coefficient of friction, in-vitro corrosion and antibacterial nature of selected Ti-Nb alloys”, *Applied Surface Science*, vol. 469, p. 617–623, mar. 2019, doi: 10.1016/j.apsusc.2018.09.149.

- [138] P. Quang, D. Nghiep, e H. Kim, *Simulation of the Effective of Friction on the Deformation in Equal Channel Angular Pressing (ECAP)*, vol. 656–657. 2015. doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.656-657.526.
- [139] C. Xu e T. G. Langdon, “Influence of a round corner die on flow homogeneity in ECA pressing”, *Scripta Materialia*, vol. 48, n° 1, p. 1–4, jan. 2003, doi: 10.1016/S1359-6462(02)00354-8.
- [140] X. G. Qiao, M. J. Starink, e N. Gao, “Hardness inhomogeneity and local strengthening mechanisms of an Al1050 aluminium alloy after one pass of equal channel angular pressing”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 513–514, p. 52–58, jul. 2009, doi: 10.1016/j.msea.2009.01.051.
- [141] M. A. Agwa, M. N. Ali, e A. E. Al-Shorbagy, “Optimum processing parameters for equal channel angular pressing”, *Mechanics of Materials*, vol. 100, p. 1–11, set. 2016, doi: 10.1016/j.mechmat.2016.06.003.
- [142] C. M. Cepeda-Jiménez, J. M. García-Infanta, O. A. Ruano, e F. Carreño, “Mechanical properties at room temperature of an Al–Zn–Mg–Cu alloy processed by equal channel angular pressing”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, n° 35, p. 8649–8656, set. 2011, doi: 10.1016/j.jallcom.2011.06.070.
- [143] Z. Horita, T. Fujinami, e T. G. Langdon, “The potential for scaling ECAP: effect of sample size on grain refinement and mechanical properties”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 318, n° 1, p. 34–41, nov. 2001, doi: 10.1016/S0921-5093(01)01339-9.
- [144] Y. T. Zhu e T. C. Lowe, “Observations and issues on mechanisms of grain refinement during ECAP process”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 291, n° 1, p. 46–53, out. 2000, doi: 10.1016/S0921-5093(00)00978-3.
- [145] D. H. Shin, I. Kim, J. Kim, e K.-T. Park, “Grain refinement mechanism during equal-channel angular pressing of a low-carbon steel”, *Acta Materialia*, vol. 49, n° 7, p. 1285–1292, abr. 2001, doi: 10.1016/S1359-6454(01)00010-6.
- [146] H. Miyamoto, T. Ikeda, T. Uenoya, A. Vinogradov, e S. Hashimoto, “Reversible nature of shear bands in copper single crystals subjected to iterative shear of ECAP in forward and reverse directions”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, n° 6, p. 2602–2609, mar. 2011, doi: 10.1016/j.msea.2010.12.005.
- [147] M. Reihanian, R. Ebrahimi, M. M. Moshksar, D. Terada, e N. Tsuji, “Microstructure quantification and correlation with flow stress of ultrafine grained commercially pure Al fabricated by equal channel angular pressing (ECAP)”, *Materials Characterization*, vol. 59, n° 9, p. 1312–1323, set. 2008, doi: 10.1016/j.matchar.2007.11.006.
- [148] S. Li, M. A. M. Bourke, I. J. Beyerlein, D. J. Alexander, e B. Clausen, “Finite element analysis of the plastic deformation zone and working load in equal channel angular extrusion”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 382, n° 1, p. 217–236, set. 2004, doi: 10.1016/j.msea.2004.04.067.
- [149] H. R. Z. Sandim, A. F. Padilha, V. Randle, e W. Blum, “Grain subdivision and recrystallization in oligocrystalline tantalum during cold swaging and subsequent annealing”, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 17, n° 6, p. 431–435, nov. 1999, doi: 10.1016/S0263-4368(99)00035-9.

- [150] Z. Lin, L. Wang, X. Xue, W. Lu, J. Qin, e D. Zhang, “Microstructure evolution and mechanical properties of a Ti–35Nb–3Zr–2Ta biomedical alloy processed by equal channel angular pressing (ECAP)”, *Materials Science and Engineering: C*, vol. 33, nº 8, p. 4551–4561, dez. 2013, doi: 10.1016/j.msec.2013.07.010.
- [151] G. CASTRO, “Estudo da evolução microestrutural e da cinética de recristalização de um aço livre de intersticiais estabilizado ao titânio deformado a frio via prensagem em canais equiangulares pela rota BA e posteriormente recozido”, Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Metalúrgica, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, 2019. Acesso em: 1º de julho de 2023. [Online]. Disponível em: <https://app.uff.br/riuff/handle/1/27151>
- [152] W. Z. Han *et al.*, “Evolution of initial grain boundaries and shear bands in Cu bicrystals during one-pass equal-channel angular pressing”, *Acta Materialia*, vol. 57, nº 4, p. 1132–1146, fev. 2009, doi: 10.1016/j.actamat.2008.11.001.
- [153] N. Krasilnikov, W. Lojkowski, Z. Pakiela, e R. Valiev, “Tensile strength and ductility of ultra-fine-grained nickel processed by severe plastic deformation”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 397, nº 1, p. 330–337, abr. 2005, doi: 10.1016/j.msea.2005.03.001.
- [154] S. Nemat-Nasser e W. Guo, “Flow stress of commercially pure niobium over a broad range of temperatures and strain rates”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 284, nº 1, p. 202–210, maio 2000, doi: 10.1016/S0921-5093(00)00740-1.
- [155] S. Nemat-Nasser, J. B. Isaacs, e M. Liu, “Microstructure of high-strain, high-strain-rate deformed tantalum”, *Acta Materialia*, vol. 46, nº 4, p. 1307–1325, fev. 1998, doi: 10.1016/S1359-6454(97)00746-5.
- [156] M. Hatherly e A. S. Malin, “Shear bands in deformed metals”, *Scripta Metallurgica*, vol. 18, nº 5, p. 449–454, maio 1984, doi: 10.1016/0036-9748(84)90419-8.
- [157] H. Miyamoto, T. Ikeda, T. Uenoya, A. Vinogradov, e S. Hashimoto, “Reversible nature of shear bands in copper single crystals subjected to iterative shear of ECAP in forward and reverse directions”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, nº 6, p. 2602–2609, mar. 2011, doi: 10.1016/j.msea.2010.12.005.
- [158] H. Jia, R. Bjørge, K. Marthinsen, e Y. Li, “The deformation and work hardening behaviour of a SPD processed Al-5Cu alloy”, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 697, p. 239–248, mar. 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2016.11.353.
- [159] V. M. Segal, “Severe plastic deformation: simple shear versus pure shear”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 338, nº 1, p. 331–344, dez. 2002, doi: 10.1016/S0921-5093(02)00066-7.
- [160] N. El Mahallawy, F. A. Shehata, M. A. El Hameed, e M. I. A. El Aal, “Effect of Cu content and number of passes on evolution of microstructure and mechanical properties of ECAPed Al/Cu alloys”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 517, nº 1, p. 46–50, ago. 2009, doi: 10.1016/j.msea.2009.03.063.
- [161] S. L. Semiatin, D. P. DeLo, e E. B. Shell, “The effect of material properties and tooling design on deformation and fracture during equal channel angular

- extrusion”, *Acta Materialia*, vol. 48, nº 8, p. 1841–1851, maio 2000, doi: 10.1016/S1359-6454(00)00019-7.
- [162] V. dos A. Costa, K. F. D. S. Ramos, W. W. Batista, e E. de O. Santos, “Estudo experimental e simulação por elementos finitos da homogeneidade de deformação entre regiões de titânio comercialmente puro deformado por ECAP”, *Research, Society and Development*, vol. 11, nº 15, Art. nº 15, nov. 2022, doi: 10.33448/rsd-v11i15.37139.
- [163] F. A. Mohamed e S. S. Dheda, “On the minimum grain size obtainable by equal channel angular pressing”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 580, p. 227–230, set. 2013, doi: 10.1016/j.msea.2013.04.104.
- [164] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, e T. G. Langdon, “The process of grain refinement in equal-channel angular pressing”, *Acta Materialia*, vol. 46, nº 9, p. 3317–3331, maio 1998, doi: 10.1016/S1359-6454(97)00494-1.
- [165] M. Cabibbo, E. Santecchia, P. Mengucci, T. Bellezze, e A. Viceré, “The role of cryogenic dipping prior to ECAP in the microstructure, secondary-phase precipitation, mechanical properties and corrosion resistance of AA6012 (Al-Mg-Si-Pb)”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 716, p. 107–119, fev. 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.01.037.
- [166] T. Grosdidier *et al.*, “On microstructure and texture heterogeneities in single crystals deformed by equal channel angular extrusion”, *Scripta Materialia*, vol. 59, nº 10, p. 1087–1090, nov. 2008, doi: 10.1016/j.scriptamat.2008.07.032.
- [167] V. M. Segal, “Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 271, nº 1, p. 322–333, nov. 1999, doi: 10.1016/S0921-5093(99)00248-8.
- [168] L. Zhu, H. R. Z. Sandim, M. Seefeldt, e B. Verlinden, “EBSD characterization of an ECAP deformed Nb single crystal”, *J Mater Sci*, vol. 45, nº 17, p. 4672–4681, set. 2010, doi: 10.1007/s10853-010-4462-z.
- [169] V. L. Sordi, M. Ferrante, M. Kawasaki, e T. G. Langdon, “Microstructure and tensile strength of grade 2 titanium processed by equal-channel angular pressing and by rolling”, *J Mater Sci*, vol. 47, nº 22, p. 7870–7876, nov. 2012, doi: 10.1007/s10853-012-6593-x.
- [170] E. Rafizadeh, A. Mani, e M. Kazeminezhad, “The effects of intermediate and post-annealing phenomena on the mechanical properties and microstructure of constrained groove pressed copper sheet”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 515, nº 1, p. 162–168, jul. 2009, doi: 10.1016/j.msea.2009.03.081.
- [171] V. Patil Basavaraj, U. Chakkingal, e T. S. Prasanna Kumar, “Study of channel angle influence on material flow and strain inhomogeneity in equal channel angular pressing using 3D finite element simulation”, *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 209, nº 1, p. 89–95, jan. 2009, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2008.01.031.
- [172] H. S. Kim, “Evaluation of strain rate during equal-channel angular pressing”, *Journal of Materials Research*, vol. 17, nº 1, p. 172–179, 2002, doi: 10.1557/JMR.2002.0026.

- [173] Y. Wu e I. Baker, “An experimental study of equal channel angular extrusion”, *Scripta Materialia*, vol. 37, n° 4, p. 437–442, ago. 1997, doi: 10.1016/S1359-6462(97)00132-2.
- [174] “Hardness homogeneity and micro-tensile behavior in a magnesium AZ31 alloy processed by equal-channel angular pressing”, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 586, p. 108–114, dez. 2013, doi: 10.1016/j.msea.2013.07.096.
- [175] J. Y. Huang, Y. T. Zhu, H. Jiang, e T. C. Lowe, “Microstructures and dislocation configurations in nanostructured Cu processed by repetitive corrugation and straightening”, *Acta Materialia*, vol. 49, n° 9, p. 1497–1505, maio 2001, doi: 10.1016/S1359-6454(01)00069-6.