

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Dissertação de Mestrado

Comportamento Mecânico e Evolução Microestrutural do Cobre
Comercialmente Puro Submetido ao Forjamento Multidirecional

Autora: Maria Elisa Landim Nassif
Orientador: Prof. Dr. Paulo Roberto Cetlin

Setembro/2019

Maria Elisa Landim Nassif

Comportamento Mecânico e Evolução Microestrutural do Cobre
Comercialmente Puro Submetido ao Forjamento Multidirecional

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Área de Concentração: Metalurgia de Transformação.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Roberto Cetlin.

Belo Horizonte
Universidade Federal de Minas Gerais
Escola de Engenharia
2019

N268c

Nassif, Maria Elisa Landim.

Comportamento mecânico e evolução microestrutural do Cobre comercialmente puro submetido ao forjamento multidirecional [recurso eletrônico] / Maria Elisa Landim Nassif. - 2019.

1 recurso online (xiv, 86 f. : il., color.) : pdf.

Orientador: Paulo Roberto Cetlin.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Bibliografia: f. 79-86.

Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Engenharia metalúrgica - Teses. 2. Metalurgia de transformação - Teses. 3. Cobre - Metalurgia - Teses. 4. Metais - Deformação - Teses. I. Cetlin, Paulo Roberto, 1946-. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.

CDU: 669(043)



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
ESCOLA DE ENGENHARIA
Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Metalúrgica, Materiais e de Minas



Dissertação intitulada "**Comportamento Mecânico e Evolução Microestrutural do Cobre Comercialmente Puro Submetido ao Forjamento Multidirecional**", área de concentração: Metalurgia de Transformação, apresentada pela candidata **Maria Elisa Landim Nassif**, para obtenção do grau de Mestre em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas, aprovada pela comissão examinadora constituída pelos seguintes membros:

Prof. Paulo Roberto Cetlin
Orientador - Dr. (UFMG)

Prof^a Maria Teresa Paulino Aguilar
Dr^a (UFMG)

Processo para obtenção do título com pendências junto à UFMG. Aluno(a) ainda não obteve o grau de mestre/doutor.

Prof^a Elaine Carballo Siqueira Corrêa
Dr^a (CEFET/MG)

Prof. Rodrigo Lambert Oréfice
Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia
Metalúrgica, Materiais e de Minas/UFMG

Belo Horizonte, 16 de setembro de 2019

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	vi
LISTA DE TABELAS	x
LISTA DE NOTAÇÕES	xi
RESUMO	xiv
ABSTRACT	xv
1 INTRODUÇÃO	1
2 OBJETIVOS	3
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1. Influência do processamento mecânico nas propriedades dos metais	4
3.1.1 Encruamento	4
3.2. Deformação Plástica Severa	10
3.2.1 Forjamento multidirecional livre	14
3.2.2 Compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação	21
3.2.3 Forjamento multidirecional confinado	27
3.3. Influência do caminho de deformação	30
4 MATERIAIS E MÉTODOS	37
4.1. Material	37
4.2. Métodos	38
4.2.1 Caracterização do material como recebido	38
4.2.2 Definição dos parâmetros de recozimento	39
4.2.3 Processamento por MDF confinado	40
4.2.4 Caracterização mecânica e microestrutural	46
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	50
5.1. Caracterização do material como recebido	50
5.2. Definição dos parâmetros de recozimento	50
5.2.1 Caracterização do material recozido	52
5.3. Processamentos por MDF confinado	58

5.3.1	Caracterização mecânica	58
5.3.2	Caracterização microestrutural	64
6	CONCLUSÕES	76
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	78
8	REFERÊNCIAS	79

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1: Tensão x deformação de engenharia para o Níquel recozido e laminado...	5
Figura 3.2: Estágios do encruamento para materiais cúbicos de face centrada.	6
Figura 3.3: Estrutura formada em um material deformado até 0,1 (a) e até 0,5 (b).....	8
Figura 3.4: Evolução microestrutural do Níquel submetido à tração a 77K para 0,09 (a); 0,18 (b); 0,26 (c) de deformação.	8
Figura 3.5: Subestrutura formada no Níquel deformado até 0,09 a 510K posteriormente a uma deformação a frio.....	9
Figura 3.6: Estrutura celular do Cobre submetido a teste de fadiga.	9
Figura 3.7: Formação de grãos ultrafinos na deformação plástica severa.	12
Figura 3.8: Evolução da microestrutura do Cobre submetido ao SPD por 1 (a); 2 (b); 4 (c); 8 (d); 12 (e); 16 (f) passes.	13
Figura 3.9: Descrição esquemática da influência da quantidade de deformação imposta em parâmetros microestruturais.....	14
Figura 3.10: Sequência de compressões no processamento por forjamento multidirecional.	15
Figura 3.11: Representação da formação de bandas de cisalhamento com a compressão uniaxial seguida da compressão em y e z.	15
Figura 3.12: Zonas de deformações no material submetido ao forjamento.....	16
Figura 3.13: Macroestrutura do Alumínio processado por forjamento multidirecional por 2 (a); 3 (b); 6 (c); 12 (d); 15 (e); 24 (f) passes.....	17
Figura 3.14: Microestrutura do Alumínio processado por forjamento multidirecional por 2 (a); 3 (b); 6 (c); 12 (d); 15 (e); 24 (f) passes.....	17
Figura 3.15: Efeito do forjamento multidirecional de baixa amplitude no material encruado.	19
Figura 3.16: Curva tensão x deformação acumulada para o Cobre submetido a 14 passes de forjamento multidirecional.....	20
Figura 3.17: Esquema para matrizes de compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação - CCDC (a); CCDCP (b).	21
Figura 3.18: Compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação com matriz restringindo escoamento em uma direção (CCDC).	22
Figura 3.19: Evolução microestrutural do Cobre submetido ao CCDC, estando recozido (a) e processado por 1 (b); 2 (c) e 3 (d) ciclos.	23
Figura 3.20: Curva tensão x deformação para o Cobre após 10 passes de compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação (CCDCP).	24

Figura 3.21: Curva de fluxo para o Cobre submetido a compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação (CCDC) a 298K.	25
Figura 3.22: Efeito da mudança do caminho de deformação na curva tensão-deformação do material.....	26
Figura 3.23: Curvas tensão x deformação para o Cobre submetido ao forjamento multidirecional livre (MDF livre) (a) e Alumínio submetido a compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação (CCDP) (b).....	26
Figura 3.24: Representação esquemática da matriz de forjamento multidirecional em canais confinados (MDF confinado) com vista central (a) e superior (b).....	27
Figura 3.25: Resposta do Alumínio submetido ao MDF confinado por três ciclos estando inicialmente recozido e do material submetido à compressão uniaxial no estado recozido e após MDF confinado.	28
Figura 3.26: Curva tensão verdadeira x deformação acumulada para o Cobre processado por MDF confinado até 10,8 de deformação com curva de fluxo acumulativa em vermelho.....	29
Figura 3.27: Tipos de comportamento mecânico de materiais submetidos a solicitações mecânicas por meio de diferentes caminhos de deformação.	30
Figura 3.28: Comportamento do Cobre livre de oxigênio após deformação cíclica estando inicialmente recozido (a) e pré-deformado (b).....	31
Figura 3.29: Influência do caminho de deformação para o Alumínio submetido a compressões uni e multidirecionais.....	32
Figura 3.30: Efeito da deformação cíclica e monotônica no Cobre para amplitudes de 0,025 (a) e 0,05 (b).....	33
Figura 3.31: Comportamento mecânico do latão sob diferentes sequências de deformação: tração + torção (a) e torção + tração (b).	34
Figura 3.32: Diferença microestrutural do Cobre submetido a 8 passes de extrusão angular em canais iguais (ECAP) nas rotas A (a); C (b); Bc (c).....	35
Figura 3.33: Tamanho médio de grão obtido com o aumento da deformação para o Cobre processado por MDF e ECAP com diferentes amplitudes de deformação.	36
Figura 4.1: Fluxograma com etapas do trabalho.	37
Figura 4.2: Desenho esquemático para usinagem dos corpos de prova a partir de tarugos recozidos. Dimensões em mm.....	42
Figura 4.3: Corpos de prova para amplitudes de 0,075 (a) e 0,5 (b).....	43
Figura 4.4: Matriz, base e punção para processamento por forjamento multidirecional em canais confinados (MDF confinado) de 0,5.....	43

Figura 4.5: Sequência de compressões realizadas durante 1 ciclo de forjamento multidirecional simples em canais confinados (MDF confinado) com amplitude de 0,075. Dimensões em mm.....	44
Figura 4.6: Máquina de ensaios INSTRON com matriz posicionada para realização de forjamento multidirecional em canais confinados (MDF confinado) com amplitude de 0,075 (a); Máquina de ensaios SHIMADZU com matriz posicionada para realização de MDF confinado com amplitude de 0,5 (b).....	45
Figura 4.7: Envoltório da curva de fluxo para o Cobre submetido ao forjamento multidirecional em diferentes temperaturas.	46
Figura 4.8: Desenho esquemático do corpo de prova para compressão do material recozido. Dimensões em mm.	47
Figura 5.1: Valores médios de microdureza Vickers para material como recebido e recozido.	51
Figura 5.2: Micrografias para amostras como recebida na seção transversal - CR3 (a); como recebida na seção longitudinal - CR4 (b); recozida na seção transversal - TT7 (c); recozida na seção longitudinal - TT8 (d).....	53
Figura 5.3: Microscopia óptica do material com 99,7% (a) e 99,9% (b) de Cobre.....	54
Figura 5.4: Diferentes ataques utilizados no Cobre para as amostras TT3 (a, d), TT4 (b, e) e TT2 (c, f) com aumentos de 100x e 200x.	55
Figura 5.5: Morfologia dos grãos na seção transversal da barra 5 antes e após recozimento. Amostra CR9 (a); TT9 (b).....	55
Figura 5.6: Morfologia dos grãos na seção transversal e longitudinal da barra 6 antes e após recozimento. Amostra CR11 (a); TT11 (b); CR12 (c); TT12 (d).	56
Figura 5.7: Compressão uniaxial para o Cobre recozido.	57
Figura 5.8: Corpo de prova antes (a) e depois (b) de 48 passes de MDF confinado na amplitude de 0,075.....	58
Figura 5.9: Curva tensão verdadeira x deformação verdadeira acumulada para amostra 48MDF(0,075).	59
Figura 5.10: Curva tensão verdadeira x deformação verdadeira acumulada para amostra 6MDF(0,5).	59
Figura 5.11: Curva tensão verdadeira x deformação verdadeira acumulada para amostras 48MDF(0,075) e 6MDF(0,5) com curvas de fluxo acumulativas e compressão uniaxial do material recozido.	61
Figura 5.12: Microscopia óptica para o Cobre processado por 1 (a), 2 (b), 3 (c) e 48 (d) passes na amplitude de 0,075.....	65

Figura 5.13: Microscopia óptica para o Cobre processado por 1 (a), 2 (b), 3 (c) e 6 (d) passes na amplitude de 0,5.....	66
Figura 5.14: Limite de escoamento $\times d - 1/2$ para o material recozido e processado por MDF confinado em baixa e alta amplitude de deformação.	67
Figura 5.15: Limite de escoamento $\times \rho$ para o Cobre recozido e processado nas amplitudes de 0,075 e 0,5.	69
Figura 5.16: Heterogeneidade de deformação entre o centro e a borda das amostras processadas por $\Delta\epsilon=0,075$ e $\Delta\epsilon=0,5$	73
Figura 5.17: Bandas de deformação nas amostras processadas por 48 passes em baixa amplitude (a) e 6 passes em alta amplitude (b).....	74

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1: Identificação das amostras para caracterização do Cobre.....	38
Tabela 4.2: Parâmetros utilizados nos testes de recozimento.	40
Tabela 4.3: Nomenclatura adotada no trabalho de acordo com processamentos realizados.....	41
Tabela 5.1: Composição química do material com % em peso de cada elemento.	50
Tabela 5.2: Valores médios de microdureza Vickers para as barras 1, 2, 3 e 4 como recebidas e recozidas.	50
Tabela 5.3: Valores médios de microdureza Vickers para as barras 5 e 6 como recebidas e recozidas.	51
Tabela 5.4: Limite de escoamento (LE) e microdureza Vickers (HV) para o Cobre recozido e processado por MDF confinado com $\Delta\varepsilon=0,075$ e $\Delta\varepsilon=0,5$	62
Tabela 5.5: Tamanho médio de grão (d), densidade de deslocações (ρ) e limite de escoamento (LE) para o Cobre recozido e processado em baixa e alta amplitude de deformação.	68

LISTA DE NOTAÇÕES

Ao	Área da seção do corpo de prova anteriormente a deformação
ARB	União por laminação acumulativa - <i>Accumulative Roll-Bonding</i>
ASM	<i>American Society for Metals</i>
CCC	Estrutura cristalina cúbica de corpo centrado
CCDC	Compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação - <i>Cyclic Channel Die Compression</i>
CCDP	Compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação - <i>Cyclic Channel Die Pressing</i>
CETEC	Centro Tecnológico de Minas Gerais
CFC	Estrutura cristalina cúbica de face centrada
COMP	Amostra recozida submetida a compressão uniaxial
CP	Corpo de prova
CR	Material como recebido
DRX	Difração de Raios X - <i>X-Ray Diffraction</i>
E	Inclinação da curva carga x deslocamento
EBSD	Difração do feixe de elétrons retroespalhados - <i>Electron Backscatter Diffraction</i>
ECAP	Extrusão angular em canais iguais - <i>Equal Channel Angular Pressing</i>
EFE	Energia de falha de empilhamento
FIEMG	Federação de Indústrias do Estado de Minas Gerais
GBS	Escorregamento do contorno de grão - <i>Grain Boundary Sliding</i>
HPT	Torção sob elevada pressão - <i>High Pressure Torsion</i>
HV	Microdureza Vickers
ICP OES	Espectrometria de emissão óptica com plasma - <i>Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry</i>
L	Seção longitudinal da barra
LE	Limite de escoamento
MAC	Compressão Multiaxial Cíclica - <i>Multiaxial Compression</i>
MAF	Forjamento Multiaxial - <i>Multiaxial Forging</i>
MDF	Forjamento Multidirecional - <i>Multi-directional Forging</i>
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MO	Microscópio Óptico
N	Número de passes de ECAP

P	Carga instantânea
REC	Amostra recozida
SENAI	Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial
SPD	Deformação Plástica Severa - <i>Severe Plastic Deformation</i>
T	Seção transversal da barra
T_{EMP}	Temperatura de trabalho
$T_{FUSÃO}$	Temperatura de fusão
T_{HOM}	Temperatura homóloga
TT	Material recozido
UFG	Granulometria ultrafina - <i>Ultrafine Grained</i>
b	Vetor de Burgers
<i>d</i>	Tamanho médio de grão
D_c	Tamanho médio do cristalito
<i>e</i>	Deformação de engenharia
<i>G</i>	Módulo de cisalhamento
<i>h</i>	Altura do corpo de prova para compressão uniaxial
<i>k</i>	Coefficiente de resistência
k_H	Constante do material utilizada na equação de Hall-Petch
<i>l</i>	Largura do corpo de prova para compressão uniaxial
l_0	Comprimento inicial do corpo de prova no eixo X
M	Fator de Taylor
<i>m</i>	Sensibilidade à taxa de deformação
<i>n</i>	Coefficiente de encruamento
<i>S</i>	Tensão de engenharia
α	Fator de correção utilizado para determinação da tensão de fluxo cisalhante e tensão de escoamento
$\Delta\epsilon$	Amplitude de deformação
Δl	Deslocamento do atuador da máquina de ensaios durante deformação
ϵ_N	Deformação efetiva no material processado por N passes de ECAP
$\epsilon_{plástica}$	Deformação plástica
ϵ_T	Deformação total imposta
ϵ_v	Deformação verdadeira
$(\epsilon^2)^{[1/2]}$	Microdeformação de rede
$\dot{\epsilon}$	Taxa de deformação
θ_1	Taxa de encruamento no estágio I de encruamento

θ_2	Taxa de encruamento no estágio II de encruamento
ρ	Densidade de deslocações
σ_0	Tensão intrínseca do material
σ_v	Tensão verdadeira
σ_y	Tensão de escoamento
τ_c	Tensão de fluxo cisalhante
τ_0	Resistência intrínseca do material
τ_1	Tensão cisalhante crítica resolvida
Φ	Ângulo com o qual os canais de uma matriz de ECAP se interceptam
Ψ	Ângulo de curvatura em uma matriz de ECAP

RESUMO

Os processos de deformação plástica severa (SPD) têm sido desenvolvidos para aumentar a resistência mecânica dos materiais por introduzirem uma alta densidade de deslocações e permitirem seu encruamento e também por diminuir o tamanho médio de grãos e rearranjarem as deslocações em contornos de alta desorientação. Dentre as técnicas de SPD encontra-se o forjamento multidirecional (MDF), que impõe deformação por meio de repetidas compressões em três direções ortogonais de um material. Entretanto, o MDF com compressões livres introduz um abaulamento nas faces laterais dos corpos de prova, justificando o uso do MDF confinado: um novo método de MDF estudado por ALMEIDA (2017) e FLAUSINO *et al.* (2019) que ocorre com a utilização de matrizes com canal confinado. Dessa forma, esse trabalho apresenta como objetivo avaliar o comportamento mecânico e a evolução microestrutural do Cobre submetido ao MDF confinado de baixa e alta amplitude de deformação por passe ($\Delta\varepsilon=0,075$ e $\Delta\varepsilon=0,5$) no primeiro ciclo de compressão (um, dois e três passes) e após 48 passes com $\Delta\varepsilon=0,075$ e 6 passes com $\Delta\varepsilon=0,5$. Os resultados mostram que o MDF confinado provoca o encruamento do material seguido da saturação da tensão de fluxo devido à recuperação dinâmica, sendo maiores as tensões de fluxo para maiores amplitudes de deformação, porém os valores são menores que os alcançados pela compressão uniaxial. O processamento provocou aumento da densidade de deslocações e redução do tamanho médio de grãos para ambas as amplitudes, embora o refino de grão seja mais acentuado e a cinética mais acelerada para maiores amplitudes. Foi possível observar também que a resistência mecânica do Cobre é influenciada pelo tamanho médio de grão, pela densidade de deslocações e pela fração de contornos de alto e baixo ângulo obtida após processamento. O estudo indica que a baixa amplitude de deformação favorece os estágios iniciais de recuperação e que o caminho de deformação influencia na reposta mecânica do material. Além disso, confirmou-se a influência da deformação multidirecional nas propriedades mecânicas do Cobre, uma vez que a recuperação dinâmica é favorecida pelo carregamento em direções reversas.

Palavras-chave: Deformação Plástica Severa, Caminho de Deformação, Forjamento Multidirecional

ABSTRACT

The severe plastic deformation (SPD) processes have been developed to increase the material strength by introducing a high dislocation density in the material leading to its work hardening, and also decreasing the average grain size and rearranging the dislocations into high misorientation boundaries. Among the techniques of SPD, Multi-directional Forging (MDF) imposes deformation through repeated compression in three successive and orthogonal directions of the material. However, free compression MDF introduces lateral barreling on samples, justifying the use of confined MDF: a new method studied by ALMEIDA (2017) and FLAUSINO *et al.* (2019) that occurs with a confined channel die. The present work evaluates the mechanical behavior and microstructural evolution of Copper subjected to low and high strain amplitude ($\Delta\varepsilon=0.075$ e $\Delta\varepsilon=0.5$) in the first cycle of deformation (one, two and three passes) and up to 48 passes with $\Delta\varepsilon=0.075$ and up 6 passes with $\Delta\varepsilon=0.5$. The results show that confined MDF causes the work hardening of Copper leading to steady state flow stresses due to dynamic recovery processes, with higher flow stresses for higher strain amplitudes, but the values are smaller than those achieved by uniaxial compression. The processing caused an increase in dislocation density and a decrease in the average grain size in both amplitudes, though the grain refinement is more pronounced and the kinetics is faster for high strain amplitudes. It was also observed that mechanical strength of Copper is related to the average grain size, dislocation density and to the fraction of high and low angle grain boundaries of the material after processing. The study indicates that the low amplitude MDF enhances the initial stages of dynamic recovery and that the strain path influences in the mechanical response of the material. Besides that, the influence of multidirectional deformation on mechanical properties of Copper was confirmed, since dynamic recovery is favored by loading in reverse directions.

Key words: Severe Plastic Deformation, Strain Path, Multi-directional Forging

1 INTRODUÇÃO

Uma vez que os materiais com granulometria ultrafina apresentam maior resistência mecânica em relação a materiais com granulometria grosseira, a aplicação de técnicas de deformação plástica severa (*Severe Plastic Deformation* - SPD) tem atraído a atenção de cientistas por ser um dos métodos mais efetivos para obtenção de grãos refinados (VALIEV *et al.*, 2000; ZHU *et al.*, 2014). Dentre os métodos de SPD mais utilizados destacam-se o ECAP (*Equal Channel Angular Pressing*) (VALIEV e LANGDON, 2006), HPT (*High Pressure Torsion*) (ZHILYAEV e LANGDON, 2008), ARB (*Accumulative Roll Bonding*) (SAITO *et al.*, 1999) e MDF (*Multi-directional Forging*) (SAKAI *et al.*, 2014), também chamado de MAC (*Multiaxial Compression*) (XU *et al.*, 2013) e de forjamento multiaxial (*Multiaxial Forging*) (ESTRIN e VINOGRADOV, 2013).

O forjamento multidirecional (MDF) com compressões livres é um método simples e economicamente viável para utilização em indústria (XU *et al.*, 2013); entretanto, esse processo apresenta algumas limitações relacionadas ao abaulamento lateral introduzido pela compressão (LI e BLUM, 2005; ZHU *et al.*, 2014). Dessa forma, um método alternativo é o uso de uma matriz com canais confinados, na qual o fluxo de material em uma direção é restringido. Esse processo foi desenvolvido por GHOSH (1988) e é chamado de *Cyclic Channel Die Pressing* (CCDP) (MU *et al.*, 2008; BERGHAMMER *et al.*, 2011) ou *Cyclic Channel Die Compression* (CCDC) (KUMAR e RAGHU, 2015; KUNDU *et al.*, 2008).

Tendo em vista que o CCDP simula as condições de deformação em estado plano, ele difere do MDF com compressão livre, cuja deformação ocorre em três direções ortogonais entre si. Devido a isso, uma nova técnica de MDF foi desenvolvida por ALMEIDA (2017), chamada de MDF confinado, a qual se aproxima mais do MDF livre.

O Cobre, material de estudo nesse trabalho, é um metal de transição com estrutura cúbica de face centrada (CFC) que apresenta média energia de falha de empilhamento (em torno de 80mJ/m^2 para o Cobre puro) (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004). Apresenta excelentes propriedades elétricas e térmicas, além de combinar facilmente com outros metais, possibilitando formação de ligas com propriedades físicas e mecânicas únicas. Essas características tornam o Cobre um material de grande importância industrial, sendo largamente utilizado em construção

civil e em indústrias automotivas, químicas e eletrônicas. Outras aplicações em desenvolvimento garantem o Cobre como material essencial, como desenvolvimento de supercondutores, veículos elétricos e aquecimento solar (ASM SPECIALTY HANDBOOK, 2001).

Entretanto, o aumento da resistência mecânica de metais por métodos convencionais como solução sólida, envelhecimento/precipitação e encruamento provoca uma diminuição da tenacidade e da ductilidade do material (DIETER, 1988). Além disso, soluções sólidas no Cobre acarretam a diminuição da sua condutividade elétrica (ASM SPECIALTY HANDBOOK, 2001).

Alguns estudos abordam a deformação cíclica por CCDP e MDF livre para o Cobre e suas ligas (KUNDU *et al.*, 2008; KUMAR e RAGHU, 2015; LIU *et al.*, 2015; SALISHCHEV *et al.*, 2011; LI e BLUM, 2005; SAKAI *et al.*, 2009; GUBICZA *et al.*, 2011; SHAKHOVA *et al.*, 2014), porém, em relação ao MDF confinado, por ser uma nova técnica de forjamento multidirecional recentemente desenvolvida na Escola de Engenharia da UFMG, há pouca informação na literatura sobre o processamento do Cobre por esse método. O estudo de FLAUSINO *et al.* (2019) será utilizado nesse trabalho como principal referência ao processamento do Cobre por MDF confinado.

2 OBJETIVOS

Avaliar o comportamento mecânico e a evolução microestrutural do Cobre comercialmente puro recozido submetido ao forjamento multidirecional por compressão simples confinada (MDF confinado).

Para isso, devem ser atingidos os seguintes objetivos específicos:

- Estudar o comportamento mecânico e a evolução microestrutural do Cobre no primeiro ciclo de compressão (um, dois e três passes de compressão);
- Avaliar o comportamento e a evolução microestrutural do Cobre para uma deformação superior a de saturação mecânica;
- Verificar o efeito do caminho de deformação nas propriedades mecânicas e na microestrutura do Cobre por meio da imposição de baixa e alta amplitude de deformação ($\Delta\varepsilon=0,075$ ou $\Delta\varepsilon=0,5$ a cada passe de compressão).

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Para melhor entendimento da relação entre comportamento mecânico e evolução microestrutural do Cobre comercialmente puro submetido ao forjamento multidirecional, serão apresentados na revisão bibliográfica conceitos e estudos que abordam a influência do processamento mecânico nas propriedades dos metais (item 3.1), a deformação plástica severa (item 3.2) e a influência do caminho de deformação (item 3.3).

3.1. Influência do processamento mecânico nas propriedades dos metais

A conformação mecânica é uma das técnicas de fabricação de metais na qual solicitações mecânicas são utilizadas para deformar plasticamente o material e, assim, provocar uma mudança em suas dimensões ou em sua forma. Além disso, processos de conformação promovem a alteração das propriedades do metal quando comparado ao seu estado inicial (HELMAN e CETLIN, 2013). Essa alteração está relacionada à microestrutura formada durante a deformação e é influenciada pelo material, pela taxa de deformação, pelo caminho de deformação e pela temperatura do processamento (PINHEIRO *et al.*, 2004a). Dessa forma, as propriedades obtidas se diferenciam para deformações a quente ou a frio. No trabalho a quente, cujas condições de temperatura ou taxa de deformação provocam intensos processos de recuperação, grandes deformações podem ser alcançadas sem que o material encrue, diferentemente do trabalho a frio, cujo aumento de resistência pode ser explicado pelo encruamento do material (DIETER, 1988).

3.1.1 Encruamento

O aumento da resistência dos metais pode ser obtido restringindo-se a mobilidade de deslocações com a introdução de barreiras a esse movimento, como contornos de grão, átomos de soluto e partículas de segunda fase. Outra forma de dificultar o movimento das deslocações ocorre com o aumento da sua densidade por meio da deformação plástica em temperaturas homólogas, $T_{HOM} = T_{EMP}/T_{FUSÃO}$, inferiores a 0,5, provocando o chamado “encruamento” do material. Dessa forma, as deslocações interagem entre si e dificultam o seu próprio movimento ao longo da rede cristalina, provocando um aumento na tensão de fluxo (COURTNEY, 2005). A relação entre a tensão de fluxo cisalhante (τ_c) e a densidade de deslocações (ρ) é representada pela

Equação 3.1, sendo τ_0 a resistência intrínseca do material quando a interação entre deslocações é insignificante; α um fator de correção, cujo valor para materiais CFC (cúbico de face centrada) é em geral 0,2 e para CCC (cúbico de corpo centrado) 0,4; G o módulo elástico de cisalhamento e b o vetor de Burgers (COURTNEY, 2005).

$$\tau_c = \tau_0 + \alpha Gb(\rho)^{1/2} \quad (3.1)$$

O endurecimento por deformação plástica pode ser obtido, por exemplo, com laminação, forjamento, extrusão, trefilação e estampagem, todos a frio. Conforme mostra a Figura 3.1, para o Níquel recozido e laminado, a resistência do material é tanto maior quanto maior a porcentagem de trabalho a frio, o que provoca uma redução da ductilidade do material (MEYERS e CHAWLA, 2009).

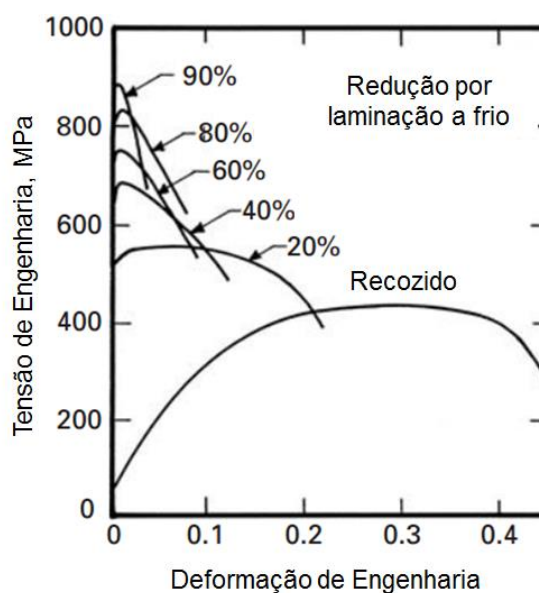


Figura 3.1: Tensão x deformação de engenharia para o Níquel recozido e laminado.

Fonte: MEYERS e CHAWLA, 2009.

Além da relação descrita pela Equação 3.1, a Equação de Hollomon (3.2) é uma das descrições matemáticas mais utilizadas para representar o comportamento do material durante a deformação plástica, sendo a tensão verdadeira (σ_v) proporcional ao coeficiente de resistência (k) do material e à deformação verdadeira (ε_v) elevada ao expoente de encruamento (n) (CHUNG e WAGONER, 1986).

$$\sigma_v = k\varepsilon_v^n \quad (3.2)$$

Para materiais com sensibilidade à taxa de deformação próxima a zero, o coeficiente é numericamente igual à deformação verdadeira uniforme, ou seja, representa o quanto o material pode se deformar anteriormente à sua estricção durante tração (MEYERS e CHAWLA, 2009).

Dentre as teorias desenvolvidas, foi proposto por SEEGER *et al.* (1957) que o encruamento de monocristais de materiais CFC ocorre em três estágios: I, II e III (DIETER, 1988), como apresentado na Figura 3.2 (CORRÊA, 2004). O estágio I se caracteriza pelo escoamento fácil, no qual a tensão cisalhante atuante no material é a necessária para provocar seu escoamento (tensão cisalhante crítica resolvida - τ_1), e pela baixa taxa de encruamento (inclinação da curva na Figura 3.2 - θ_1); o estágio II, que apresenta elevada taxa de encruamento (θ_2), se caracteriza pela ativação de sistemas secundários de escorregamento e pelo aumento da densidade de deslocamentos; o estágio III caracteriza-se pela diminuição da taxa de encruamento devido à ocorrência de processos de recuperação dinâmica (SEEGER *et al.*, 1957; CORRÊA, 2004).

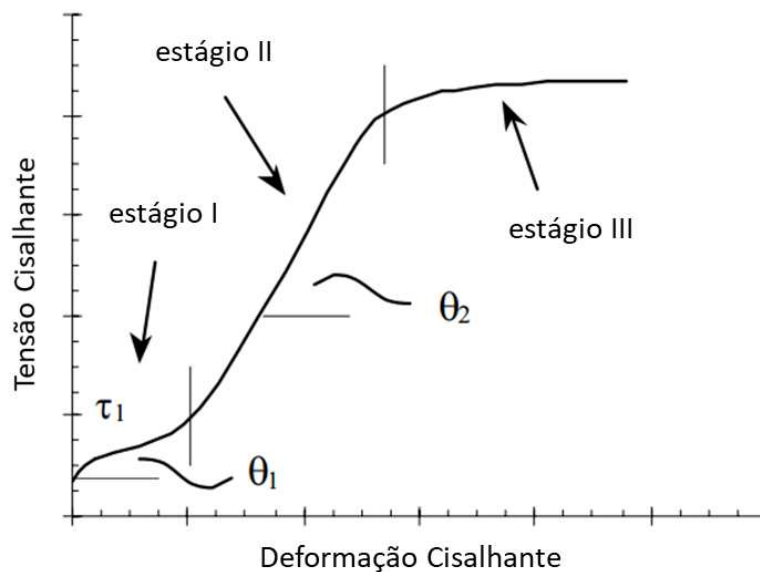


Figura 3.2: Estágios do encruamento para materiais cúbicos de face centrada. Fonte: CORRÊA, 2004.

Entende-se por recuperação dinâmica o processo no qual as deslocamentos são aniquiladas e organizadas em configurações de baixa energia durante a deformação plástica. Em baixas temperaturas homólogas, o deslizamento cruzado das

deslocações é um dos mecanismos por meio do qual a recuperação ocorre (HAMDÍ e ASGARI, 2010).

Em relação à microestrutura, o arranjo das deslocações durante deformação é influenciado pela ocorrência do deslizamento cruzado e, com isso, pela energia de falha de empilhamento (EFE) do material (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004). A EFE é definida como uma energia de superfície proveniente de uma descontinuidade no empilhamento de átomos em um plano compacto da rede cristalina do metal (MEYERS e CHAWLA, 2009). Materiais com média/alta energia de falha de empilhamento desenvolvem uma estrutura de células ou subgrãos (BAY *et al.*, 1992), enquanto materiais com baixa energia de falha de empilhamento, geralmente, apresentam arranjos planares de deslocações devido à maior dificuldade da atuação do mecanismo de escorregamento cruzado (DIETER, 1988).

Para os estágios de encruamento descritos na Figura 3.2, dentre os quais a recuperação dinâmica está presente, a formação de uma estrutura celular é observada (KOCKS e MECKING, 2003). Essa formação ocorre por meio da organização dos emaranhados de deslocações em uma subestrutura celular durante a deformação, cujas paredes possuem alta densidade de deslocações. Para deformações ainda maiores (geralmente acima de 0,1), o tamanho das células diminui até atingirem um tamanho estável (DIETER, 1988). A estrutura celular é característica de materiais suscetíveis ao deslizamento cruzado, portanto, é encontrada em materiais com estrutura cúbica de corpo centrado e cúbica de face centrada com alta energia de falha de empilhamento (CORRÊA, 2004). À medida que a deformação aumenta ainda mais, o ângulo de rotação do contorno das células aumenta, formando uma estrutura de subgrãos (BAY *et al.*, 1992).

A Figura 3.3 apresenta a estrutura de um material deformado a frio por diferentes níveis de deformação. Conforme ilustrado na Figura 3.3a, para deformações de até 0,1, verifica-se a formação de células com emaranhados de deslocações. Com o aumento da deformação de 0,1 a 0,5, nota-se o aumento da densidade de deslocações nas células, que atingem uma configuração de equilíbrio (Figura 3.3b).

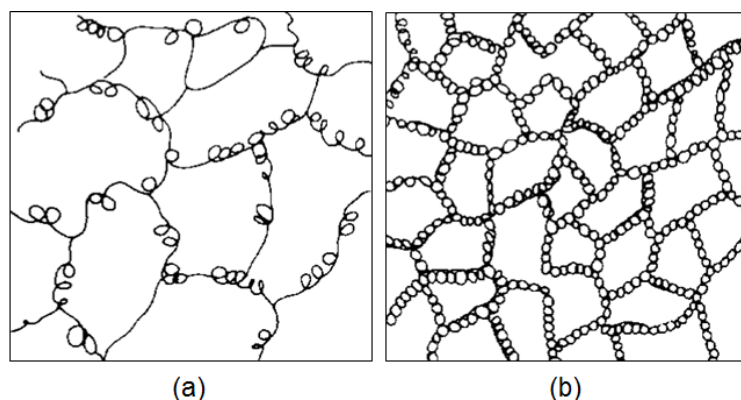


Figura 3.3: Estrutura formada em um material deformado até 0,1 (a) e até 0,5 (b).

Fonte: DIETER, 1988.

A Figura 3.4 apresenta a evolução da microestrutura para o Níquel recozido submetido a testes de tração em baixa temperatura (77K) para deformação de 0,09 (Figura 3.4a), 0,18 (Figura 3.4b) e 0,26 (Figura 3.4c) (LONGO e REED-HILL, 1974).

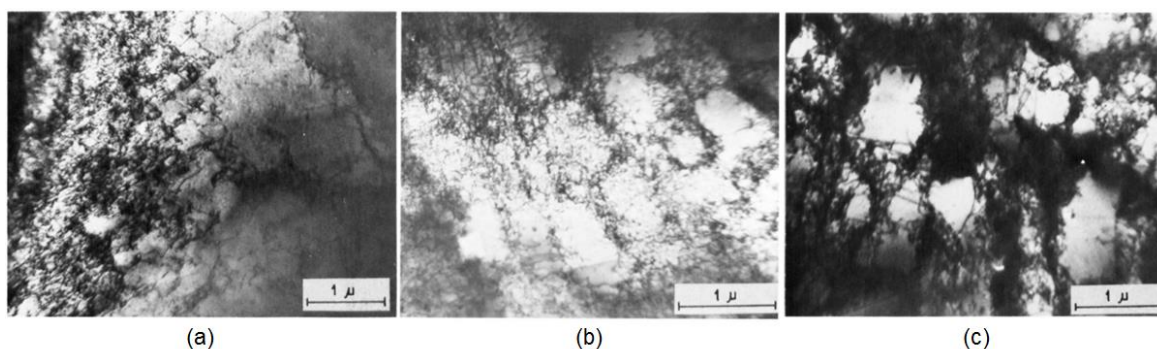


Figura 3.4: Evolução microestrutural do Níquel submetido à tração a 77K para 0,09 (a); 0,18 (b); 0,26 (c) de deformação. Fonte: LONGO e REED-HILL, 1974.

Conforme abordado pelos autores, observa-se uma distribuição heterogênea de deslocações para uma menor deformação (0,09), com regiões com maior densidade e outras com menor densidade de deslocações. Com o aumento da deformação para 0,18, a densidade de deslocações também aumenta e parece haver uma tendência de desenvolvimento de células. Para uma deformação de 0,26, observa-se uma estrutura mais homogênea e com menor tamanho de células. Para os estágios iniciais, nos quais as deslocações se apresentam distribuídas em bandas e emaranhados, a taxa de encruamento é maior e decresce para maiores deformações, quando as deslocações estão sendo organizadas em células (LONGO e REED-HILL, 1974).

Entretanto, recarregando o material deformado previamente a frio a uma deformação de 0,09 a quente (510K) observa-se um pronunciado rearranjo de deslocações, com células mais definidas em algumas regiões (Figura 3.5). A subestrutura formada é similar ao material deformado apenas a elevada temperatura, exceto pelo menor tamanho de célula (LONGO e REED-HILL, 1974).

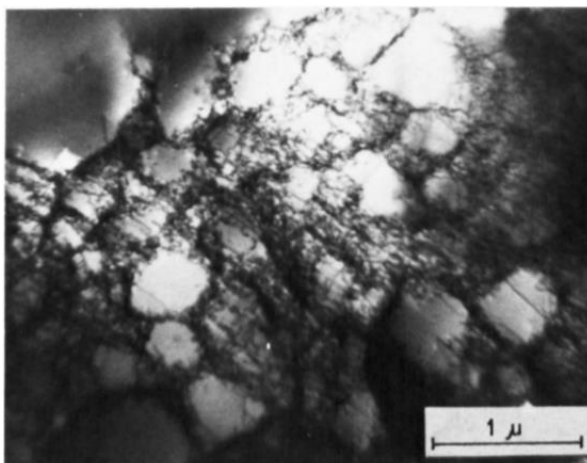


Figura 3.5: Subestrutura formada no Níquel deformado até 0,09 a 510K posteriormente a uma deformação a frio. Fonte: LONGO e REED-HILL, 1974.

A Figura 3.6 evidencia a formação de uma estrutura celular para o Cobre livre de oxigênio após um teste de fadiga até a falha do material com amplitude de deformação igual a $1,5 \times 10^{-3}$. Observa-se que grande parte da área da figura está coberta por células com formato aproximadamente equiaxial (LUOH e CHANG, 1998).

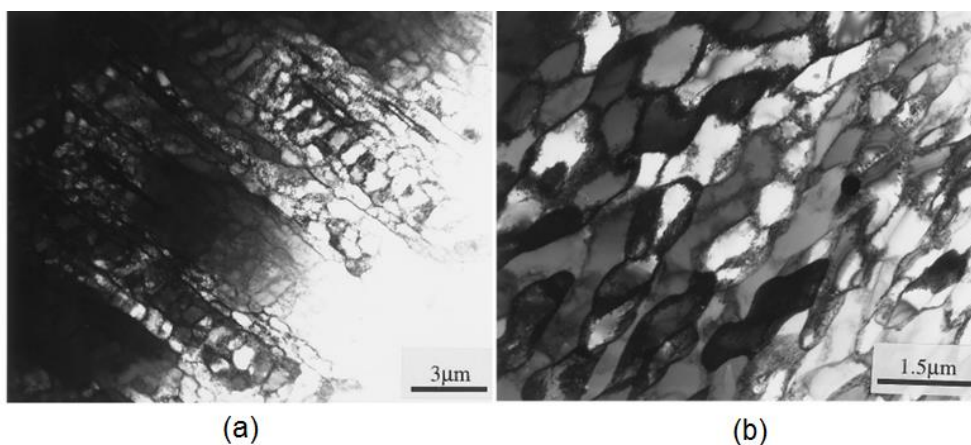


Figura 3.6: Estrutura celular do Cobre submetido a teste de fadiga. Fonte: LUOH e CHANG, 1998.

3.2. Deformação Plástica Severa

Deformação plástica severa (SPD) é um processo de conformação que impõe grandes deformações no material sem provocar mudanças dimensionais, permitindo a obtenção de materiais de alta resistência mecânica (AZUSHIMA *et al.*, 2008). Os metais produzidos por SPD apresentam granulometria ultrafina (UFG), com grãos submicrométricos (100-1000nm) ou nanométricos (menor que 100nm) (VALIEV *et al.*, 2006). Além do significativo aumento de resistência, os processamentos por SPD apresentam vantagens em relação aos métodos convencionais de fabricação de materiais com granulação ultrafina por não introduzirem porosidade ou contaminações no material (MU *et al.*, 2008).

Embora apresentem alta resistência devido ao refinamento do grão e ao encruamento, que aumenta a densidade de deslocações (VALIEV, 2004), os materiais nanocristalinos e ultrafinos apresentam baixa ductilidade sob tração devido às suas baixas capacidade de encruamento e sensibilidade da tensão à taxa de deformação (MU *et al.*, 2008).

Para obter maior ductilidade, WANG *et al.* (2002) e MUGHRABI *et al.* (2003) utilizaram uma distribuição bimodal de grãos no material por meio de um tratamento térmico posterior à deformação, enquanto KOCH (2003) se baseou na formação de partículas de segunda fase na matriz metálica nanoestruturada de forma a modificar a propagação das bandas de cisalhamento. Segundo MUGHRABI *et al.* (2003), a estrutura bimodal de grãos também aumenta a ductilidade durante deformação cíclica, melhorando as propriedades de fadiga de baixo ciclo do material.

Outro procedimento abordado por VALIEV (2004) para aumentar a ductilidade do material com granulometria ultrafina está relacionado à formação de contornos de grão com alto ângulo de desorientação e fora do equilíbrio, capazes de escorregar entre si (*Grain Boundary Sliding*, GBS). Esse escorregamento de contornos de grãos é um dos importantes mecanismos de deformação durante a superplasticidade, que pode ocorrer em metais com estrutura nanocristalina a temperaturas mais baixas que as usualmente observadas em materiais com granulação maior (FIGUEIREDO *et al.*, 2017).

Dentre os métodos de SPD destacam-se a Extrusão angular em canais iguais (*Equal*

channel angular pressing, ECAP), Torção sob elevada pressão (*High Pressure Torsion*, HPT), União por laminação acumulativa (*Accumulative Roll-Bonding*, ARB) e Forjamento multiaxial (*Multiaxial forging* – MAF ou *Multi-directional forging* – MDF) (ESTRIN e VINOGRADOV, 2013).

O ECAP é um processo de deformação plástica por extrusão no qual grandes deformações por cisalhamento podem ser impostas no material por meio da sua compressão ao longo de uma matriz sem que ocorram mudanças significativas nas suas dimensões. Esses canais se interceptam com ângulo Φ e apresentam um ângulo de curvatura ψ , os quais apresentam influência na quantidade de deformação imposta por passe de extrusão (VALIEV e LANGDON, 2006). No ECAP, o caminho de deformação pode ser alterado por meio da rotação do material a cada passe, ativando diferentes sistemas de escorregamento com o uso de diferentes rotas de processamento: A (não há rotação da amostra entre os passes), B_A (rotação em 90° em sentidos opostos entre os passes), B_C (rotação em 90° no mesmo sentido entre os passes) e C (rotação de 180° entre os passes) (NAKASHIMA *et al.*, 2000).

O HPT consiste em submeter um material, geralmente em forma de disco, a uma deformação por torção estando sob alta pressão de compressão (VALIEV *et al.*, 2006). O material é deformado por cisalhamento devido às forças de atrito existentes na sua superfície, sendo a deformação tanto maior quanto maior o número de revoluções e raio do disco e tanto maior quanto menor sua espessura inicial (ZHILYAEV e LANGDON, 2008).

O ARB, por sua vez, é a deformação plástica severa realizada com a laminação de chapas, placas ou barras, na qual o material é cortado em dois, empilhado e laminado novamente de forma que as partes empilhadas se unam (TSUJI *et al.*, 2003). Para isso, as superfícies internas do material a ser colado devem ser tratadas com desengorduramento e lixamento. O processo de corte, empilhamento e laminação pode ser repetido sucessivas vezes até atingir a deformação desejada (SAITO *et al.*, 1999).

Além dos métodos citados, a compressão multiaxial cíclica (*Multiaxial compression*, MAC) (XU *et al.*, 2013), também chamada de forjamento multiaxial (*Multiaxial forging*, MAF) (SALISHCHEV *et al.*, 2011) ou forjamento multidirecional (*Multi-directional*

forging, MDF) (GUBICZA *et al.*, 2011), é um método de SPD que envolve a imposição de deformação por meio do forjamento ao longo de direções ortogonais de maneira sequencial (KUMAR e RAGHU, 2015). Por ser o foco deste trabalho, a deformação cíclica e seus tipos (MDF livre, CCDP e MDF confinado) serão abordados mais detalhadamente nos itens 3.2.1, 3.2.2 e 3.2.3 respectivamente.

As propriedades dos materiais processados por SPD estão relacionadas às características microestruturais desenvolvidas. Além do tamanho e da forma dos grãos, a estrutura dos seus contornos é essencial para alcançar novas propriedades (VALIEV, 2004).

MISHRA *et al.* (2007) descreveram o mecanismo, chamado de recristalização dinâmica rotacional (DERBY, 1991) ou formação de contornos geometricamente necessários (KUHLMANN-WILSDORF e HANSEN, 1991), ou recristalização contínua (HUMPHREYS e HATHERLY, 2004), por meio do qual os grãos ultrafinos são obtidos com a deformação plástica severa (Figura 3.7).

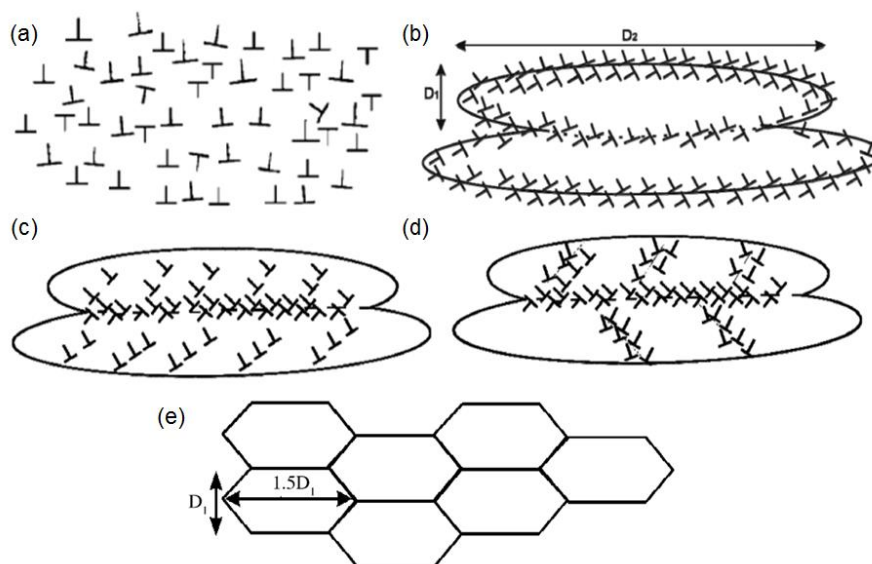


Figura 3.7: Formação de grãos ultrafinos na deformação plástica severa. Fonte: MISHRA *et al.*, 2007.

Inicialmente as deslocações são distribuídas aleatoriamente em uma configuração de alta energia (Figura 3.7a). Com a deformação, dão origem a células com formatos alongados (Figura 3.7b) e, ao atingirem maior ângulo de desorientação, formam os subgrãos com deslocações bloqueadas por seus contornos (Figura 3.7c). Os subgrãos

alongados são quebrados (Figura 3.7d) e seus contornos se reorientam formando microgrãos equiaxiais (Figura 3.7e). Para o material manter a sua morfologia equiaxial, foi demonstrado pelos autores que os contornos dos grãos são rotacionados durante deformação plástica de forma que a energia interfacial seja minimizada.

A morfologia dos grãos durante deformação pode ser observada na Figura 3.8 (DALLA TORRE *et al.*, 2004), que representa a evolução microestrutural do Cobre processado por 1, 2, 4, 8, 12 e 16 passes de ECAP na rota Bc. A Equação 3.3 apresenta a deformação efetiva para o material processado por N passes de ECAP em uma matriz com ângulos Φ (ângulo de intercepção entre canais) e ψ (ângulo de curvatura) (IWAHASHI *et al.*, 1996).

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \cos c \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (3.3)$$

Nesse caso, para a Figura 3.8, as deformações efetivas impostas pelo processamento realizado por DALLA TORRE *et al.* (2004) são, respectivamente, 1,15 (Figura 3.8a), 2,3 (Figura 3.8b), 4,6 (Figura 3.8c), 9,2 (Figura 3.8d), 13,8 (Figura 3.8e) e 18,4 (Figura 3.8f).

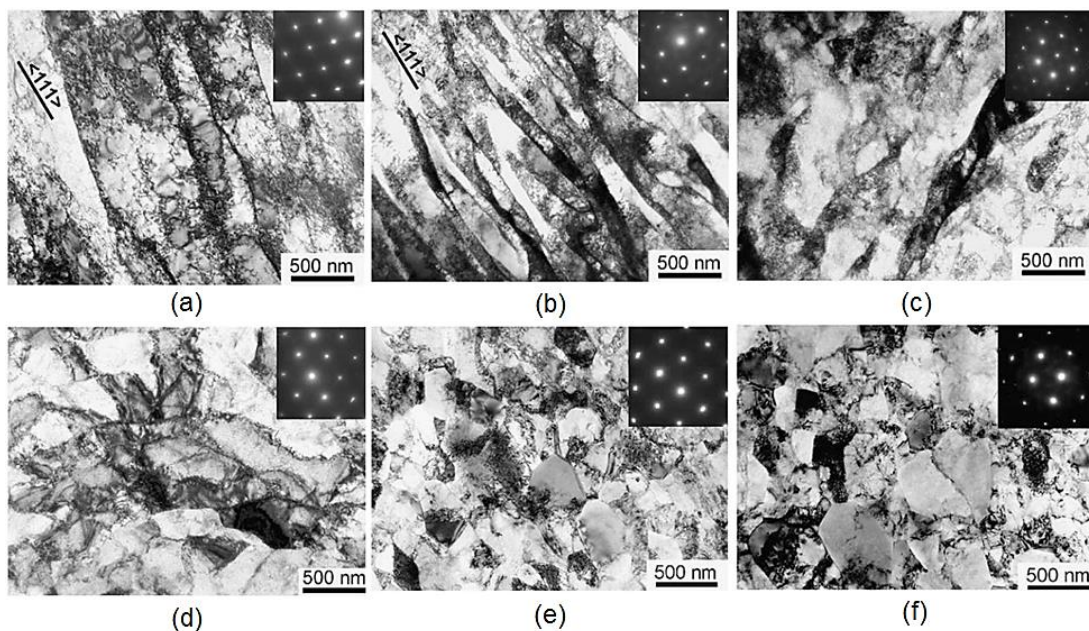


Figura 3.8: Evolução da microestrutura do Cobre submetido ao SPD por 1 (a); 2 (b); 4 (c); 8 (d); 12 (e); 16 (f) passes. Fonte: DALLA TORRE *et al.*, 2004.

A Figura 3.9 evidencia a dependência de alguns parâmetros microestruturais com o

aumento da deformação imposta no Cobre (representado pelo aumento do número de passes de ECAP) (MAIER *et al.*, 2006). Observa-se que o tamanho de grão diminui nos primeiros passes e depois atinge a saturação; a densidade de deslocações aumenta e depois diminui; a fração de contornos de alto ângulo aumenta até o 12º passe; a fração em volume de todos os contornos diminui.

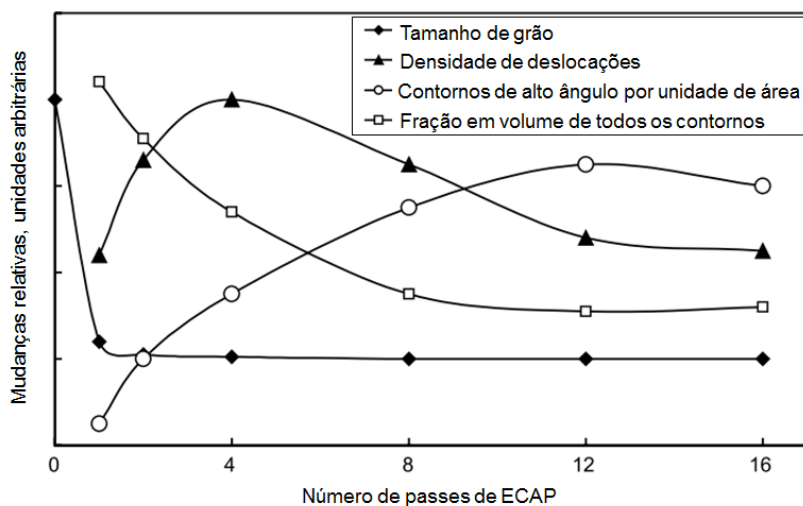


Figura 3.9: Descrição esquemática da influência da quantidade de deformação imposta em parâmetros microestruturais. Fonte: MAIER *et al.*, 2006.

Entretanto, embora o exemplo da Figura 3.9 tenha sido utilizado, as características microestruturais, bem como as propriedades mecânicas dos materiais processados por SPD, dependem de outros fatores como, por exemplo, do material a ser processado, da temperatura, da taxa de processamento e do caminho de deformação.

3.2.1 Forjamento multidirecional livre

Conforme anteriormente definido, o forjamento multidirecional com compressões livres, denominado neste trabalho de MDF livre, é realizado com compressões sequenciais nos eixos x, y e z e ocorre de acordo com o ilustrado na Figura 3.10.

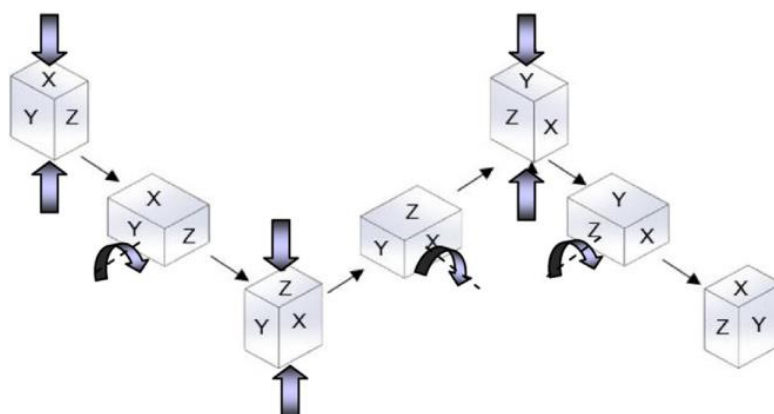


Figura 3.10: Sequência de compressões no processamento por forjamento multidirecional. Fonte: DE FARIA *et al.*, 2016.

SAKAI *et al.* (2009) abordaram os mecanismos de evolução da microestrutura de materiais CFC, Cobre e Alumínio, submetidos ao MDF livre. As características microestruturais observadas são resultado da evolução das bandas de deformação (bandas de cisalhamento) e das suas interseções, aceleradas pela mudança da direção de compressão durante forjamento multidirecional.

A Figura 3.11 representa o desenvolvimento das bandas de deformação e a sequência de refino do grão durante MDF livre na liga de Al 7475 (SAKAI *et al.*, 2009). A compressão uniaxial propicia a formação de bandas paralelas no interior dos grãos e, à medida que o corpo de prova é rotacionado, bandas em outras direções são formadas. O espaçamento entre as bandas diminui com o aumento da deformação cíclica. Para maiores valores de compressão uniaxial, uma estrutura de grãos lamelares pode se desenvolver, enquanto na compressão cíclica ocorre a formação de uma estrutura mais homogênea de grãos refinados e equiaxiais no interior dos grãos.

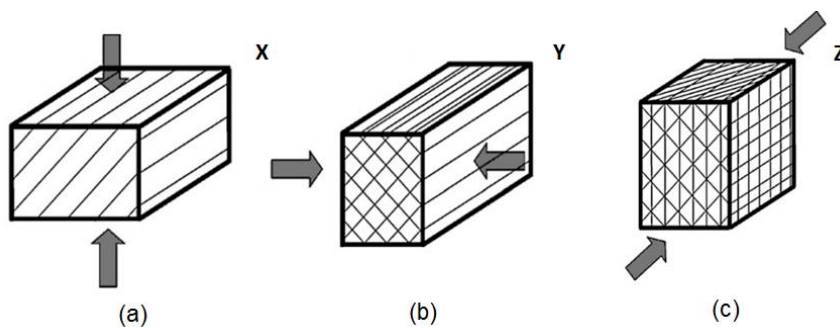


Figura 3.11: Representação da formação de bandas de cisalhamento com a compressão uniaxial seguida da compressão em y e z. Fonte: SAKAI *et al.*, 2009.

O aumento da deformação resulta na diminuição do tamanho médio dos grãos, com subsequente aumento da desorientação e do número de contornos (SAKAI *et al.*, 2009).

ZHU *et al.* (2014) examinaram a uniformidade da estrutura do Alumínio de alta pureza durante MDF livre e mostraram que a deformação por forjamento multidirecional introduz zonas com diferentes níveis de deformação no material. Como na Figura 3.12, a zona I caracteriza-se pela deformação plástica dificultada devido ao atrito entre a amostra e as matrizes de forjamento; a zona II apresenta uma área de fácil escoamento, presente no centro da amostra; a zona III pela formação de regiões abauladas e pouco deformadas.

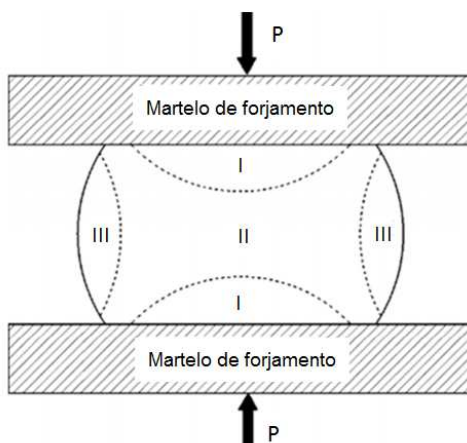


Figura 3.12: Zonas de deformações no material submetido ao forjamento. Fonte: ZHU *et al.*, 2014.

O efeito dessas zonas de deformação está representado na macro e microestrutura do material submetido a 2, 3, 6, 12, 15 e 24 passes de forjamento multidirecional (Figuras 3.13 e 14 respectivamente). Observa-se que para os passes iniciais a estrutura é mais refinada no centro e grosseira nas regiões periféricas (Figura 3.13c, d). Com o aumento do número de passes, a zona de grãos finos se expande e forma uma região de deformação em X (Figura 3.13e), que tende a se espalhar por toda amostra (Figura 3.13f). As microestruturas da Figura 3.14 também evidenciam o refino de grão na região central até a saturação do seu tamanho e o aumento da região com grãos refinados com o aumento do número de passes (ZHU *et al.*, 2014).

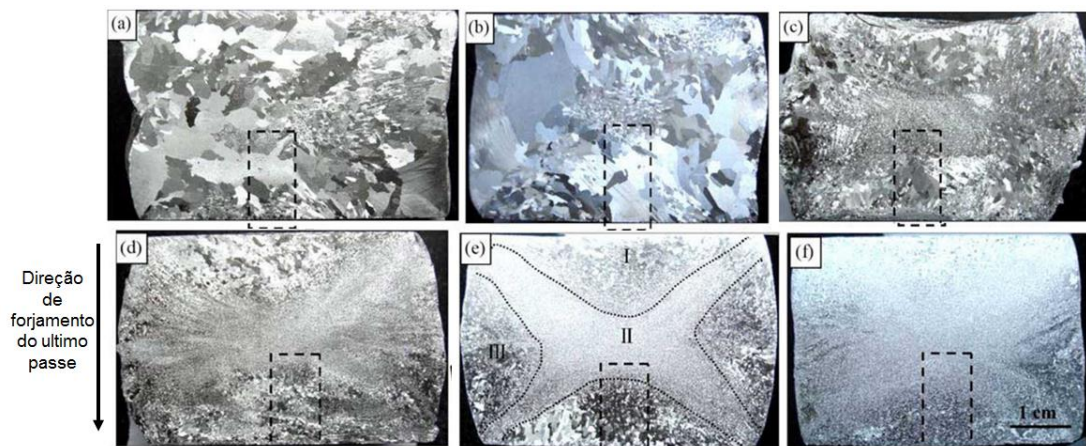


Figura 3.13: Macroestrutura do Alumínio processado por forjamento multidirecional por 2 (a); 3 (b); 6 (c); 12 (d); 15 (e); 24 (f) passes. Fonte: ZHU *et al.*, 2014.

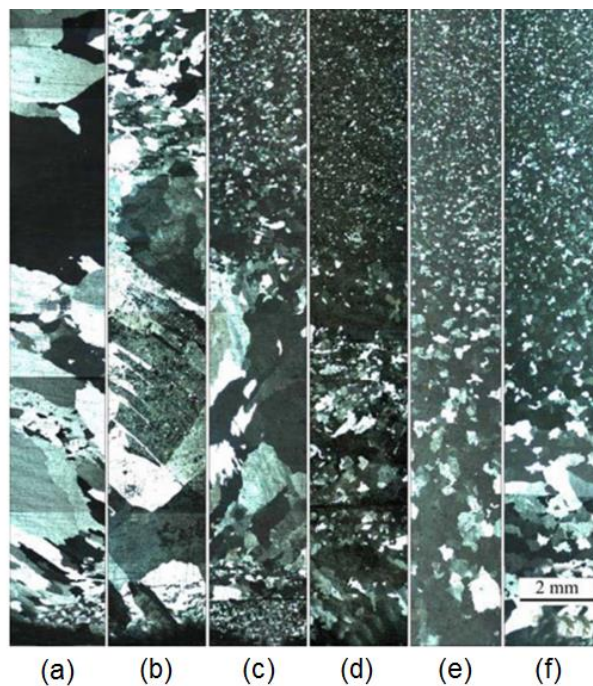


Figura 3.14: Microestrutura do Alumínio processado por forjamento multidirecional por 2 (a); 3 (b); 6 (c); 12 (d); 15 (e); 24 (f) passes. Fonte: ZHU *et al.*, 2014.

SALISHCHEV *et al.* (2011) estudaram as propriedades mecânicas e as características macro e microestruturais do Cobre livre de oxigênio processado por MDF livre por até 20 ciclos com 2,5 de deformação por ciclo. Os resultados mostram uma heterogeneidade da macroestrutura do material mesmo após 20 ciclos de MDF livre devido à não uniformidade da deformação plástica. Em relação a microestrutura, nos estágios iniciais de deformação, as regiões centrais e periféricas se diferenciam, com

deformação localizada no centro da amostra. Após 10 ciclos, a diferença microestrutural nessas regiões não é mais observada.

Em geral, com o aumento do número de ciclos de MDF livre, o tamanho médio do grão diminui, a fração de contornos de alto ângulo, a resistência mecânica, a densidade de deslocações e a dureza aumentam, além de que a fração de grãos menores aumenta e a forma lamelar dos grãos no início da deformação é substituída por uma forma equiaxial (SALISHCHEV *et al.*, 2011).

SHAKHOVA *et al.* (2014) estudaram o refinamento de grão na liga CuCrZr submetida ao forjamento multidirecional por 10 passes com amplitude de deformação igual a 0,4 nas temperaturas de 300K e 673K. Observou-se um rápido aumento da tensão de fluxo seguido da saturação em grandes deformações e o desenvolvimento de grãos ultrafinos com contornos de alto ângulo devido ao aumento da desorientação dos contornos de baixo ângulo. Com o aumento da deformação, o tamanho médio dos grãos diminuiu, a densidade de deslocações e a fração de contornos de alto ângulo e a de grãos ultrafinos aumentaram. A temperatura parece não influenciar no formato das curvas, embora maiores temperaturas proporcionem menores tensões de fluxo e menor densidade de deslocações, além de promover um aumento na cinética do refino de grão.

Ao deformar o Cobre ciclicamente até uma deformação de 7 em temperatura ambiente, concluiu-se que a tensão de fluxo aumenta e satura em uma tensão de 400MPa quando a deformação é igual a 2. Para deformações superiores a 2 ocorre um aumento da sensibilidade à taxa de deformação devido ao a diminuição do tamanho de grão e ao aumento da fração de contornos de alto ângulo (LI e BLUM, 2005).

Um dos estudos mais antigos em compressão multidirecional, realizado por ARMSTRONG *et al.* (1982), avaliou o comportamento do Alumínio sob compressões multi e unidirecionais. Observou-se que as tensões de fluxo do material submetido a deformação uniaxial são superiores às obtidas por deformações multiaxiais, sendo a tensão de saturação tanto maior quanto maior o incremento de deformação nas deformações multiaxiais. Diferenças no tamanho e na concentração das células e subgrãos foram também encontrados para esses dois métodos de deformação.

O efeito da compressão multidirecional no material encruado foi abordado por alguns autores (ARMSTRONG *et al.*, 1982; DE FARIA *et al.*, 2016). Concluiu-se que a deformação cíclica de baixas amplitudes de deformação em material pré-deformado monotonicamente provoca o seu amaciamento, ao contrário do material inicialmente recozido, que encrua com a compressão multiaxial.

DE FARIA *et al.* (2016) apresentaram, como mostrado na Figura 3.15, o amaciamento do Alumínio previamente deformado por ECAP com a imposição do MDF livre (ou MAC como utilizado pelos autores) com amplitude de 0,075. Para o material recozido, a compressão uniaxial encrua o material (curva An); para o material processado por ECAP, a compressão uniaxial amacia o material (curva An+ECAP), porém com menor intensidade que o processamento cíclico (curva MAC); para o material processado por ECAP e posterior MDF, a compressão uniaxial encrua o material (curva An+ECAP+MAC), indicando que o MDF após ECAP aumenta a taxa de encruamento em um posterior teste de compressão uniaxial.

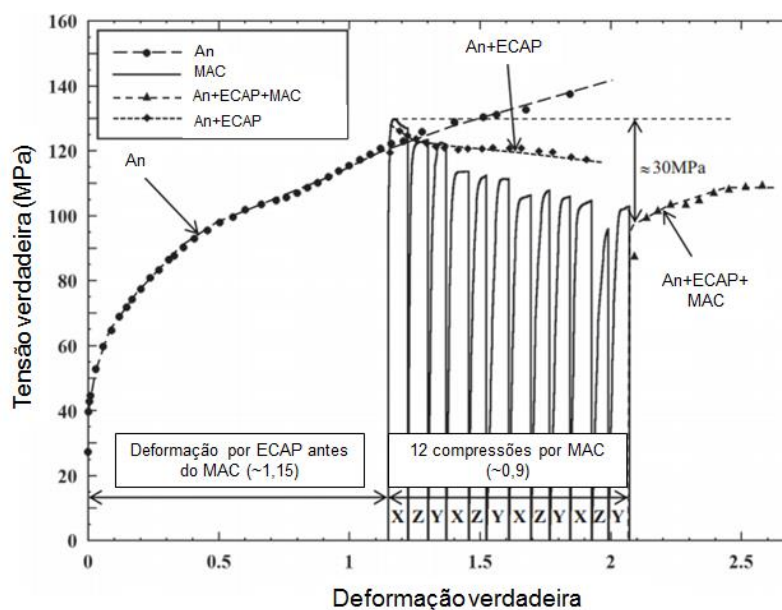


Figura 3.15: Efeito do forjamento multidirecional de baixa amplitude no material encruado. Fonte: DE FARIA *et al.*, 2016.

DE FARIA *et al.* (2018) observaram também que o MDF livre de baixa amplitude de deformação ($\Delta\varepsilon=0,075$) acelera a estabilização da estrutura de deslocamentos do Alumínio comercialmente puro previamente deformado por 1 passe de ECAP ($\Delta\varepsilon=1,15$) mesmo com uma deformação cíclica imposta inferior aos processos de SPD

(deformação igual a 0,9 após 4 ciclos de MDF). A recuperação dinâmica durante o MDF de baixa amplitude permitiu a redução da densidade de contornos de baixo ângulo no interior dos grãos sem alteração significativa do tamanho de grão, levando ao aumento da fração de contornos de alto ângulo. Tais alterações microestruturais permitiram o amaciamento do material e o aumento da sua capacidade de encruamento.

A Figura 3.16 apresenta a forma geral de uma curva tensão x deformação acumulada para compressões cíclicas no Cobre em temperatura ambiente, indicando a existência da recuperação dinâmica durante o processo de deformação (BELYAKOV *et al.*, 2001). Para materiais recozidos, um encruamento é observado nos primeiros passes de deformação cíclica, seguido da saturação da tensão de fluxo devido ao equilíbrio entre a taxa de encruamento e a taxa de recuperação (ARMSTRONG *et al.*, 1982).

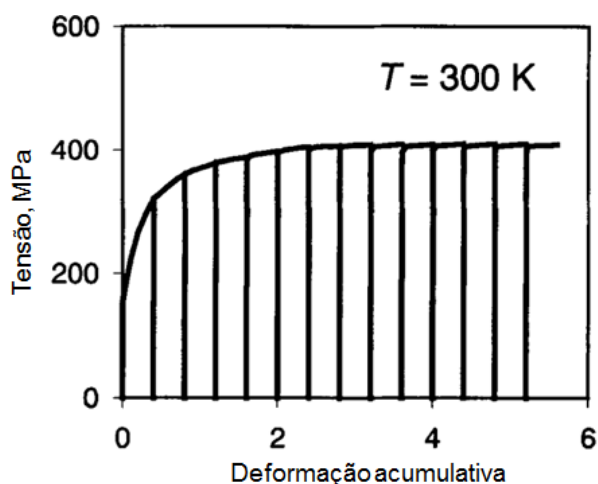


Figura 3.16: Curva tensão x deformação acumulada para o Cobre submetido a 14 passes de forjamento multidirecional. Fonte: BELYAKOV *et al.*, 2001.

Embora o forjamento multidirecional livre apresente uma maior heterogeneidade de deformação e um menor refino de grão comparado a outras técnicas como ECAP e HPT (BERGHAMMER *et al.*, 2011; XU *et al.*, 2013), esse método de SPD apresenta algumas vantagens conforme enumerado por SAKAI *et al.* (2014): (i) o comportamento da curva tensão-deformação e a evolução microestrutural podem ser acompanhados a cada passe de deformação; (ii) processo simples de ser realizado; (iii) possibilidade de ser realizado em materiais de tamanhos convencionais para aplicação industrial.

Entretanto, na prática, esse processo apresenta limitações, visto que é necessário a usinagem ou o lixamento das laterais do corpo de prova após cada passe para retirar o abaulamento introduzido pela compressão (LI e BLUM, 2005; ZHU *et. al.*, 2014). Tendo em vista a dificuldade de usinar as superfícies das amostras e a perda de material que isso provocaria, um método alternativo é o uso de uma matriz com canais confinados, na qual o fluxo de material em uma direção é restringido (KUMAR e RAGHU, 2015a). Dessa forma, evita-se as irregularidades laterais no material. Essa técnica de SPD será abordada no próximo tópico, 3.2.2.

3.2.2 Compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação

A compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação é uma técnica de forjamento multidirecional que utiliza uma matriz para restringir o escoamento do material em uma única direção de forma que a deformação ocorra no estado plano. A matriz pode apresentar apenas duas paredes que restringem o escoamento em uma direção, enquanto o material escoava livremente na outra direção, o que é chamado de *Cyclic Channel Die Compression* (CCDC) por KUMAR e RAGHU (2015) e por KUNDU *et al.* (2008) ou pode apresentar quatro paredes, duas restringindo o escoamento em uma direção e outras duas restringindo o abaulamento das superfícies cujas dimensões aumentaram (CCDP) (MU *et al.*, 2008; BERGHAMMER *et al.*, 2011) como na Figura 3.17.

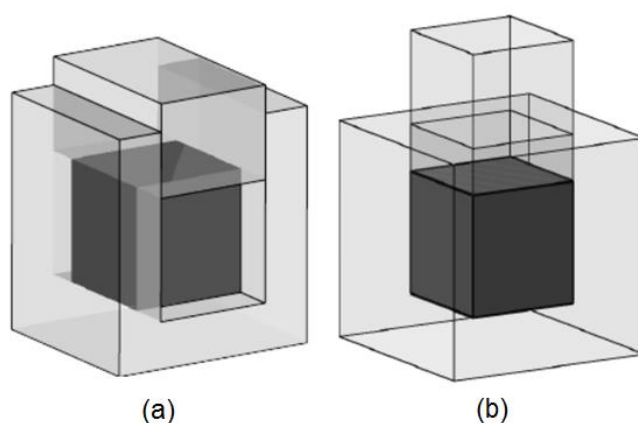


Figura 3.17: Esquema para matrizes de compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação - CCDC (a); CCDP (b). Fonte: ALMEIDA, 2017.

Similar ao ECAP, o processamento por CCDP pode ser realizado em diferentes rotas: rota I, no qual o material é rotacionado 90° em torno da direção transversal do canal

ou rota II, no qual o material é rotacionado 90° em torno da direção transversal do canal seguida da rotação em 90° da sua direção normal (VORHAUER e PIPPAN, 2004). Alguns autores também denominam rota A para rota I e rota B para rota II (SHI *et al.*, 2011).

Conforme Figura 3.18 (PARIMI *et al.*, 2011), no primeiro passe o material é comprimido de forma que a face B se expanda e a altura da face C diminua, sendo a espessura da face C mantida constante devido à restrição imposta pelas paredes da matriz. A cada passe o material é rotacionado 90° em relação à direção transversal do canal e rotacionado 90° em relação a direção normal, sendo a compressão realizada após duas rotações (rota II), completando um ciclo após três passes de compressão.

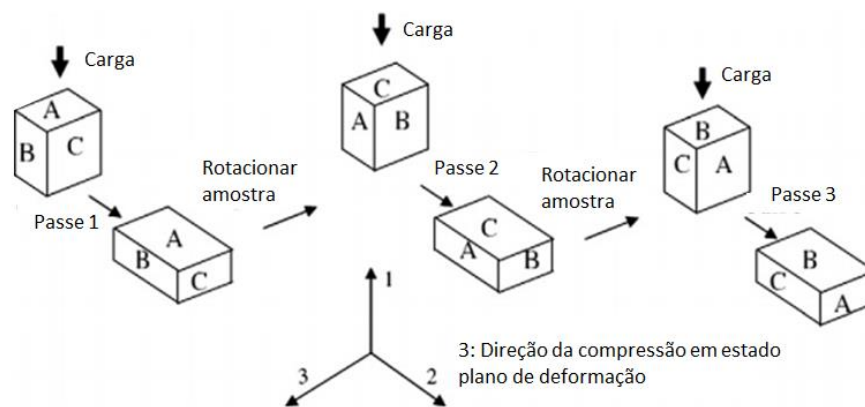


Figura 3.18: Compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação com matriz restringindo escoamento em uma direção (CCDC). Fonte: PARIMI *et al.*, 2011.

KUNDU *et al.* (2008) avaliaram a viabilidade de utilizar o CCDC como método de deformação plástica severa e concluíram que, devido ao aumento da tensão de fluxo e ao aumento da sensibilidade à taxa de deformação, esta técnica é similar a outros processos de SPD, como o ECAP. Além disso, ocorreu a saturação da tensão de fluxo após o encruamento e, à medida que a deformação procedeu, o tamanho de grão diminuiu, a fração de contornos de alto ângulo aumentou e os grãos se tornaram equiaxiais. A sensibilidade à taxa de deformação, representada pelo coeficiente “m” pode ser entendida como o quanto a tensão de fluxo do material é influenciada pela velocidade de deformação em uma dada temperatura (HELMAN e CETLIN, 2013).

BERGHAMMER *et al.* (2011) também avaliaram a eficiência do processamento por

CCDP comparando esse método ao ECAP em uma liga AlMnFe. Para ambos houve uma redução do tamanho do grão e um aumento da desorientação entre as células e subgrãos formados, embora o ECAP proporcione um refino mais rápido que o CCDP. O número de passes total imposto foi o mesmo para ambas as técnicas (1, 4, 8 e 16 passes), porém o CCDP apresenta uma deformação por passe próxima a 0,77 e o ECAP próxima a 1. Isso evidencia que não só a deformação acumulada, mas a deformação por passe e o caminho de deformação apresentam influência na microestrutura e nas propriedades mecânicas obtidas.

O estudo de KUMAR e RAGHU (2015a) evidencia o aumento da densidade de deslocações e da fração de contornos de alto ângulo com o aumento do número de ciclos de CCDP para o Cobre livre de oxigênio. No primeiro ciclo, há um aumento da fração de contornos de baixo ângulo devido à geração das deslocações e à formação de subgrãos, seguido do aumento da fração de contornos de alto ângulo no segundo e terceiro ciclos e do refino do grão (Figura 3.19). Assim como no MDF livre, a microestrutura é refinada no CCDP por meio da interseção das bandas de cisalhamento, sendo mais pronunciada no centro do material (BERGHAMMER *et al.*, 2011).

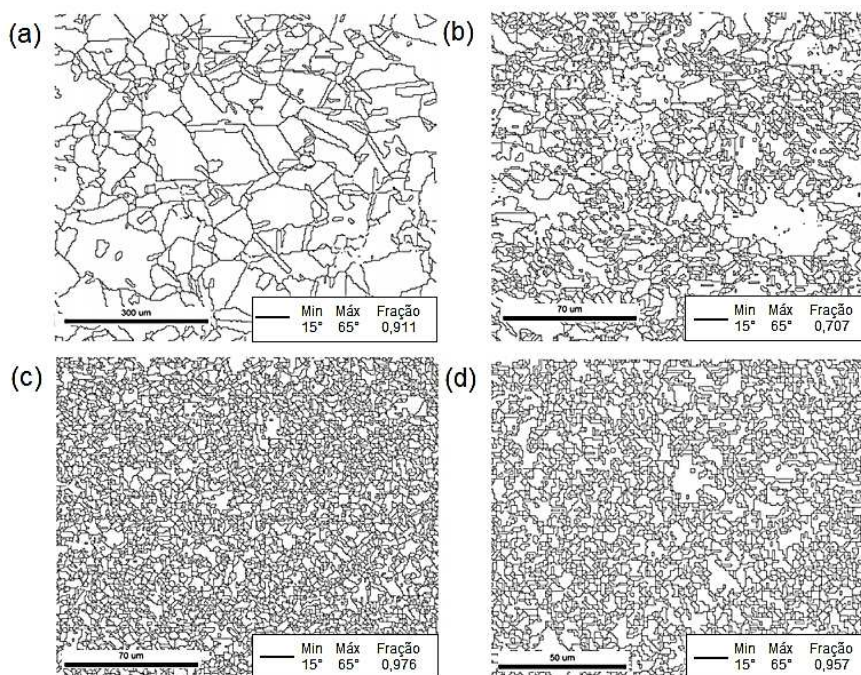


Figura 3.19: Evolução microestrutural do Cobre submetido ao CCDP, estando recozido (a) e processado por 1 (b); 2 (c) e 3 (d) ciclos. Fonte: KUMAR e RAGHU, 2015a.

As curvas dos processamentos por CCDP apresentam uma diferença em relação ao MDF livre. Observa-se na Figura 3.20 que no primeiro passe, por exemplo, a tensão de fluxo aumenta até o material escoar, deformando até aproximadamente 0,8. Durante essa deformação, há uma folga entre a matriz e o corpo de prova. A medida que o punção se desloca, ocorre a deformação no estado plano. Após essa deformação do material, a tensão de fluxo aumenta de forma brusca. Esse comportamento se deve ao surgimento das forças de atrito entre o corpo de prova e a matriz no momento em que se encostam (PARIMI *et al.*, 2011).

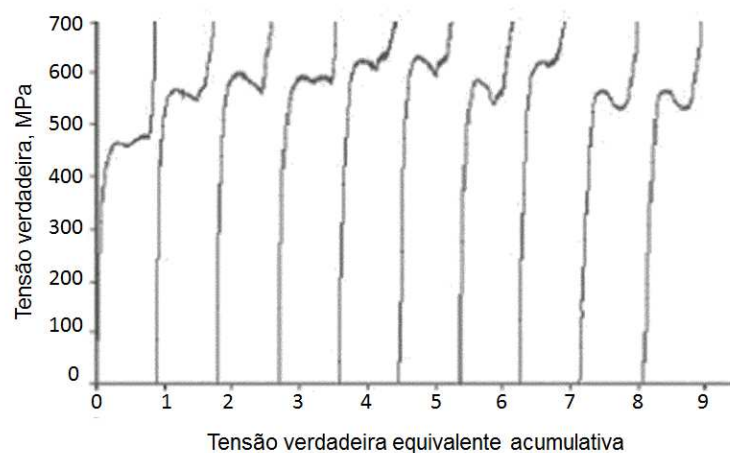


Figura 3.20: Curva tensão x deformação para o Cobre após 10 passes de compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação (CCDP). Fonte: PARIMI *et al.*, 2011.

Os resultados obtidos por PARIMI *et al.* (2011) mostram que o aumento de resistência mecânica para o Cobre se deve inicialmente ao encruamento e, nos estágios finais da deformação, ao refino do grão. Observa-se uma diminuição na tensão de fluxo do material após uma deformação de 7. Segundo os autores, as amostras se tornaram frágeis após 8 passes, apresentaram trincas macroscópicas em sua superfície e fraturaram após os 10 passes ($\epsilon_T=8,5$).

Por outro lado, KUNDU *et al.* (2008) reportaram a diminuição da tensão de fluxo para o Cobre submetido ao CCDC com amplitude de deformação de 0,8 a 298K a partir de uma deformação acumulada de 5, conforme Figura 3.21. Os autores atestam que a pronunciada diminuição na tensão de fluxo observada para a deformação total de cerca de 5 se deve ao lixamento das laterais das amostras que, por se tratar de CCDC, não estavam em contato com a matriz e abaularam.

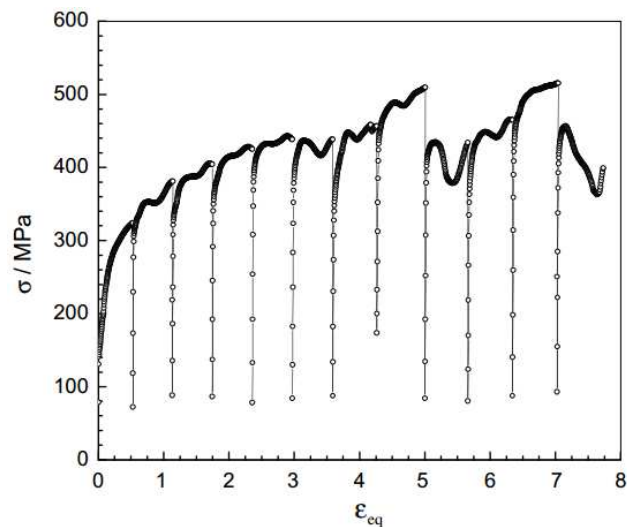


Figura 3.21: Curva de fluxo para o Cobre submetido a compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação (CCDC) a 298K. Fonte: KUNDU *et al.*, 2008.

Entretanto, para o Alumínio comercialmente puro, KAPOOR *et al.* (2013) reportaram um amaciamento do material submetido ao CCDP ($\Delta\varepsilon=0,8$) em temperatura ambiente a partir do sexto passe de deformação. Segundo os autores, como o endurecimento no Alumínio é mais relacionado à densidade de deslocações dentro dos grãos/subgrãos que aos contornos de grão pela equação de Hall-Petch, o amaciamento é devido ao aumento dos contornos de alto ângulo, resultante da diminuição da quantidade de células de deslocações compostas de contornos de baixo ângulo. Outros estudos (LEE *et al.*, 2003; DALLA TORRE *et al.*, 2004; TANG e SCHOENUNG, 2008) abordaram o amaciamento do material durante deformação plástica severa, o que, segundo os autores, pode estar relacionado a recristalização dinâmica, recuperação dinâmica e tensões residuais causadas pela alta deformação.

Uma característica das curvas tensão x deformação para o MDF livre e para o CCDP/CCDC é a presença de picos na tensão de fluxo, pouco abordada em artigos. DE FARIA *et al.* (2016) comentaram sobre esse pico inicial seguido de amaciamento no primeiro passe de compressão do Alumínio pré-deformado por ECAP. De forma similar, BEYERLEIN *et al.* (2007), em seu estudo sobre a anisotropia plástica do Alumínio e do Cobre, observaram esse pico na tensão de fluxo com a mudança do caminho de deformação (comprime, descarrega, recarga em outra direção ortogonal) (Figura 3.22).

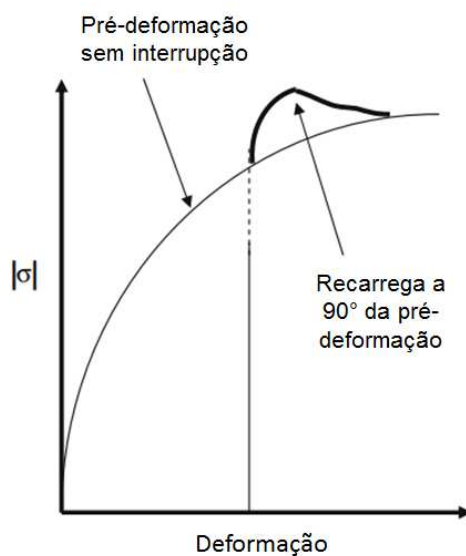


Figura 3.22: Efeito da mudança do caminho de deformação na curva tensão-deformação do material. Fonte: BEYERLEIN *et al.*, 2007.

Embora não abordado pelos autores (LI e BLUM, 2005; KAPOOR *et al.*, 2013), a Figura 3.23 evidencia picos nas tensões de fluxo, seguidos de amaciamento ou encruamento, do Cobre (Figura 3.23a) e do Alumínio (Figura 3.23b) processados por MDF livre e CCDP, respectivamente. Nenhuma explicação foi dada para esse fato.

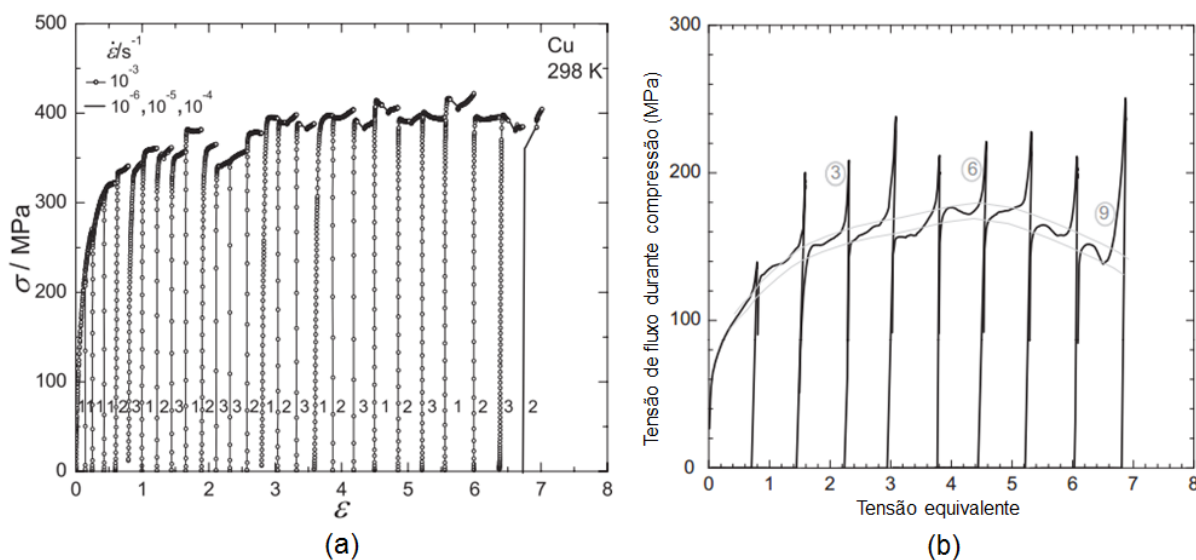


Figura 3.23: Curvas tensão x deformação para o Cobre submetido ao forjamento multidirecional livre (MDF livre) (a) e Alumínio submetido a compressão multiaxial cíclica em estado plano de deformação (CCDP) (b). Fontes: LI e BLUM, 2005; KAPOOR *et al.*, 2013.

Para os estudos relacionados ao CCDP, o estado de deformação é diferente do MDF livre, visto que apenas duas direções apresentam escoamento devido à restrição imposta pela matriz. Sendo assim, uma nova técnica de forjamento multidirecional será apresentada no item 3.2.3.

3.2.3 Forjamento multidirecional confinado

Devido às limitações dos processamentos por MDF livre e pelo processamento por CCDP ser em estado plano de deformação, a nova técnica de forjamento multidirecional, chamada de MDF confinado, foi desenvolvida.

Assim como o CCDP, o processamento por MDF confinado ocorre com a utilização de uma matriz, porém, a diferença entre ambas as técnicas é o estado de deformação imposto. No MDF confinado, a matriz contém quatro paredes que impedem o abaulamento do material, mas a deformação ocorre em três direções ortogonais. A Figura 3.24 é um desenho esquemático da matriz para o MDF confinado com o corpo de prova inserido no canal antes da sua deformação, com vista central (Figura 3.24a) e superior (Figura 3.24b) evidenciando a folga entre o material e as paredes da matriz de forma que o escoamento em ambas as direções seja permitido.

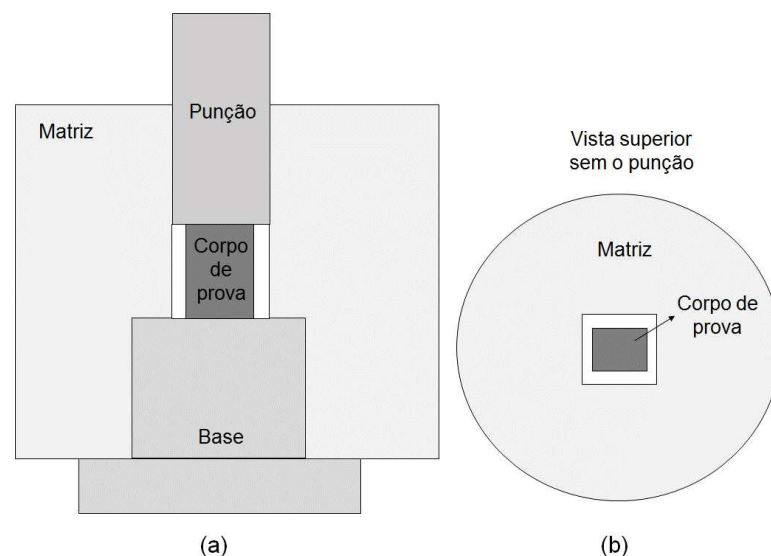


Figura 3.24: Representação esquemática da matriz de forjamento multidirecional em canais confinados (MDF confinado) com vista central (a) e superior (b).

Essa técnica de deformação foi utilizada por ALMEIDA (2017) para avaliar o

comportamento mecânico de uma liga de Alumínio submetida a ECAP com posterior deformação cíclica. O estudo confirma que o abaulamento do corpo de prova foi eliminado, otimizando o tempo de processamento e minimizando o trabalho dos testes. Além disso, os picos de tensão característicos dos processamentos por MDF livre e CCDP não aparecem de forma pronunciada nos processamentos por MDF confinado como mostrado na Figura 3.25, a qual apresenta o comportamento do material submetido a compressão monotônica (recozido e após MDF confinado) e submetido a compressão cíclica.

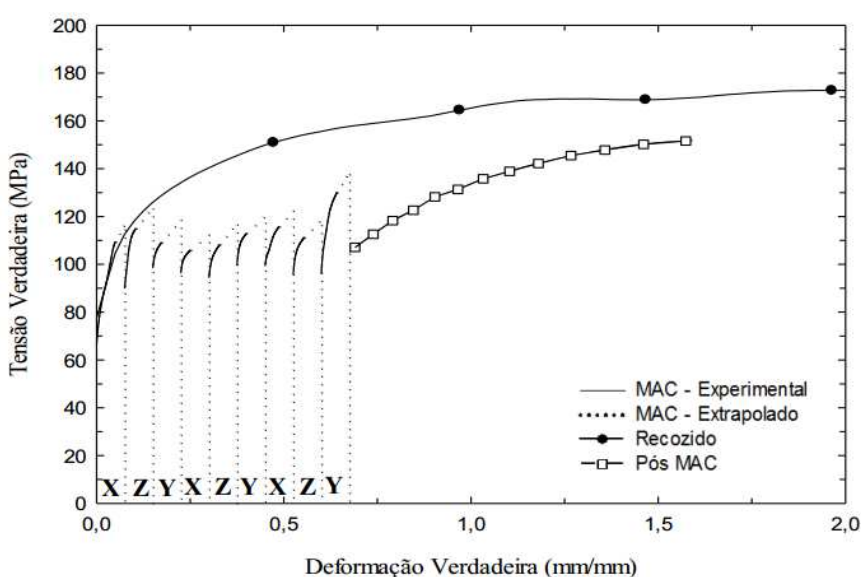


Figura 3.25: Resposta do Alumínio submetido ao MDF confinado por três ciclos estando inicialmente recozido e do material submetido à compressão uniaxial no estado recozido e após MDF confinado. Fonte: ALMEIDA, 2017.

Observa-se ainda que a curva para a deformação cíclica não contém o aumento brusco de tensão evidenciando o instante em que a matriz e corpo de prova se tocam, o que se deve à metodologia adotada por ALMEIDA (2017). Em seu trabalho, na curva plástica, a região após o ponto de inflexão foi eliminada e um método de extrapolação foi adotado, embora a curva original apresente o aumento da tensão conforme visto para o CCDP representando o estado triaxial de tensões.

FLAUSINO *et al.* (2019) também utilizaram o MDF confinado, denominado de LSA-MDF (*Low Strain Amplitude Multi-directional Forging*), no estudo do comportamento mecânico e evolução microestrutural do Cobre processado por 12, 24, 48, 96 e 144 passes com amplitude de 0,075 (deformação máxima de 10,8). Observou-se por meio

das curvas tensão x deformação verdadeira acumulada o encruamento do material até deformações ~ 2 seguido da saturação da tensão de fluxo, caracterizando a ocorrência de processos de recuperação dinâmica. As curvas, como comentado pelos autores, apresenta um aumento acentuado da inclinação no estágio final de cada compressão resultante do estado triaxial de tensões imposto pelas paredes da matriz, justificando o uso de uma curva de fluxo acumulativa para melhor representar o comportamento mecânico do Cobre, conforme curva vermelha da Figura 3.26 para o Cobre deformado até 10,8 (144 passes).

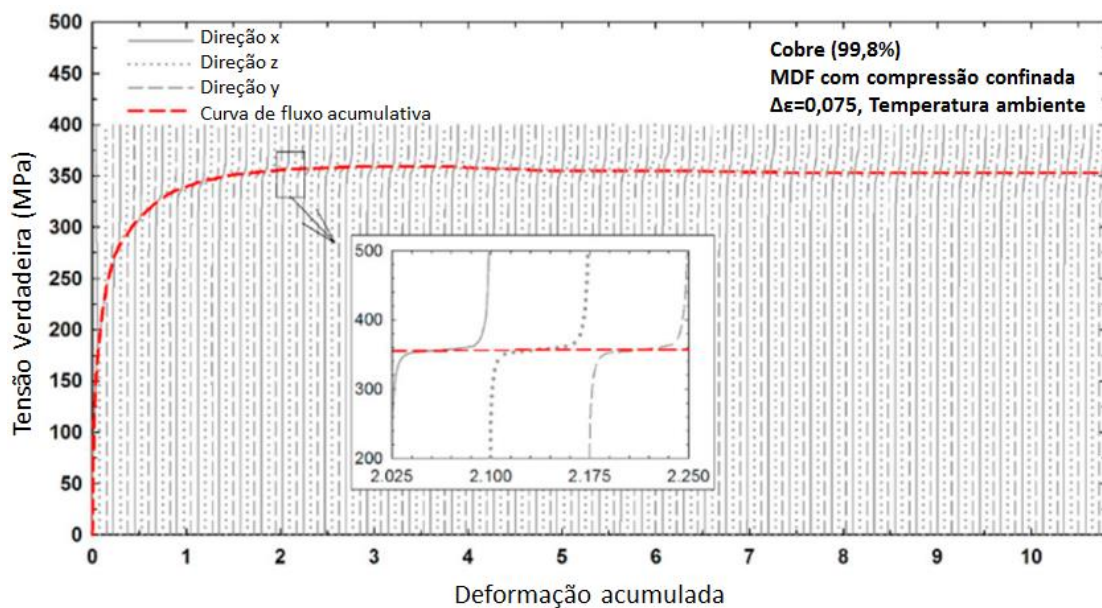


Figura 3.26: Curva tensão verdadeira x deformação acumulada para o Cobre processado por MDF confinado até 10,8 de deformação com curva de fluxo acumulativa em vermelho. Fonte: FLAUSINO *et al.*, 2019.

Para a evolução microestrutural do material, análises de microscopia ótica, difração do feixe de elétrons retroespalhados (*Electron Backscatter Diffraction*, EBSD) e microscopia eletrônica de transmissão (MET) foram utilizados, constatando que as mudanças microestruturais são resultantes da fragmentação dos grãos originais pelos contornos de baixo ângulo, que, com o aumento da deformação, se tornam contornos com alto ângulo de desorientação. Observou-se também redução do tamanho médio de grãos e o aumento do número de microbandas com a deformação. Porém, em relação a outros métodos de SPD como o ECAP ou MDF com maior amplitude de deformação, constatou-se um atraso na cinética de refino de grão e o favorecimento da ocorrência de processos de recuperação (FLAUSINO *et al.*, 2019).

Por ser uma técnica relativamente nova, apenas o trabalho de FLAUSINO *et al.* (2019) utilizou o MDF confinado como SPD para o Cobre com foco em estudar o comportamento mecânico e a evolução microestrutural com o aumento de deformação.

3.3. Influência do caminho de deformação

Além dos parâmetros de processamento como temperatura e taxa de deformação e das propriedades intrínsecas ao material, o caminho no qual a deformação ocorre apresenta significativa influência nas propriedades mecânicas e na estrutura dos materiais (PINHEIRO *et al.*, 2004a). A influência do caminho de deformação pode ser observada quando o material apresenta uma resposta mecânica diferente do processamento monotônico frente às solicitações mecânicas, com natureza, direção ou sentidos opostos (CORRÊA, 2004).

CHUNG e WAGONER (1986) apresentam os tipos de regiões de transição de um material previamente deformado quando submetido a mudanças no caminho de deformação (Figura 3.27).

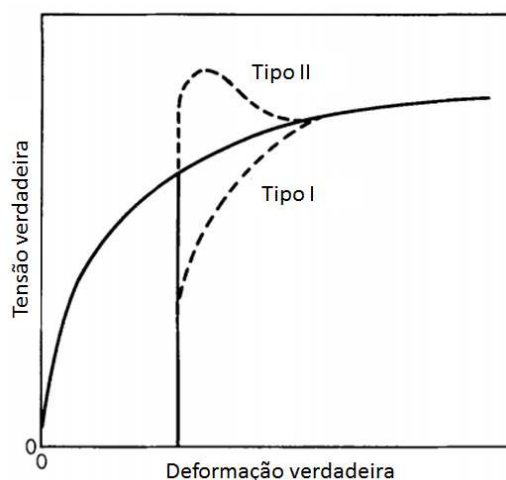


Figura 3.27: Tipos de comportamento mecânico de materiais submetidos a solicitações mecânicas por meio de diferentes caminhos de deformação. Fonte: CHUNG e WAGONER, 1986.

O tipo I, característico de uma liga de Cobre e Zinco, por exemplo, apresenta tensões de fluxo menores e maior taxa de encruamento; em contrapartida, o tipo II,

característico de um aço livre de intersticiais, por exemplo, apresenta maior tensão de fluxo com taxa de encruamento negativa. Ambos os materiais foram submetidos a deformações no estado plano de tensão seguido da tração uniaxial (WAGONER, 1982; DOUCET e WAGONER, 1987).

BERGHAMMER *et al.* (2011) avaliaram dois processamentos mecânicos diferentes (CCDP e ECAP) em uma liga de AlMnFe e constataram que não apenas a deformação acumulada, mas também a deformação por passe de processamento e o caminho de deformação apresentam influência no desenvolvimento da microestrutura e das propriedades mecânicas do material. As amostras processadas por ECAP apresentam menor tamanho de grão, uma maior fração de contornos de alto ângulo e maiores tensões de fluxo comparadas às processadas em estado plano de deformação para mesma deformação total.

COFFIN e TAVERNELLI (1959) analisaram as características da deformação de oito metais recozidos e pré-encruados submetidos a deformações cíclicas por tração/compressão. Concluiu-se que a deformação cíclica pode endurecer ou amaciar os materiais, dependendo de suas características e do caminho de deformação. A Figura 3.28 apresenta o comportamento para o Cobre livre de oxigênio para o material recozido e pré-deformado.

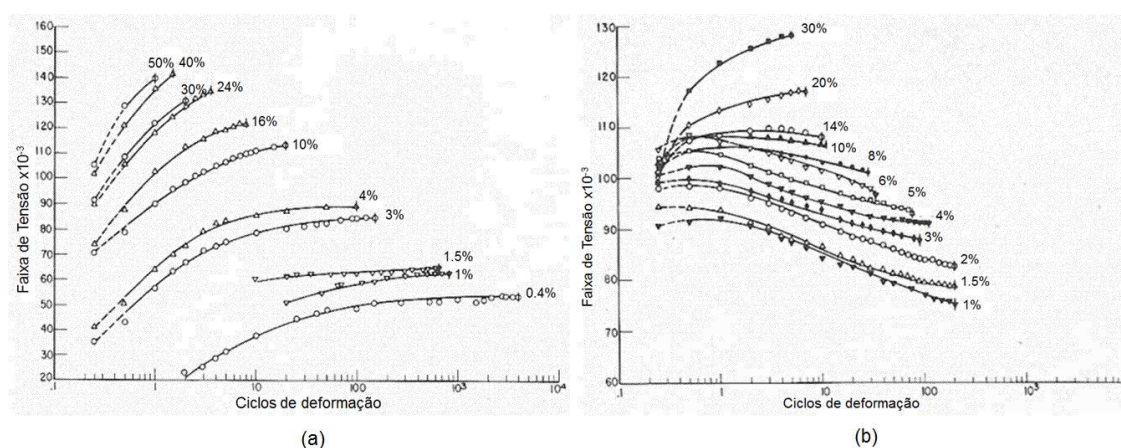


Figura 3.28: Comportamento do Cobre livre de oxigênio após deformação cíclica estando inicialmente recozido (a) e pré-deformado (b). Fonte: COFFIN e TAVERNELLI, 1959.

O material recozido (Figura 3.28a) apresenta encruamento, cujas tensões de fluxo e taxas de encruamento são maiores para maiores amplitudes de deformação. Em

contrapartida, no material pré-deformado por meio da redução de ~33% de diâmetro (Figura 3.28b), a deformação cíclica pode provocar endurecimento para maiores amplitudes de deformação ou amaciamento para menores valores de amplitudes de deformação.

ARMSTRONG *et al.* (1982) estudaram o comportamento do Alumínio comercialmente puro variando-se a amplitude de deformação e o caminho no qual o material é deformado por meio de compressão unidirecional e multidirecional. A resposta mecânica do material varia de acordo com as condições de deformação mesmo para deformações verdadeiras totais iguais. Conforme evidenciado na Figura 3.29, os resultados obtidos indicam que (i) quanto maior o incremento de deformação ($\Delta\epsilon$) multidirecional para o Alumínio recozido, maior a tensão de saturação do material; (ii) para deformação multidirecional após grande deformação compressiva unidirecional, um amaciamento significativo do material ocorre; (iii) para deformações apenas compressivas unidirecional ou multidirecionais, ocorre encruamento, mas a tensão de saturação é menor com deformações em três direções ortogonais devido a maior recuperação dinâmica.

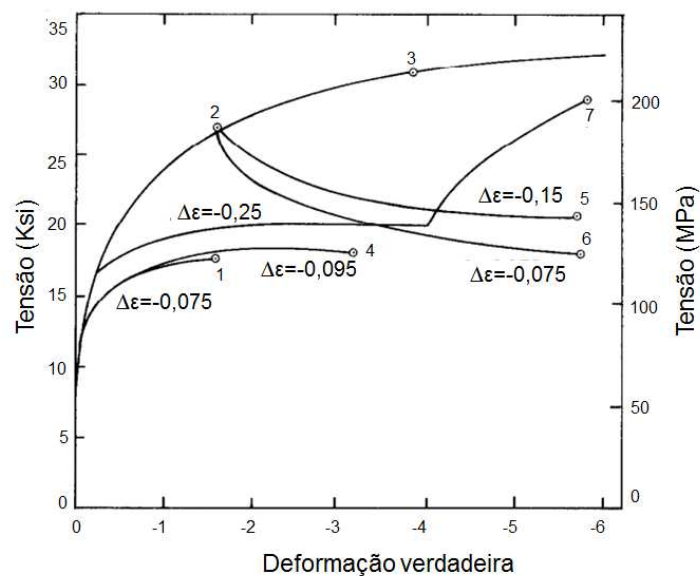


Figura 3.29: Influência do caminho de deformação para o Alumínio submetido a compressões uni e multidirecionais. Fonte: ARMSTRONG *et al.*, 1982.

Essas características na resposta do Alumínio são atribuídas às diferenças microestruturais provocadas pelo histórico de deformação. Para amostras deformadas apenas unidirecionalmente ou que tiveram deformação multidirecional seguida da

unidirecional, a concentração de células e subgrãos aumenta e a área de emaranhados diminui com o aumento da deformação. Além disso, ocorre diminuição do tamanho das células e dos subgrãos e aumento do ângulo médio de desorientação dos subgrãos. Para compressões apenas multidirecionais, a soma de células e subgrãos permanece praticamente constante e a área de emaranhados desaparece para deformações acima de 3, enquanto para amostras deformadas unidirecional seguida de multidirecional, uma maior área de emaranhados é encontrada devido a deformação unidirecional inicial (ARMSTRONG *et al.*, 1982).

Nota-se nas pesquisas de ARMSTRONG *et al.* (1982) e COFFIN e TAVERNELLI (1959) que o forjamento multidirecional livre (MDF livre) e as deformações por tração/compressão levam a resultados semelhantes com relação à evolução do comportamento mecânico dos materiais. Ambos envolvem deformação cíclica, provocam um menor endurecimento do material quando comparados a uma deformação monotônica para uma mesma deformação total e apresentam o mesmo efeito da amplitude de deformação: quanto maior a amplitude, maior a tensão de fluxo e de saturação do material (PINHEIRO *et al.*, 1997).

Os mesmos efeitos foram observados por PINHEIRO *et al.* (1997) para o Cobre comercialmente puro submetido a testes de torção a quente (773K) monotônico (rotação em uma única direção) e cíclico (rotação inicial em uma direção e depois é invertida) para baixas amplitudes de deformação (Figura 3.30).

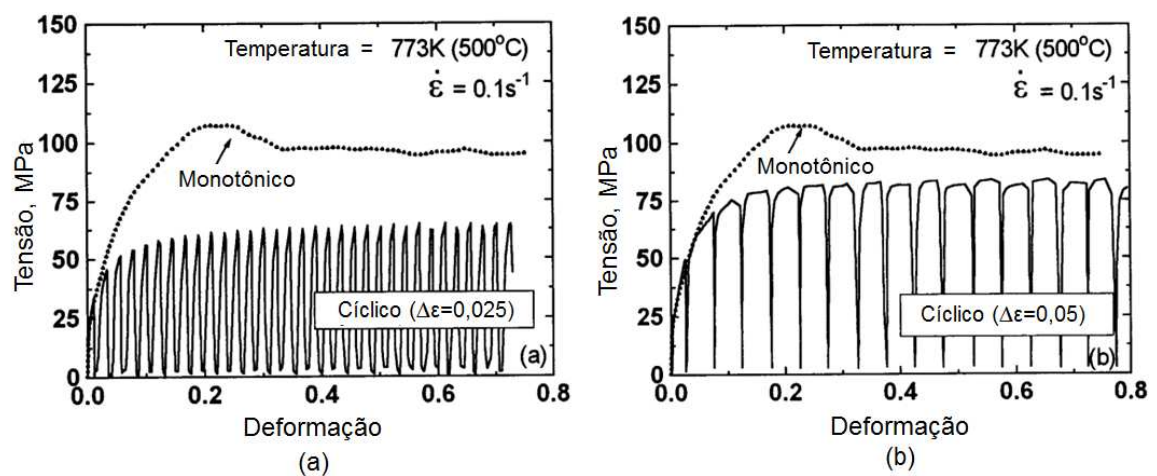


Figura 3.30: Efeito da deformação cíclica e monotônica no Cobre para amplitudes de 0,025 (a) e 0,05 (b). Fonte: PINHEIRO *et al.*, 1997.

Para a deformação cíclica foram impostas diferentes amplitudes de deformação: 0,025 e 0,05. A Figura 3.30 apresenta o comportamento mecânico do material. Além do efeito na tensão de fluxo e na tensão de saturação, a deformação cíclica e sua amplitude influenciam no fenômeno de recristalização dinâmica. Para baixas amplitudes, a recristalização, representada pelo pico nas curvas monotônicas, foi suprimida.

A influência do caminho de deformação no comportamento mecânico do Aço baixo Carbono e de uma liga de Cobre e Zinco (latão) também foi estudado por CORRÊA *et al.* (2003) com a realização de testes sequenciais de tração e torção cíclica. A Figura 3.31 (a, b) apresenta a mudança do comportamento mecânico do latão, material CFC com baixa energia de falha de empilhamento, de acordo com a sequência na qual a deformação ocorre. As diferenças durante o encruamento por tração ou torção se devem ao número de sistemas ativados para cada modo de deformação (KOCKS e MECKING, 2003) e à subestrutura de deslocações desenvolvidas no primeiro estágio de deformação (DAVENPORT e HIGGINSON, 2000).

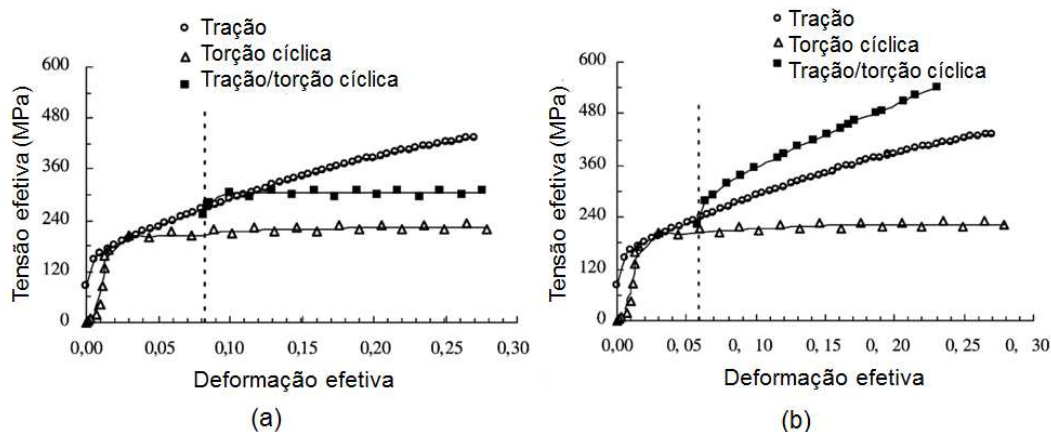


Figura 3.31: Comportamento mecânico do latão sob diferentes sequências de deformação: tração + torção (a) e torção + tração (b). Fonte: CORRÊA *et al.*, 2003.

Relacionado ainda ao caminho de deformação, MISHRA *et al.* (2007) avaliaram a evolução microestrutural e a resposta mecânica do Cobre submetido a diferentes rotas de processamento de ECAP (8 passes no total): A, Bc e C. Concluiu-se que a evolução microestrutural depende do caminho adotado e, dentre as rotas, a Bc se mostrou mais efetiva para o refino dos grãos e com morfologia mais equiaxial (Figura 3.32c), enquanto as rotas A e C apresentaram grãos alongados (Figura 3.32a e b).

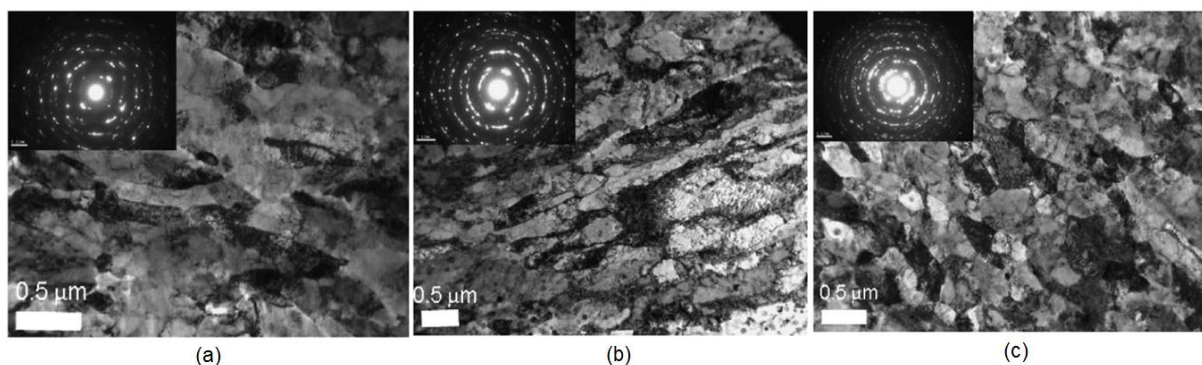


Figura 3.32: Diferença microestrutural do Cobre submetido a 8 passes de extrusão angular em canais iguais (ECAP) nas rotas A (a); C (b); Bc (c). Fonte: MISHRA *et al.*, 2007.

VORHAUER e PIPPAN (2004) também estudaram a influência do tipo e do caminho de deformação na evolução microestrutural do Alumínio puro e do Cobre puro submetidos a diferentes métodos de SPD: ECAP nas rotas A e C, HPT e CCDC nas rotas I e II. Análises microscópicas evidenciaram que o tamanho estrutural dos elementos diminui rapidamente no início da deformação até atingirem um valor de saturação, sendo que, para uma mesma deformação (~14,5) houve um maior refino de grão para o material submetido ao HPT, seguido do material submetido ao CCDC, ECAP rota A e ECAP rota C. A morfologia dos grãos também é diferente: mais alongada para o CCDC na rota I e ECAP na rota C e mais equiaxial para o CCDC na rota II. Segundo os autores, as maiores diferenças microestruturais estão presentes em baixas deformações, se tornando menos pronunciadas com o aumento da deformação.

FLAUSINO *et al.* (2019), no estudo do comportamento mecânico e evolução microestrutural do Cobre, compararam as características/propriedades obtidas após processamento do Cobre por diferentes caminhos de deformação. Demonstrou-se que, para uma mesma deformação, o MDF confinado de baixa amplitude propicia um menor limite de escoamento que o ECAP e o MDF de alta amplitude de deformação devido ao maior tamanho de grão obtido pelo MDF de baixa amplitude. Os autores mostraram que a amplitude de deformação apresenta grande influência na cinética de refino de grão, sendo maior em altas amplitudes. A Figura 3.33 apresenta os tamanhos de grão obtidos com o aumento da deformação para o Cobre deformado por MDF (amplitudes de 0,075, 0,8 e 0,83 por passe) e por ECAP (amplitudes de 0,76, 0,8, 1,0 e 1,15 por passe).

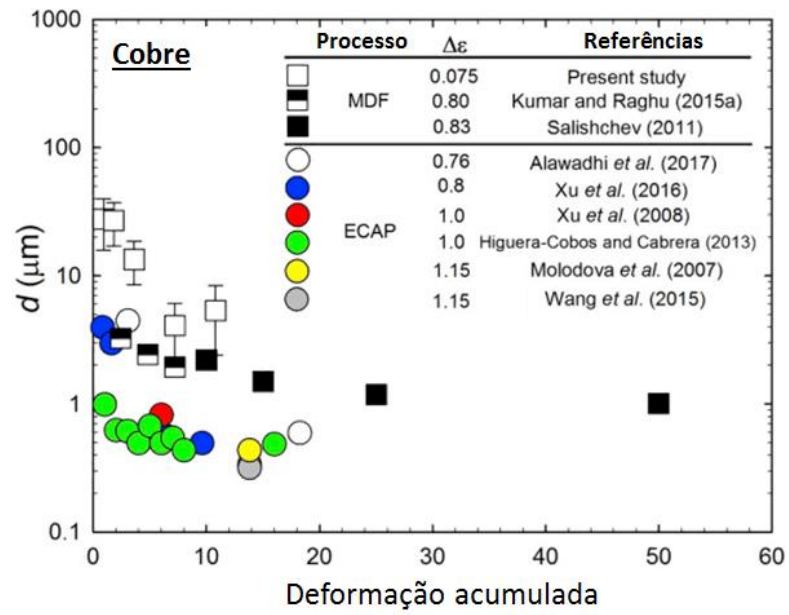


Figura 3.33: Tamanho médio de grão obtido com o aumento da deformação para o Cobre processado por MDF e ECAP com diferentes amplitudes de deformação. Fonte: FLAUSINO *et al.* (2019).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

A influência do forjamento multidirecional confinado nas propriedades mecânicas e nas características microestruturais do Cobre comercialmente puro recozido foi avaliada experimentalmente. Os corpos de prova (CP's) foram comprimidos em matrizes confinadas que impõem deformações no estado triaxial (MDF confinado). As etapas do trabalho estão descritas no fluxograma da Figura 4.1.

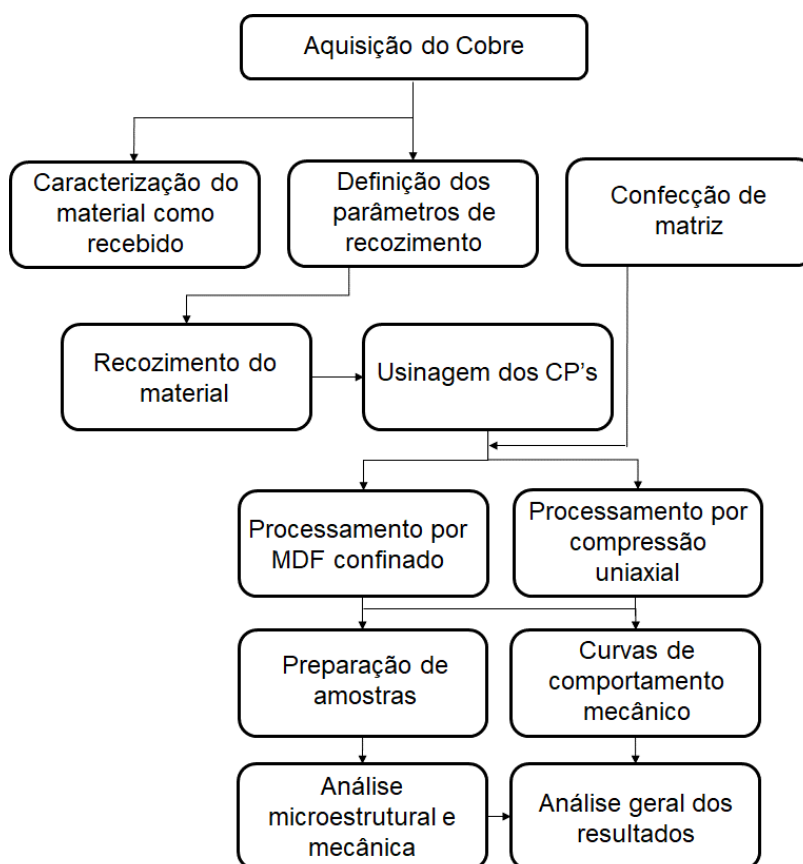


Figura 4.1: Fluxograma com etapas do trabalho.

4.1. Material

O material de estudo é o Cobre comercialmente puro (99,77%) disponível na forma de barras de seção retangular laminadas a quentes (total de 6 unidades) com seção $15,8 \times 15,8 \text{ mm}^2$ e comprimento de 3m cada uma, enumeradas como barras 1, 2, 3, 4, 5 e 6.

4.2. Métodos

4.2.1 Caracterização do material como recebido

A caracterização do material como recebido foi realizada por meio da análise de composição química e, para analisar a efetividade do recozimento implementado posteriormente e o aspecto micrográfico do material, medições de microdureza Vickers (HV) e microscopia óptica foram realizadas.

A análise química foi realizada no Centro de Inovação Tecnológica SENAI FIEMG (Campus CETEC) utilizando Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma (*Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry*, ICP OES).

As amostras para medições de microdureza e para análise microscópica foram retiradas das seções longitudinal e transversal de cada barra. O corte foi realizado a frio e com refrigeração na *Cut Off* Prazis - modelo COR 40 do Laboratório de Materiais Metálicos do Departamento de Engenharia de Materiais e Construção da UFMG. Para isso, as amostras foram identificadas conforme Tabela 4.1 (CR para material como recebido e TT para material recozido). Os números ímpares representam a seção transversal e os números pares a seção longitudinal das barras.

Tabela 4.1: Identificação das amostras para caracterização do Cobre.

Barra	Identificação	Seção
1	CR1, TT1	Transversal
	CR2, TT2	Longitudinal
2	CR3, TT3	Transversal
	CR4, TT4	Longitudinal
3	CR5, TT5	Transversal
	CR6, TT6	Longitudinal
4	CR7, TT7	Transversal
	CR8, TT8	Longitudinal
5	CR9, TT9	Transversal
	CR10, TT10	Longitudinal
6	CR11, TT11	Transversal
	CR12, TT12	Longitudinal

A preparação metalográfica para microscopia óptica e microdureza consistiu no embutimento a frio do material com resina acrílica e líquido autopolimerizante em um molde de borracha de silicone flexível, no desbaste com lixas de carbetto de silício de granas 600, 1200, 2400 e 4000 e no polimento mecânico em pasta de diamante com granulometria de 1 micrômetro.

Para desbaste e polimento foram utilizadas as politrizes AROTEC - modelo AROPOL VV PU e PANAMBRA - modelo DP10, respectivamente, do Laboratório de Caracterização de Materiais de Construção Civil e Mecânica do Departamento de Materiais e Construção da UFMG.

Para revelar os contornos de grão das amostras de Cobre, três soluções para ataque químico foram utilizadas:

- Cloreto férrico (2,5g de cloreto férrico, 50ml de ácido clorídrico, 150ml de água destilada e 40ml de álcool etílico PA);
- Di Cobre (65ml de ácido sulfúrico concentrado, 16g de dicromato de potássio, 3g de cloreto de sódio e 800ml de água destilada) (CORRÊA, 2004);
- Mistura das soluções (50% em volume de cada) compostas por 10g de persulfato de amônio em 90ml de água destilada e peróxido de hidrogênio (20% em volume) (PINHEIRO *et al.*, 2004).

As medições de microdureza Vickers foram realizadas no Microdurômetro FUTURE TECH - modelo FM 700 do Laboratório de Metalografia e Tratamentos Térmicos da UFMG com carga de 500gf aplicada por 30s. No mínimo 10 indentações foram realizadas em cada amostra.

Para análise microscópica foram utilizados o microscópio óptico (MO) UNION - modelo VERSAMET 3 do Laboratório de Materiais Metálicos do Departamento de Engenharia de Materiais e Construção ou o MO OLYMPUS - modelo CH30 do Laboratório de Metalografia e Tratamentos Térmicos do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, ambos da UFMG.

4.2.2 Definição dos parâmetros de recozimento

Para realização dos processamentos mecânicos, as amostras devem ser tratadas

termicamente por meio do recozimento, o qual foi realizado no forno INTI – modelo FL1300 do Laboratório de Caracterização de Materiais de Construção Civil e Mecânica do Departamento de Materiais e Construção da UFMG.

O material foi colocado no forno frio e aqueceu juntamente com o forno, programado para aquecer a uma taxa de 20°C/min. O tempo de tratamento térmico só foi contabilizado após o forno estabilizar na temperatura programada e, após a sua estabilização, não ocorreram mais variações de temperatura durante o processo de recozimento. As medições e o controle de temperatura foram feitos por meio de termopares tipo “S” localizados nas paredes do forno e de um controlador micro processado do próprio equipamento, o qual possui elementos de aquecimento em todas as paredes e porta.

Com a finalidade de obter maior homogeneidade de dureza entre as barras de Cobre disponíveis, os parâmetros de tempo e temperatura descritos na Tabela 4.2 foram testados nas barras 1, 2, 3 e 4.

Tabela 4.2: Parâmetros utilizados nos testes de recozimento.

Temperatura	Tempo	Referências
450°C	2h	(SALIMYANFARDA <i>et al.</i> , 2011)
570°C	1,5h	(CORRÊA, 2004; PINHEIRO <i>et al.</i> , 2001; SANTOS, 2008)
600°C	2h	(WANG <i>et al.</i> , 2015; DALLA TORRE <i>et al.</i> , 2004; LUGO <i>et al.</i> , 2008)

A eficácia do recozimento foi verificada por meio da comparação entre as medições de microdureza Vickers e metalografia do material recozido e como recebido e também por meio da comparação dos resultados de microdureza de cada barra analisada. A preparação das amostras e os equipamentos utilizados foram descritos no item 4.2.1.

Para os parâmetros 450°C por 2h e 570°C por 1,5h não foram realizadas medidas de microdureza na seção transversal, apenas para o recozimento a 600°C por 2h.

4.2.3 Processamento por MDF confinado

Neste trabalho, optou-se pela execução dos ensaios mecânicos (MDF confinado e

compressão uniaxial) a partir do Cobre recozido. Para as deformações multidirecionais no estado triaxial de deformação (MDF confinado), duas amplitudes de deformação foram analisadas ($\Delta\varepsilon=0,075$ e $\Delta\varepsilon=0,5$). Com o objetivo de avaliar a evolução inicial durante compressão cíclica, o material foi processado por um, dois e três passes de compressão em cada amplitude, além de 48 passes para $\Delta\varepsilon=0,075$ ($\varepsilon_T=3,6$) e 6 passes para $\Delta\varepsilon=0,5$ ($\varepsilon_T=3,0$). Embora uma maior proximidade de deformação verdadeira total fosse obtida caso o Cobre fosse processado por 7 passes com $\Delta\varepsilon=0,5$ ($\varepsilon_T=3,5$), optou-se por uma maior diferença na deformação verdadeira total (3,6 e 3,0) para que o material pudesse ser submetido a ciclos completos de compressão multiaxial (48 e 6 passes representam 16 e 2 ciclos completos de deformação respectivamente).

A Tabela 4.3 apresenta a nomenclatura adotada no trabalho, bem como a deformação total imposta em cada processamento.

Tabela 4.3: Nomenclatura adotada no trabalho de acordo com processamentos realizados.

Amplitude	Processamentos	Nomenclatura	ε_T
-	Recozida	REC	-
-	Compressão uniaxial	COMP	0,3
0,075	Recozida + 1 passe de MDF confinado (0,075)	1MDF(0,075)	0,075
	Recozida + 2 passes de MDF confinado (0,075)	2MDF(0,075)	0,15
	Recozida + 3 passes MDF confinado (0,075)	3MDF(0,075)	0,225
	Recozida + 48 passes de MDF confinado (0,075)	48MDF(0,075)	3,6
0,5	Recozida + 1 passe de MDF confinado (0,5)	1MDF(0,5)	0,5
	Recozida + 2 passes de MDF confinado (0,5)	2MDF(0,5)	1,0
	Recozida + 3 passes de MDF confinado (0,5)	3MDF(0,5)	1,5
	Recozida + 6 passes de MDF confinado (0,5)	6MDF(0,5)	3,0

A imposição de uma deformação total de 3,6 e 3,0 foi escolhida por ser superior à deformação necessária para a saturação mecânica conforme dados da literatura. Para o MDF livre com amplitude de 0,4, a tensão de saturação foi atingida em deformações ~ 2 (BELYAKOV *et al.*, 2001; LI e BLUM, 2005) e ~ 3 (SAKAI *et al.*, 2009). Além disso, as deformações de 3,6 e 3,0 são próximas à deformação total utilizada por ARMSTRONG *et al.* (1982) para compressões multidirecionais no Alumínio com

amplitude de deformação de 0,075.

As amostras para forjamento multidirecional confinado (MDF confinado) foram recozidas na forma de tarugos retangulares com seção de $15,8 \times 15,8 \text{ mm}^2$ e $95,00 \text{ mm}$ de comprimento, a partir dos quais CP's com dimensões específicas de cada processamento foram usinados. A usinagem foi padronizada com a retirada das maiores dimensões dos CP's da seção longitudinal do tarugo, ou seja, da direção com tamanho de $95,00 \text{ mm}$, conforme desenho da Figura 4.2.



Figura 4.2: Desenho esquemático para usinagem dos corpos de prova a partir de tarugos recozidos. Dimensões em mm.

Para o material submetido apenas à compressão uniaxial, os tarugos foram recozidos nas dimensões próximas às exigidas para este teste.

O processamento por MDF confinado ocorre em matriz de canais confinados, cujas dimensões dos canais permitem o escoamento do material em três direções ortogonais e a reinserção do material após cada passe de compressão. O processo é controlado pela carga aplicada e é realizado até o canal da matriz ser preenchido pelo corpo de prova. O projeto da matriz foi realizado de forma que, quando o material preencher o canal da matriz, a altura final desejada e a deformação foram obtidas, além de que as dimensões finais são as mesmas das iniciais.

Dessa forma, os CP's devem possuir dimensões de $12,06 \times 12,52 \times 13,00 \text{ mm}^3$ para amplitudes de 0,075 e de $7,88 \times 10,12 \times 13,00 \text{ mm}^3$ para amplitudes de 0,5, enquanto os canais das matrizes possuem seção de $12,52 \times 13,00 \text{ mm}^2$ e de $10,12 \times 13,00 \text{ mm}^2$, respectivamente. As amplitudes de deformação representam a deformação por passe de compressão, ou seja, a cada passe de compressão o material deforma em 0,075 ou 0,5 conforme a matriz utilizada.

A Figura 4.3 ilustra os corpos de prova de Cobre recozidos anteriormente ao processamento por MDF confinado para as amplitudes de 0,075 (Figura 4.3a) e de 0,5 (Figura 4.3b).

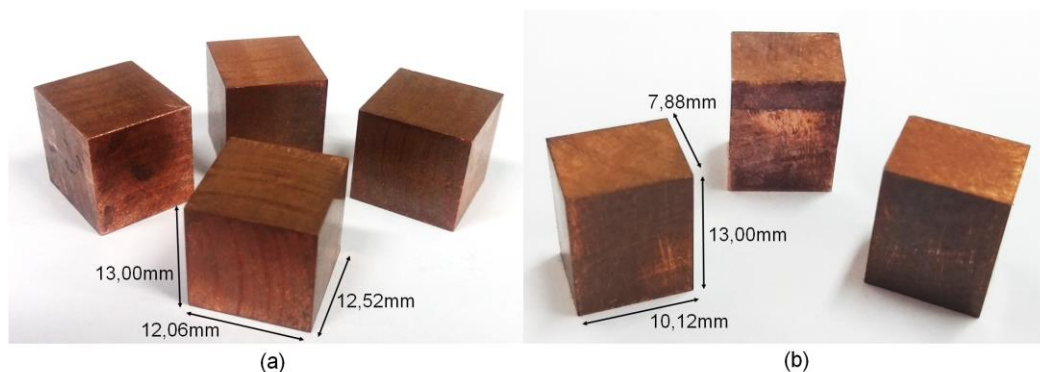


Figura 4.3: Corpos de prova para amplitudes de 0,075 (a) e 0,5 (b).

A Figura 4.4 apresenta a matriz, base e punção para processamento por MDF confinado de 0,5, sendo todas as peças fabricadas em aço AISI D2 temperado e revenido com dureza de 56HRC. A altura total da matriz é de 50mm e a altura do canal é de 30mm.

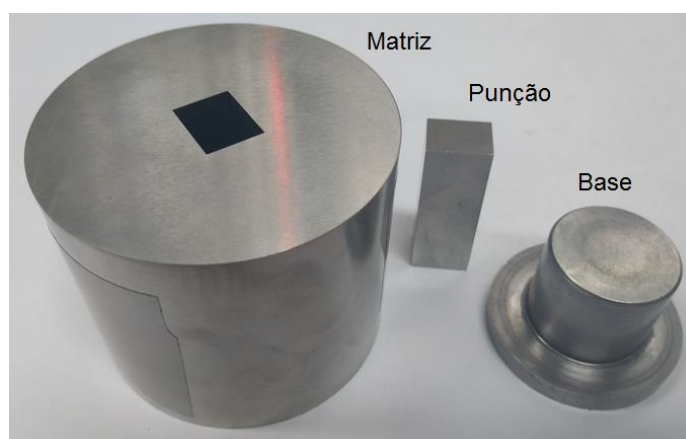


Figura 4.4: Matriz, base e punção para processamento por forjamento multidirecional em canais confinados (MDF confinado) de 0,5.

Uma vez que apenas as dimensões do canal são diferentes, a imagem da matriz/base/punção para a amplitude de 0,5 é representativa para a amplitude de 0,075.

O processamento para amplitude de 0,075 é exemplificado na Figura 4.5. Inicialmente a altura de 13,00mm é comprimida até a altura de 12,06mm, enquanto as dimensões

de 12,06mm e 12,52mm aumentam para 12,52mm e 13,00mm, respectivamente. Após um passe, o material é retirado da matriz, reinserto e deformado novamente, formando 1 ciclo de deformação multidirecional a cada 3 passes de compressão em X, Z e Y.

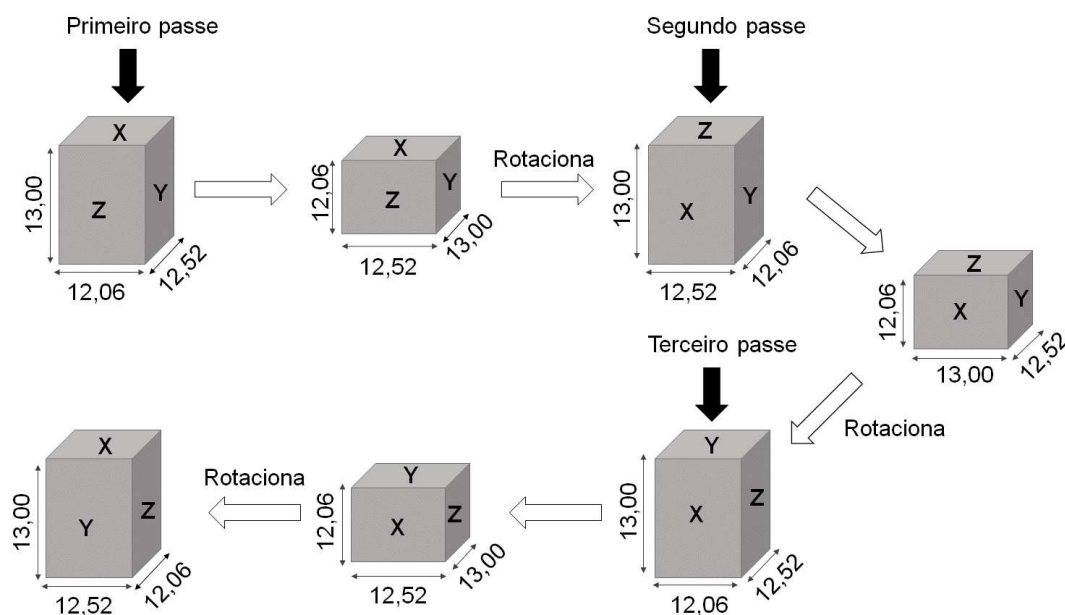


Figura 4.5: Sequência de compressões realizadas durante 1 ciclo de forjamento multidirecional simples em canais confinados (MDF confinado) com amplitude de 0,075. Dimensões em mm.

Para amplitudes de 0,5, a dimensão de 13,00mm é reduzida para 7,88mm, enquanto as dimensões de 7,88mm e 10,12mm aumentam para 10,12mm e 13,00mm, respectivamente.

Para o Cobre recozido, a máquina de ensaios universal INSTRON - modelo 5582 com capacidade de 100kN do Laboratório de Ensaios Especiais (UFMG) foi utilizada para amplitudes de 0,075 (Figura 4.6a) e a máquina de ensaios universal SHIMADZU - modelo AGS-X (Figura 4.6b) com capacidade de 300kN do Laboratório de Materiais Metálicos do Departamento de Engenharia de Materiais e Construção (UFMG) para amplitudes de 0,5 devido às exigências de carga para esse processamento.

Os ensaios foram realizados em temperatura ambiente e a velocidade de deformação, controlada pelos softwares das máquinas de ensaio universal (*BlueHill* para a

INSTRON e *Trapezium X* para a SHIMADZU), foi mantida constante em 0,05mm/s. A lubrificação foi realizada com Dissulfeto de Molibdênio (Molykote).



Figura 4.6: Máquina de ensaios INSTRON com matriz posicionada para realização de forjamento multidirecional em canais confinados (MDF confinado) com amplitude de 0,075 (a); Máquina de ensaios SHIMADZU com matriz posicionada para realização de MDF confinado com amplitude de 0,5 (b).

Os softwares *BlueHill* e *Trapezium X* também armazenam os dados de carga e deslocamento de todos os passes de compressão, a partir dos quais são obtidas as curvas tensão verdadeira x deformação verdadeira acumulada conforme proposto por DE FARIA (2015). Sendo assim, as seguintes fórmulas para deformação de engenharia (e), deformação verdadeira (ε_v), tensão de engenharia (S), tensão verdadeira (σ_v) e deformação plástica, desconsiderando a deformação elástica ($\varepsilon_{plástica}$), foram utilizadas:

$$e = \Delta l / l_0 \quad (4.1)$$

$$\varepsilon_v = \ln(e + 1) \quad (4.2)$$

$$S = P / A_0 \quad (4.3)$$

$$\sigma_v = S(e + 1) \quad (4.4)$$

$$\varepsilon_{plástica} = \varepsilon_v - (\sigma_v / E) \quad (4.5)$$

Sendo Δl o deslocamento do atuador da máquina de ensaios durante deformação; l_0 o comprimento inicial do corpo de prova no eixo X (maior dimensão do corpo de prova); P a carga atuando no instante; A_0 a área da seção do corpo de prova anteriormente a

deformação; E a inclinação da curva de carga x deslocamento.

Uma vez que a matriz é confinada, observa-se a ocorrência de triaxialidade de tensões quando o corpo de prova toca as paredes da matriz. Esse efeito pode ser verificado nas curvas de tensão verdadeira x deformação verdadeira, cujo perfil diverge da compressão uniaxial ou da compressão multiaxial livre. Como o corpo de prova apresenta abaulamento durante o início da compressão em canal confinado, que ocorre livremente, as faces abauladas encostam-se na matriz antes da deformação desejada (0,075 ou 0,5) ser atingida.

Para melhor visualizar o comportamento mecânico do material submetido ao MDF confinado, foi adotada neste trabalho uma curva de fluxo acumulativa (BELYAKOV *et al.*, 2001; TAKAYAMA *et al.*, 2008) ou envoltório da curva de fluxo (SAKAI *et al.*, 2009) sobre as curvas individuais conforme Figura 4.7. Essas curvas foram plotadas conectando as tensões de fluxo em aproximadamente metade da deformação do patamar de cada passe de compressão.

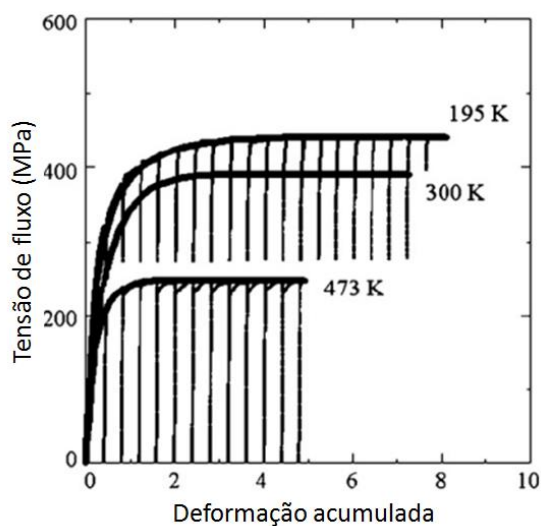


Figura 4.7: Envoltório da curva de fluxo para o Cobre submetido ao forjamento multidirecional em diferentes temperaturas. Fonte: SAKAI *et al.*, 2009.

4.2.4 Caracterização mecânica e microestrutural

Para a caracterização mecânica do material processado, as curvas de tensão verdadeira x deformação verdadeira acumulada foram plotadas a partir dos dados de

carga x deslocamento gerados pelos softwares das máquinas de ensaio. Para efeito de comparação, compressão uniaxial no material recozido também foi realizada.

Para compressão uniaxial do material recozido, denominado de COMP após compressão, o material apresentará inicialmente dimensões de $15,8 \times 15,8 \times 23,7 \text{ mm}^3$, de forma que a razão inicial entre a altura (h) e largura (l) do material seja de 1,5 conforme esquema da Figura 4.8.

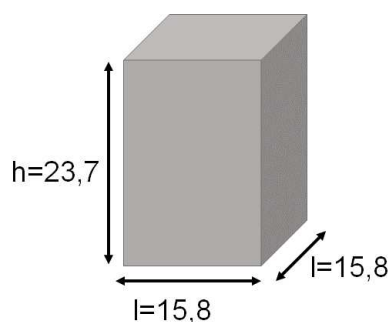


Figura 4.8: Desenho esquemático do corpo de prova para compressão do material recozido. Dimensões em mm.

A compressão uniaxial foi realizada até uma deformação de $\sim 0,3$ para que o abaulamento das laterais do corpo de prova, mais evidentes com o aumento da deformação, não influenciasse na análise. Devido às exigências de carga, a compressão foi realizada na mesma máquina de ensaios utilizada para compressões multiaxiais com amplitude de 0,5.

A curva tensão x deformação para a compressão uniaxial foi obtida a partir dos dados de carga e deslocamento gerados pelo software *Trapezium X*. Por se tratar de compressão uniaxial livre, não foi necessária nenhuma correção por triaxialidade de tensões na curva tensão x deformação.

Foi utilizado Dissulfeto de Molibdênio (Molykote) para lubrificação no teste de compressão, interrompendo-se o ensaio a cada 0,1 de deformação para relubrificação.

Além dos ensaios de compressão uniaxial, testes de microdureza foram conduzidos em todas as condições do material para caracterização mecânica. Conforme mencionado no item 4.2.1, as medições ocorreram no Microdurômetro FUTURE TECH

- modelo FM 700 do Laboratório de Metalografia e Tratamentos Térmicos da UFMG com aplicação de 500gf de carga por 30s.

A preparação para microdureza foi a mesma descrita no item 4.2.1: o material foi lixado e polido mecanicamente na pasta de 1 μ m. As amostras para medições de microdureza foram retiradas do centro dos corpos de prova processados e transversalmente a direção X de cada corpo de prova. Para isso o material foi cortado ao meio em sua maior dimensão. Os cortes foram realizados a frio e com refrigeração na máquina de corte metalográfica Panambra Zwick – modelo PANCUT 25 do Laboratório de Metalografia e Tratamentos Térmicos da UFMG.

Tendo em vista a análise da influência da deformação multidirecional nas características microestruturais do Cobre, microscopia óptica e análise por raio X foram realizadas nas amostras processadas por MDF confinado.

Para análise por microscopia óptica, a preparação das amostras é similar à descrita para realização de microdureza: o material é cortado transversalmente a direção X, lixado e polido mecanicamente em pasta de diamante com granulometria de 1 μ m. Adiciona-se ao processo o ataque químico com solução Di Cobre. As imagens foram realizadas no microscópio óptico (MO) UNION - modelo VERSAMET 3 do Laboratório de Materiais Metálicos do Departamento de Engenharia de Materiais e Construção. Diversos aumentos foram utilizados de forma a melhor visualizar os contornos de grão e as bandas de deformação provenientes do processamento cíclico. A partir das imagens de microscopia óptica, o tamanho médio de grãos foi determinado pelo método do intercepto.

Uma vez que o comportamento mecânico do material está diretamente relacionado às suas características microestruturais, as análises foram complementadas com a técnica de Difração de Raio-X (DRX). Os testes foram conduzidos no Difrátômetro PANALYTICAL com radiação Cu K α 1 ($\lambda = 0,154056$ nm), com varredura sobre toda a amostra e com ângulo de varredura (2θ) entre 30° e 140°. Com base nos difratogramas e utilizando o software MAUD (*Materials Analysis Using Diffraction*), foi possível obter a densidade de deslocamentos (ρ) por meio da Equação 4.6 (SMALLMAN e WESTMACOTT, 1957; WILLIAMSON e SMALLMAN, 1956) sendo $(\epsilon^2)^{[1/2]}$ a microdeformação de rede, D_c o tamanho médio do cristalito e \mathbf{b} o vetor de Burgers.

$$\rho = \frac{2\sqrt{3} (\epsilon^2)^{[1/2]}}{Dc b} \quad (4.6)$$

As amostras, nesse caso, não foram embutidas. As fatias, de ~5mm foram lixadas nas granulometrias de 600 a 4000, polidas na pasta de diamante de 1 μ m e atacadas com solução Di Cobre para retirar qualquer resquício da preparação. O ataque químico foi realizado com a imersão da amostra na solução por aproximadamente 30s.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos são apresentados conforme a seguir.

5.1. Caracterização do material como recebido

A caracterização do material como recebido, realizada por meio de análise química, é apresentada na Tabela 5.1. A porcentagem em peso do Cobre está acima do mínimo especificado (99,3%) para o Cobre comercialmente puro (ASM SPECIALTY HANDBOOK, 2001).

Tabela 5.1: Composição química do material com % em peso de cada elemento.

Elemento	Al	Fe	Mg	Ni	Pb	Sn	Zn	Cu (por diferença)
%	<0,001	0,004	0,0003	0,009	0,011	0,002	0,004	99,77

5.2. Definição dos parâmetros de recozimento

Para determinação do tratamento térmico, medições de microdureza Vickers (HV) no material recozido com resfriamento ao forno e como recebido foram realizadas nas barras 1, 2, 3 e 4. A média dos valores obtidos está apresentada na Tabela 5.2, sendo “L” a seção longitudinal da amostra e “T” a seção transversal.

Tabela 5.2: Valores médios de microdureza Vickers para as barras 1, 2, 3 e 4 como recebidas e recozidas.

Condição do material	450°C por 2h		570°C por 1,5h		600°C por 2h		Como recebido	
	L	T	L	T	L	T	L	T
Barra 1	38,5±0,6	-	41,8±1,2	-	43,7±1,8	47,8±2,3	83,7±2,3	87,9±2,6
Barra 2	44,3±1,3	-	42,3±0,8	-	44,4±0,7	43,1±1,5	91,5±2,8	87,6±2,0
Barra 3	46,3±0,5	-	44,3±1,0	-	43,1±0,6	48,4±1,0	98,5±4,1	87,8±4,0
Barra 4	48,3±0,8	-	44,9±1,4	-	44,6±1,0	44,0±1,1	92,0±2,1	93,1±2,8

Para melhor visualização dos resultados, a Figura 5.1 apresenta um gráfico com os valores de microdureza para as quatro barras recozidas e como recebidas.

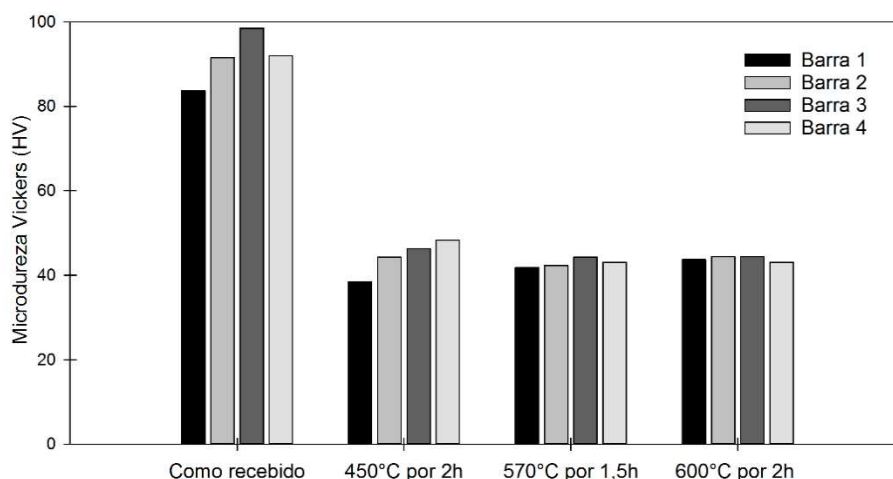


Figura 5.1: Valores médios de microdureza Vickers para material como recebido e recozido.

Observa-se que todos os recozimentos testados foram efetivos na diminuição da dureza do material, porém a 600°C por 2h as barras apresentaram uma maior homogeneidade nos valores médios obtidos. As variações entre os valores médios de microdureza obtidos na seção longitudinal do material considerando os maiores e menores valores para as quatro barras são 20,28% para o recozimento a 450°C por 2h, 6,9% para o recozimento a 570°C por 1,5h e 3,36% para o recozimento a 600°C por 2h. Dessa forma, 600°C por 2h foi o parâmetro escolhido para tratamento térmico do material.

A Tabela 5.3 apresenta os valores médios de microdureza Vickers obtidos para as barras 5 e 6 recozidas a 600°C por 2h e como recebidas.

Tabela 5.3: Valores médios de microdureza Vickers para as barras 5 e 6 como recebidas e recozidas.

Condição do material	600°C por 2h		Como recebido	
	L	T	L	T
Barra 5	47,5±0,9	45,6±3,9	90,6±4,8	88,4±4,8
Barra 6	45,3±1,9	44,2±0,8	89,0±4,9	94,3±3,8

Observa-se que os valores de dureza para todas as barras como recebidas são diferentes entre si, o que pode ser explicado pela diferença entre os processamentos mecânicos e térmicos aos quais foram submetidas. Entretanto, o valor médio de

microdureza da seção longitudinal das 6 barras como recebidas (90,88HV) é similar ao encontrado por CORRÊA (2004) para o Cobre eletrolítico (99,9%), com 87,66HV. PINHEIRO *et al.* (2001), por sua vez, encontraram um valor de 110HV para o Cobre (99,9%) como recebido, valor correspondente ao material com seção transversal reduzida em 60% por laminação.

Os valores de microdureza médio obtidos para a seção longitudinal do material recozido a 600°C por 2h são similares aos encontrados por WANG *et al.* (2015) no Cobre eletrolítico (99,9%) recozido (45,5HV) nos mesmos parâmetros. Além disso, esses valores também estão de acordo com parâmetros de menor tempo ou de maior temperatura/tempo utilizados por NANDA *et al.* (2017) e WANG *et al.* (2012) respectivamente: para o material recozido a 600°C por 1h, a dureza média do material é de 60HV, enquanto para o material recozido a 650°C por 2h, a dureza média do material é de 40HV.

As variações entre os valores obtidos para as barras recozidas em um mesmo parâmetro podem estar relacionadas a erros experimentais provenientes do método utilizado. Flutuações de dureza (entre 35HV e 50HV) foram também observadas por WANG *et al.* (2012) na seção transversal de amostras de Cobre (99,7%) recozidas a 650°C por 2h.

5.2.1 Caracterização do material recozido

Para verificação do aspecto micrográfico do material, microscopia óptica foi realizada em amostras recozidas e como recebidas provenientes das barras 1, 2, 3, 4, 5 e 6 nas seções longitudinais e transversais com e sem ataque químico. Uma vez que o recozimento a 600°C por 2h foi o mais efetivo, apenas micrografias do material recozido nesse parâmetro serão apresentadas.

A Figura 5.2 apresenta a micrografia sem ataque químico das amostras como recebidas CR3 (barra 2, seção transversal) e CR4 (barra 2, seção longitudinal) e recozidas TT7 (barra 4, seção transversal) e TT8 (barra 4, seção longitudinal) nas seções transversais e longitudinais respectivamente. Devido à semelhança entre as barras, a Figura 5.2 é representativa das demais.

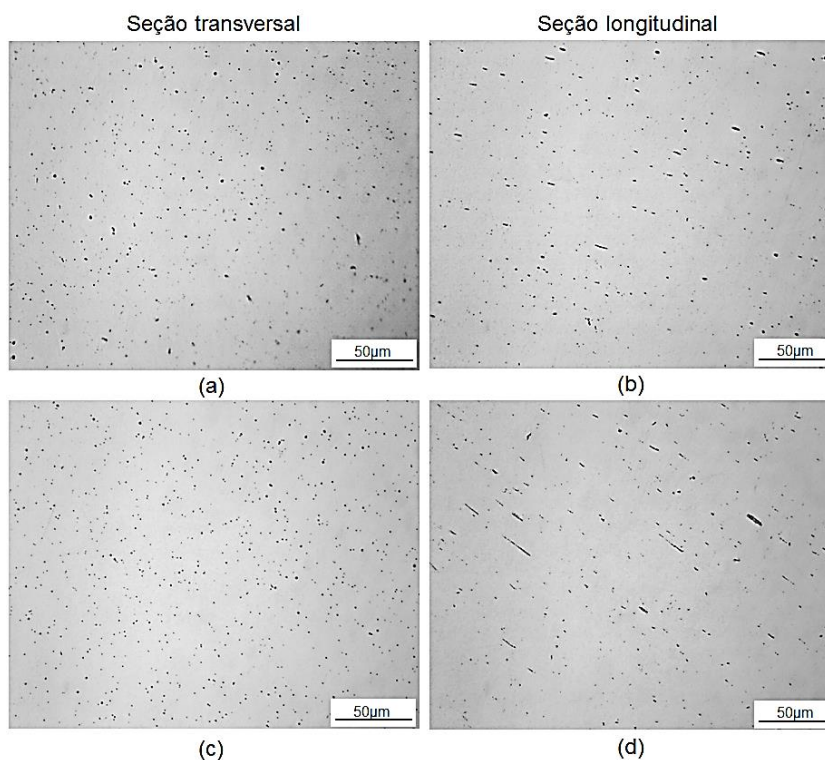


Figura 5.2: Micrografias para amostras como recebida na seção transversal - CR3 (a); como recebida na seção longitudinal - CR4 (b); recozida na seção transversal - TT7 (c); recozida na seção longitudinal - TT8 (d).

Para todas as barras há presença de precipitados (pontos mais escuros nas imagens) distribuídos na matriz, os quais se apresentam alongados na seção longitudinal da barra, provavelmente por ser a direção de conformação do material. Sugere-se que esses precipitados sejam inclusões de óxidos de Cobre, como também reportado por CORRÊA (2004). WANG *et al.* (2012) e BAHADORI *et al.* (2013) apresentam a microscopia óptica do Cobre recozido com 99,7% e 99,96% de pureza, respectivamente, e embora não abordado pelos autores, observam-se pontos escuros dispersos na matriz (Figura 5.3).

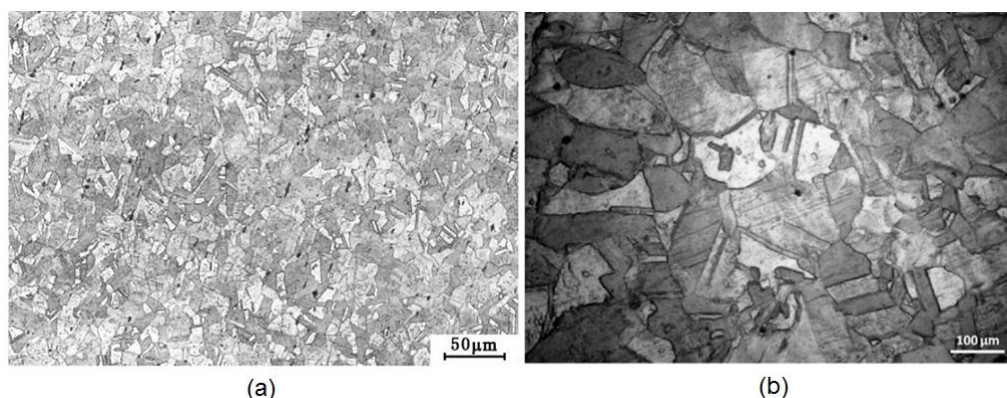


Figura 5.3: Microscopia óptica do material com 99,7% (a) e 99,9% (b) de Cobre.

Fontes: WANG *et al.*, 2012 e BAHADORI *et al.*, 2013.

Com o objetivo de melhor revelar os contornos de grão do material, três soluções de ataque foram testadas, sendo a mais efetiva a solução Di Cobre, seguida da mistura de soluções (persulfato de amônio e peróxido de hidrogênio) e do cloreto férrico.

A Figura 5.4 apresenta as imagens obtidas por meio de microscopia óptica das amostras recozidas TT3 (barra 2, seção transversal), TT4 (barra 2, seção longitudinal) e TT2 (barra 1, seção longitudinal) com aumentos de 100x e 200x. Como as imagens são semelhantes e a solução Di Cobre é a mais efetiva independente da barra analisada, a Figura 5.4 é representativa das demais.

As diferenças entre as tonalidades das imagens se devem às diferentes intensidades luminosas utilizadas no microscópio óptico, ajustadas de forma a melhor evidenciar os grãos.

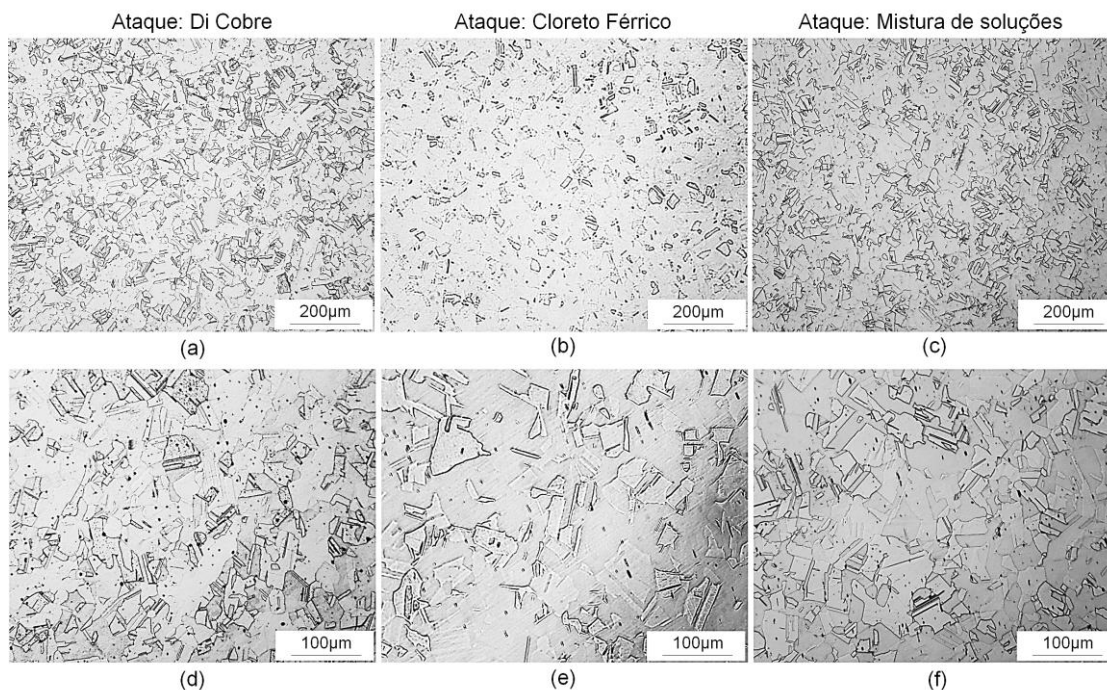


Figura 5.4: Diferentes ataques utilizados no Cobre para as amostras TT3 (a, d), TT4 (b, e) e TT2 (c, f) com aumentos de 100x e 200x.

Para verificar a morfologia dos grãos após recozimento, as Figuras 5.5 e 5.6 apresentam imagens para as barras 5 e 6 como recebidas e após recozimento a 600°C por 2h para suas seções longitudinal e transversal com ataque químico Di Cobre.

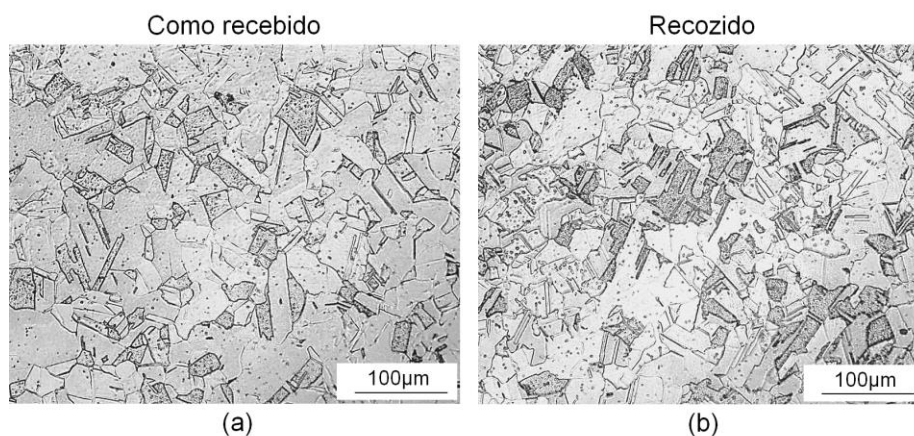


Figura 5.5: Morfologia dos grãos na seção transversal da barra 5 antes e após recozimento. Amostra CR9 (a); TT9 (b).

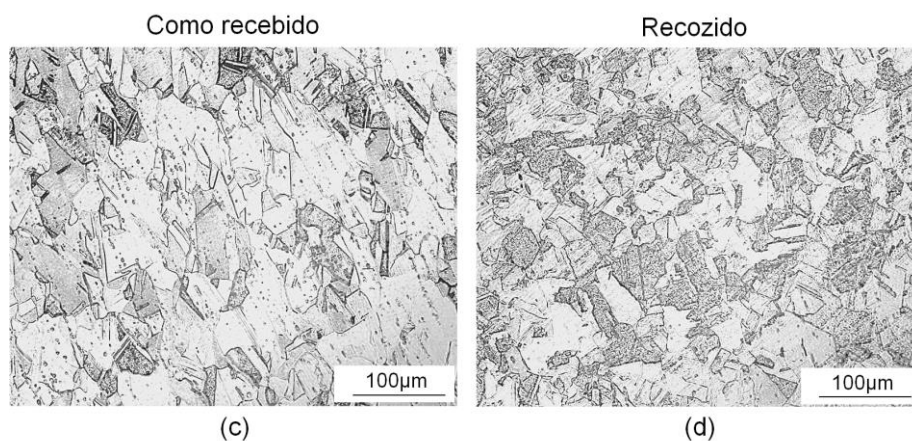


Figura 5.5 - continuação: Morfologia dos grãos na seção longitudinal da barra 5 antes e após recozimento. Amostra CR10 (c); TT10 (d).

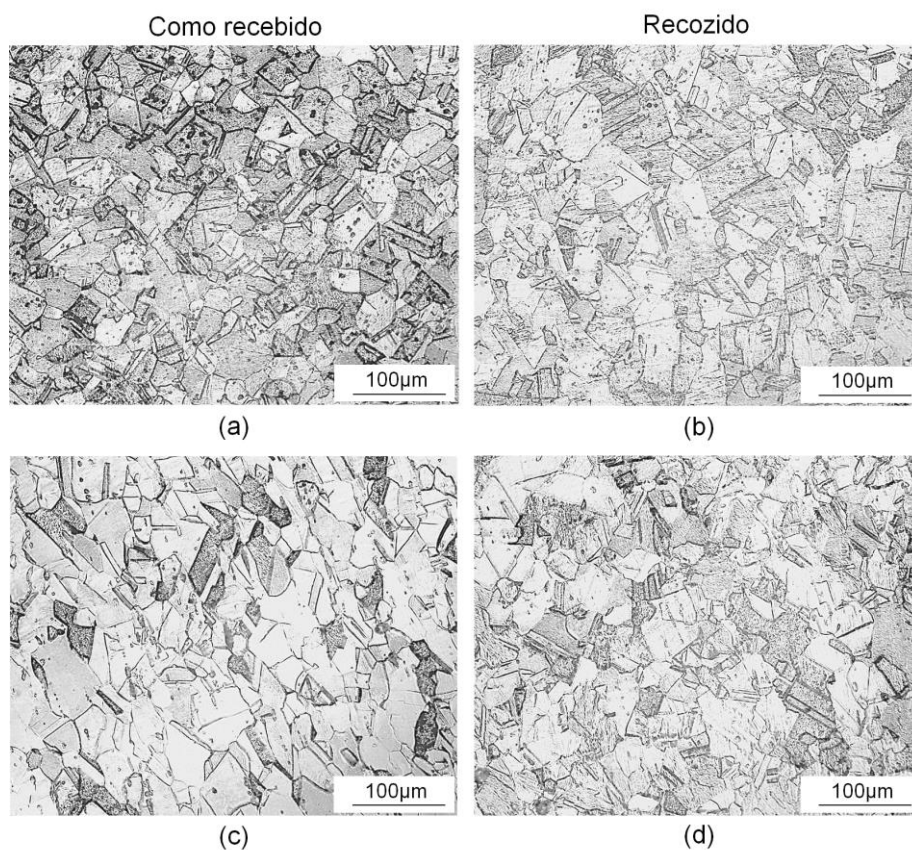


Figura 5.6: Morfologia dos grãos na seção transversal e longitudinal da barra 6 antes e após recozimento. Amostra CR11 (a); TT11 (b); CR12 (c); TT12 (d).

Observa-se pelas Figuras 5.5 e 5.6 a presença de grãos mais alongados na direção longitudinal do material como recebido, provavelmente por ser a sua direção de conformação, enquanto os grãos do material como recebido na seção transversal

apresentam forma poligonal e mais equiaxial, assim como o material recozido, cuja morfologia inclui também maclas provenientes do recozimento.

A presença de grãos poligonais e maclas de recozimento foram identificados também por microscopia óptica por FLAUSINO *et al.* (2019) no Cobre recozido nos mesmos parâmetros: 600°C por 2h, assim como por NANDA *et al.* (2017), LI *et al.* (2016) e WANG *et al.* (2012) em parâmetros de recozimento similares.

Como essas características foram observadas para todas as barras analisadas, as Figuras 5.5 e 5.6 são representativas para as barras 1, 2, 3 e 4.

Uma vez que a eficácia do recozimento foi verificada por ensaios de microdureza, não foi necessário verificar se houve crescimento de grão após recozimento, o que poderia ser feito pelo método do intercepto ou por difração do feixe de elétrons retroespalhados (*Electron Backscatter Diffraction, EBSD*).

A caracterização mecânica do material recozido foi realizada por testes de microdureza, apresentados no item 2, e também por meio da compressão uniaxial até uma deformação $\sim 0,3$. A Figura 5.7 apresenta a curva tensão de engenharia x deformação de engenharia para o material recozido submetido a $\sim 0,3$ de deformação por meio de compressão uniaxial (amostra denominada COMP).

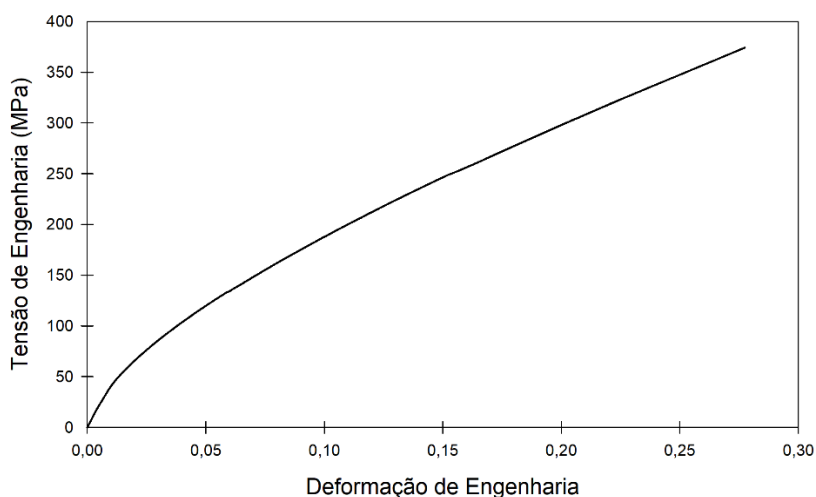


Figura 5.7: Compressão uniaxial para o Cobre recozido.

O limite de escoamento do material é de aproximadamente 60MPa. Valores similares foram encontrados na literatura: 61MPa e 68MPa para o Cobre recozido a 600°C por

2h (FLAUSINO *et al.*, 2019 e DALLA TORRE *et al.*, 2004 respectivamente); 60MPa para o Cobre recozido a 600°C por 1h (NANDA *et al.*, 2017); 66MPa para o Cobre recozido a 570°C por 1,5h (CORRÊA, 2004).

5.3. Processamentos por MDF confinado

Nesse processamento, o material recozido foi submetido ao MDF confinado de baixa e alta amplitude: 1 passe de 0,075 ($\epsilon_T=0,075$), 2 passes de 0,075 ($\epsilon_T=0,15$), 3 passes de 0,075 ($\epsilon_T=0,225$), 48 passes de 0,075 ($\epsilon_T=3,6$), 1 passe de 0,5 ($\epsilon_T=0,5$), 2 passes de 0,5 ($\epsilon_T=1,0$), 3 passes de 0,5 ($\epsilon_T=1,5$) e 6 passes de 0,5 ($\epsilon_T=3,0$).

A Figura 5.8 apresenta o corpo de prova antes do processamento (Figura 5.8a) e após uma deformação de 3,6 por MDF confinado com amplitude de 0,075 (Figura 5.8b). Observa-se que o corpo de prova não apresentou abaulamento em nenhuma das suas faces, como também observado por ALMEIDA (2017). A usinagem e o lixamento do corpo de prova entre os passes de compressão não foram necessários para nenhuma das amplitudes, o que otimizou o tempo de processamento demandado pela técnica. Além disso, as dimensões dos corpos de prova são iguais nas duas condições.

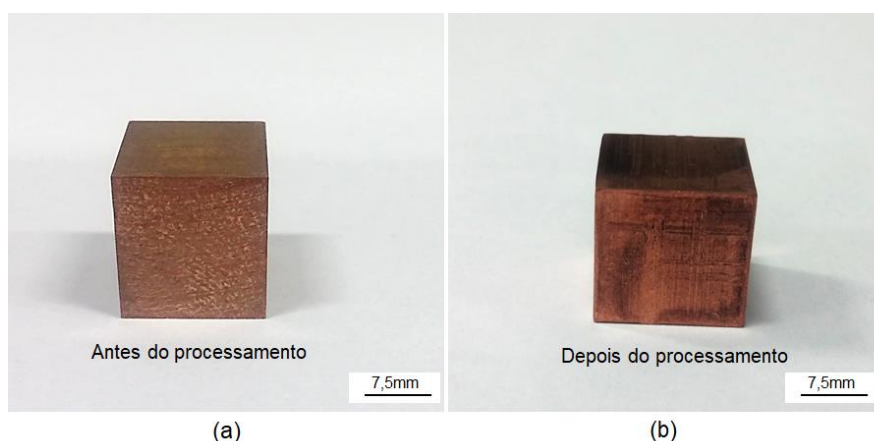


Figura 5.8: Corpo de prova antes (a) e depois (b) de 48 passes de MDF confinado na amplitude de 0,075.

5.3.1 Caracterização mecânica

As Figuras 5.9 e 5.10 apresentam as curvas de tensão verdadeira x deformação verdadeira acumulada para o Cobre recozido submetido a 48 passes ($\Delta\epsilon=0,075$) e a 6 passes ($\Delta\epsilon=0,5$) de compressão respectivamente. Para ambos os gráficos se observa

o aumento acentuado da inclinação da curva em cada passe de compressão, o que representa a triaxialidade de tensões provocada pelo contato das faces laterais do corpo de prova com as paredes da matriz. Ocorrência similar foi reportada por KAPOOR *et al.*, (2013) no processamento do Alumínio em matriz confinada e em estado plano de deformação.

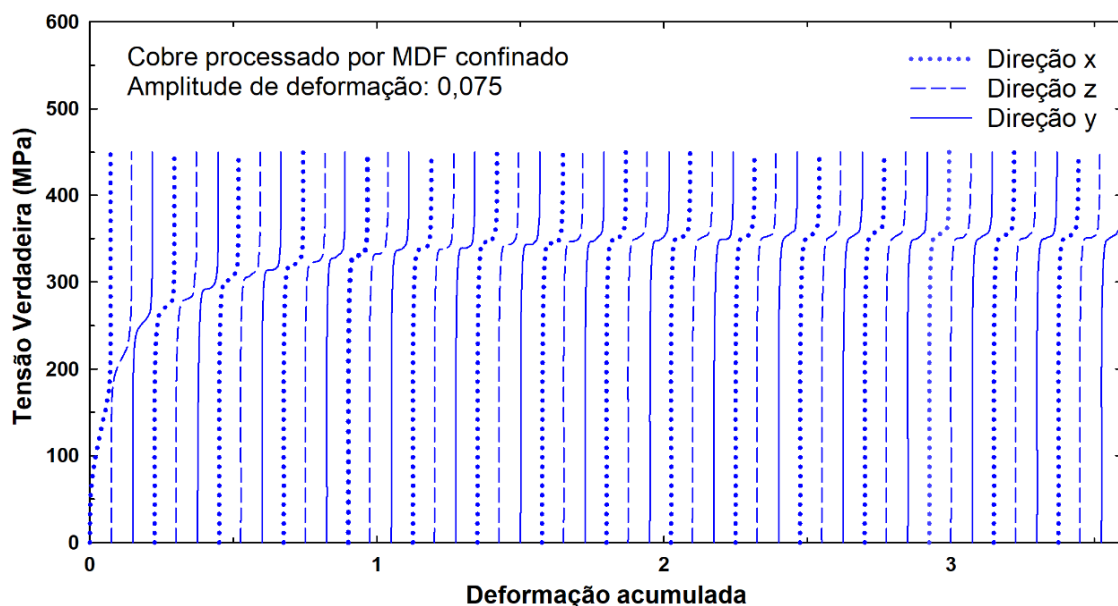


Figura 5.9: Curva tensão verdadeira x deformação verdadeira acumulada para amostra 48MDF(0,075).

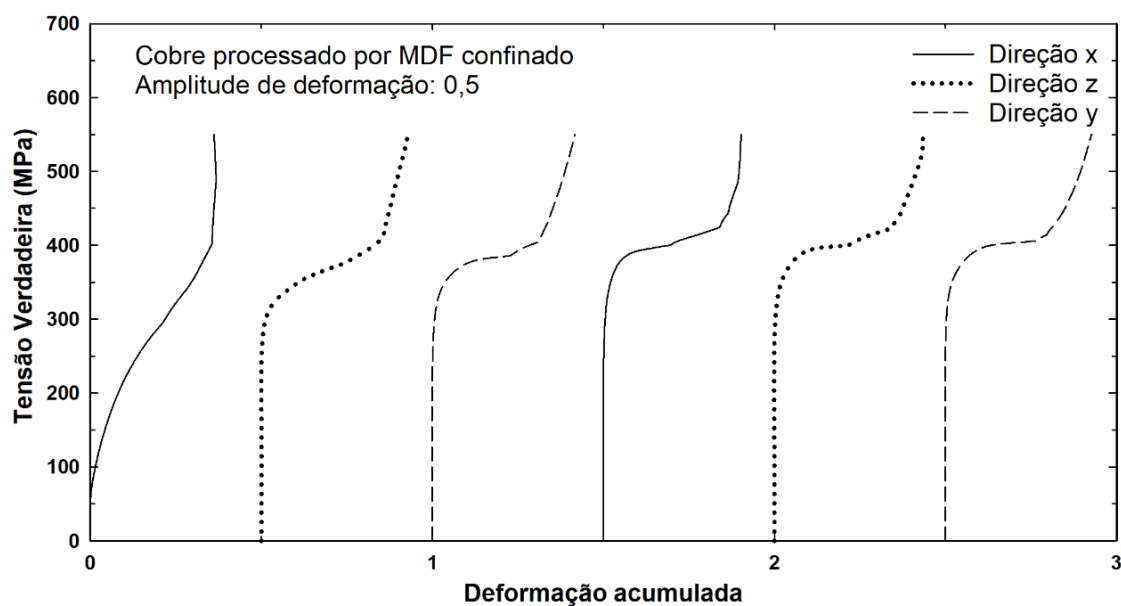


Figura 5.10: Curva tensão verdadeira x deformação verdadeira acumulada para amostra 6MDF(0,5).

Por meio das Figuras 5.9 e 5.10 nota-se um aumento pronunciado da tensão de fluxo do material nos passes iniciais de deformação. Esse aumento ocorre até uma deformação de aproximadamente 2,0 para a amplitude de 0,075 e para deformações superiores a 2 para a amplitude de 0,5. Esse aumento é devido ao encruamento do material, cuja taxa decresce com o aumento de deformação imposta. Para a amostra submetida a 48 passes de MDF confinado ($\Delta\varepsilon=0,075$, $\varepsilon_T=3,6$), a dureza é 2,5 vezes maior em relação ao material recozido. A microdureza média obtida após 20 indentações é de $109\pm 3,2\text{HV}$ para o material processado e de $43,8\pm 2,66\text{HV}$ para o recozido. De forma similar, para o material processado por 6 passes de MDF confinado ($\Delta\varepsilon=0,5$, $\varepsilon_T=3,0$), um aumento de 2,8 vezes é evidenciado após processamento ($126\pm 5,16\text{HV}$). O valor de dureza encontrado por TAKAYAMA *et al.* (2008) é de aproximadamente 132HV para o Cobre puro submetido a uma deformação cíclica com amplitude de deformação de 0,4 (deformação total de 3,6).

O encruamento é seguido por uma região de saturação, com tensões próximas a de 360MPa para a amplitude de 0,075 e de 400MPa para a amplitude de 0,5. Para baixa amplitude de deformação, o valor é o mesmo reportado por FLAUSINO *et al.* (2019) para o Cobre processado nas mesmas condições. BELYAKOV *et al.* (2001) encontraram valor similar de saturação ($\sim 400\text{MPa}$) para o Cobre (99,99%) submetido a 14 compressões com amplitude de 0,4 em temperatura ambiente e com taxa de deformação $\sim 0,001\text{s}^{-1}$ (maior que a do presente estudo, de $0,004\text{s}^{-1}$). Valores distintos de tensão de saturação também são reportados para o Cobre submetido ao MDF livre ou CCDC: $\sim 350\text{MPa}$ para o MDF com $\Delta\varepsilon=0,4$ em temperatura ambiente (TAKAYAMA *et al.*, 2008); $\sim 390\text{MPa}$ para o MDF com $\Delta\varepsilon=0,4$ (SAKAI *et al.*, 2009); $\sim 450\text{MPa}$ para o CCDC com $\Delta\varepsilon=0,8$ (KUNDU *et al.*, 2008).

Ambos os gráficos apresentam formato similar ao de recuperação dinâmica, na qual a taxa de encruamento se iguala à taxa de aniquilação das deslocações (TAKAYAMA *et al.*, 2008; SAKAI *et al.*, 2009). Segundo ARMSTRONG *et al.* (1982), a obtenção do estado estacionário com a deformação multidirecional se deve a maior deformação acumulada imposta e ao aumento dos processos de recuperação devido a deformação plástica reversa resultante da mudança de direção de compressão.

A Figura 5.11 apresenta uma comparação entre o comportamento mecânico do material submetido a baixa e alta amplitude de deformação juntamente com a curva de

compressão uniaxial. Para melhor visualização, as curvas em azul representam as compressões com $\Delta\varepsilon=0,075$, em preto as compressões com $\Delta\varepsilon=0,5$, em vermelho a curva de fluxo acumulativa para $\Delta\varepsilon=0,075$ e em rosa a curva de fluxo acumulativa para $\Delta\varepsilon=0,5$. Conforme mencionado por FLAUSINO *et al.* (2019), o aumento acentuado da curva representa o confinamento do corpo de prova na matriz e por não representar o comportamento mecânico do material, é desconsiderado ao utilizar curvas de fluxo acumulativas. Por fim, em verde é apresentada a curva de compressão uniaxial até $\sim 0,3$ de deformação. Devido à limitação de carga e à necessidade de usinar o corpo de prova em virtude do abaulamento característico da compressão livre, a compressão uniaxial foi interrompida nessa deformação.

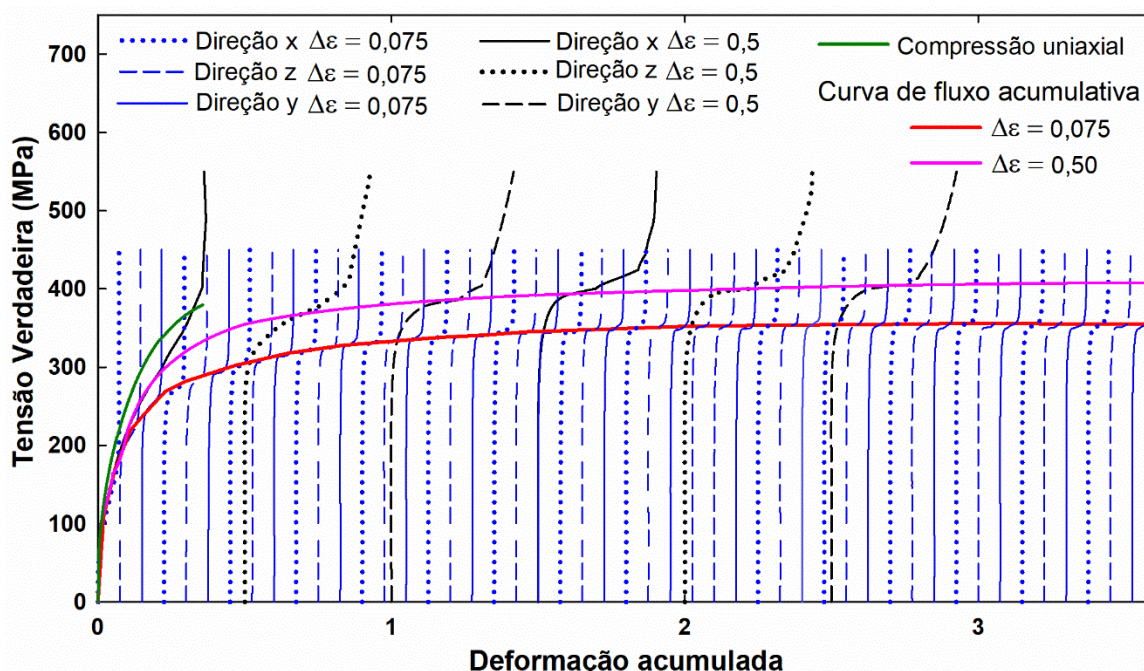


Figura 5.11: Curva tensão verdadeira x deformação verdadeira acumulada para amostras 48MDF(0,075) e 6MDF(0,5) com curvas de fluxo acumulativas e compressão uniaxial do material recozido.

Nota-se que uma maior amplitude de deformação implica maiores tensões no estado estacionário para o material inicialmente recozido, o que foi evidenciado em outros trabalhos abordando deformação cíclica: ARMSTRONG *et al.* (1982) para o forjamento multidirecional; COFFIN e TAVERNELLI (1959) e FELTNER e LAIRD (1967) para tração-compressão; PINHEIRO *et al.* (1997) para torção.

Além disso, a compressão uniaxial do material recozido resultou em maiores tensões

de fluxo comparada a deformação cíclica, de acordo com outros estudos (ARMSTRONG *et al.*, 1982; PINHEIRO *et al.*, 1997; FELTNER e LAIRD, 1967). A diferença no comportamento mecânico do material quando submetido a diferentes caminhos de deformação se deve às alterações microestruturais que ocorrem durante ou após processamento (em caso de haver alta temperatura, por exemplo). No estudo de ARMSTRONG *et al.* (1982), a diferença no tamanho e na concentração das células e subgrãos implicaram comportamentos diferentes do Alumínio submetido a compressão uni e multidirecional.

Considerando o comportamento mecânico do Cobre neste trabalho, a Tabela 5.4 apresenta o limite de escoamento do material (LE) e a microdureza Vickers obtida após o processamento por 1, 2 e 3 passes de compressão, bem como após a região de saturação mecânica ter sido atingida.

Tabela 5.4: Limite de escoamento (LE) e microdureza Vickers (HV) para o Cobre recozido e processado por MDF confinado com $\Delta\varepsilon=0,075$ e $\Delta\varepsilon=0,5$.

Amplitude	Condição	ε_T	LE (MPa)	HV - kgf/mm ²
-	REC	0	~60	43,8±2,66
0,075	1MDF(0,075)	0,075	~168	74,0±3,20
	2MDF(0,075)	0,15	~200	86,0±3,60
	3MDF(0,075)	0,225	~205	90,9±3,73
	48MDF(0,075)	3,6	~300	109,3±3,20
0,5	1MDF(0,5)	0,5	~265	106,7±4,36
	2MDF(0,5)	1,0	~270	116,4±9,64
	3MDF(0,5)	1,5	~275	117,2±9,63
	6MDF(0,5)	3,0	~285	126,3±5,16

Os dados de LE, obtidos por meio de curvas tensão de engenharia x deformação de engenharia (linha paralela à porção elástica partindo de 0,2% da deformação total), e os de microdureza confirmam que a resistência mecânica é maior para o material inicialmente recozido e submetido a maiores amplitudes de deformação. Para o material submetido a 48 e 6 passes em baixa e alta amplitude, respectivamente, um corpo de prova adicional foi utilizado para realizar um passe além da deformação desejada a fim de obter o limite de escoamento.

FLAUSINO *et al.* (2019), para o Cobre inicialmente recozido e processado por MDF em baixa amplitude ($\Delta\varepsilon=0,075$), encontraram valores de 279MPa, 302MPa, 292MPa, 283MPa e 280MPa após 12 ($\varepsilon_T=0,9$), 24 ($\varepsilon_T=1,8$), 48 ($\varepsilon_T=3,6$), 96 ($\varepsilon_T=7,2$) e 144 ($\varepsilon_T=10,8$) passes, respectivamente. Observa-se a partir do 24º passe ocorre redução do LE devido às alterações microestruturais resultantes do processo de recuperação dinâmica que ocorrem com o aumento da deformação no MDF. Segundo os autores, o MDF favorece os mecanismos de recuperação dinâmica pela mudança do caminho de deformação entre os passes de compressão. Embora o limite de escoamento obtido nesse trabalho para o Cobre submetido a 3,6 de deformação (300Mpa) seja diferente do apresentado por FLAUSINO *et al.* (2019), o valor está dentro do considerado no artigo com o desvio padrão (292 ± 18 em MPa).

KUMAR e RAGHU (2015) também verificaram que o Cobre processado por CCDC apresentou maior LE com o aumento da deformação imposta para deformações até $\varepsilon_T=4,8$ (129,7MPa para material recozido, 422,2MPa para $\varepsilon_T=2,4$ e 448,2MPa para $\varepsilon_T=4,8$). Deformação adicional provocou uma queda no LE (314,5MPa para $\varepsilon_T=7,2$) e, conforme mencionado pelos autores, isso se deve à recuperação dinâmica que, por diminuir a densidade de deslocamentos e a fração de contornos de baixo ângulo, provoca o aumento da fração de contornos de alto ângulo no material.

Os resultados de microdureza apresentam comportamento similar ao da tensão de fluxo: dureza aumenta com o aumento da deformação para ambas as amplitudes, sendo maior para maiores amplitudes, assim como a tensão de saturação. Segundo GUPTA *et al.* (2016), a dureza do material segue tendência similar ao limite de escoamento no que tange a relação entre diminuição do tamanho médio de grão e aumento da resistência mecânica. No estudo de PARIMI *et al.* (2011), o Cobre é deformado por CCDP com 0,8 de amplitude em até 3,2, 6,4 e 8,0 de deformação, havendo um aumento de 96HV para 140HV após o primeiro passe de deformação (46% de aumento em relação ao material recozido). Para os demais passes, os autores relatam uma flutuação nos valores de microdureza obtidos, mas a microdureza máxima obtida foi de 170HV após 8 passes de deformação (84% de aumento em relação ao material recozido).

Avaliando o LE da amostra processada em baixa e alta amplitude, observa-se que o LE após 48 passes com $\Delta\varepsilon=0,075$ é um pouco superior ao do material submetido a 6

passes com $\Delta\varepsilon=0,5$, mesmo com uma menor dureza. Exclui-se o maior encruamento da amostra processada em baixa amplitude devido à menor tensão de saturação obtida, porém, sabe-se que a deformação plástica em direções reversas torna mais eficaz os processos de recuperação dinâmica (ARMSTRONG *et al.*, 1982).

Uma vez que a taxa de deformação e a temperatura não foram alteradas durante os experimentos, justifica-se a diferença nas propriedades mecânicas obtidas se deve à diferença na amplitude de deformação e também na deformação total imposta. Visto que deformações totais diferentes podem levar à mesma tensão de fluxo e dureza e como o comportamento mecânico é uma resposta das alterações microestruturais que ocorreram com o processamento, análise microestrutural para melhor entendimento dos fenômenos foi conduzida.

5.3.2 Caracterização microestrutural

Uma das características dos processos de deformação plástica em baixas temperaturas homólogas e de alto carregamento como, por exemplo, a laminação a frio ou estampagem, é a obtenção de microestrutura refinada. A deformação plástica severa, por sua vez, além de proporcionar o refino de grãos, possibilita a obtenção de uma estrutura granular constituída em sua maioria por contornos de alto ângulo (VALIEV *et al.*, 2000). O aumento da resistência mecânica é relacionado à diminuição do tamanho de grão por meio da Equação de Hall-Petch (Equação 5.1), sendo σ_y a tensão de escoamento do material, d o tamanho médio de grãos, σ_0 e k_H constantes do material.

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_H d^{-1/2} \quad (5.1)$$

Para o material submetido ao MDF confinado de baixa amplitude ($\Delta\varepsilon=0,075$) por 12, 24, 48, 96 e 144 passes, FLAUSINO *et al.* (2019) demonstraram que o limite de escoamento é menor que o material processado por ECAP ou MDF de maiores amplitudes, mas que a linearidade entre o limite de escoamento e o inverso da raiz quadrada do tamanho médio de grão é mantida para tamanhos médios de grão entre os encontrados no estudo (27,8 e 4,1 μm). Sendo assim, com a finalidade de melhor entender o comportamento mecânico do Cobre processado em baixa e alta amplitude de deformação ($\Delta\varepsilon=0,075$ e $\Delta\varepsilon=0,5$ respectivamente), análise por microscopia óptica

foi realizada.

A Figura 5.12 apresenta as imagens do Cobre processado por 1 passe (Figura 5.12a), 2 passes (Figura 5.12b), 3 passes (Figura 5.12c) e 48 passes (Figura 5.12d) na amplitude de 0,075. Observa-se que nos três passes iniciais os grãos são poligonais e há presença de maclas de recozimento, as quais tendem a desaparecer com o aumento da deformação. Para o material com maior deformação (48 passes), além de não haver maclas, os grãos parecem ter sido fragmentados e uma maior área com grãos refinados é evidenciada (regiões mais escuras da imagem).

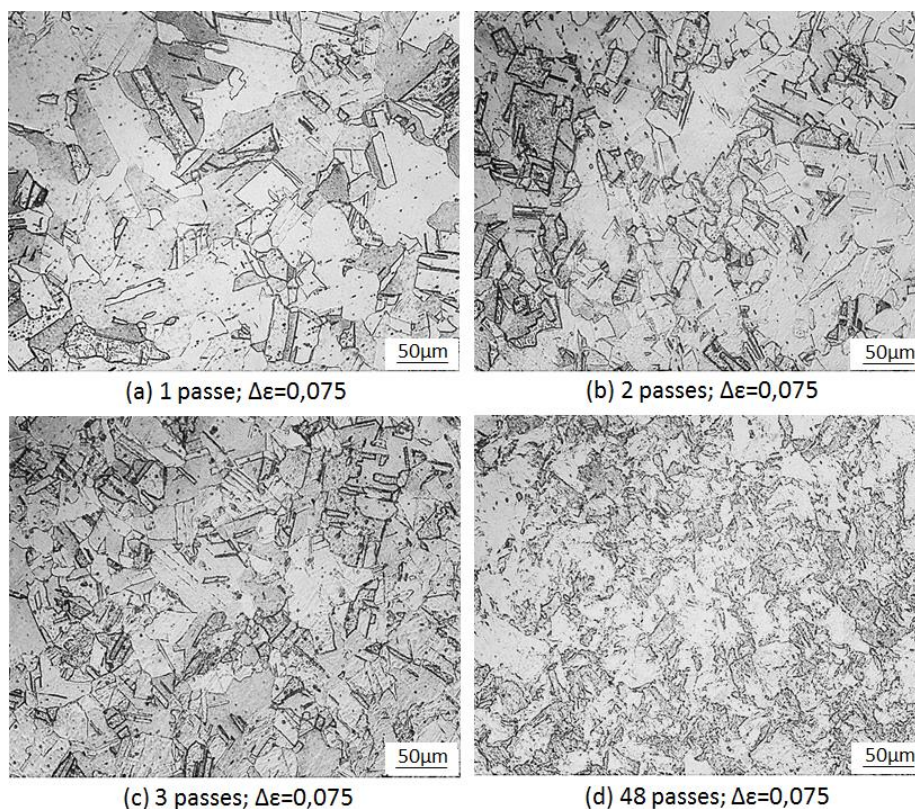


Figura 5.12: Microscopia óptica para o Cobre processado por 1 (a), 2 (b), 3 (c) e 48 (d) passes na amplitude de 0,075.

O tamanho médio de grãos (d), obtido pelo método do intercepto linear, diminui com o aumento da deformação, sendo pouco significativa essa diminuição para os três passes iniciais na amplitude de 0,075: $\sim 32\mu\text{m}$ para 1 passe; $\sim 30\mu\text{m}$ para 2 passes; $\sim 28\mu\text{m}$ para três passes; $\sim 19\mu\text{m}$ para 48 passes. Em relação ao material recozido ($d \sim 30\mu\text{m}$), o tamanho de grão para o primeiro passe de deformação parece maior, o que pode ser explicado pela maior quantidade de maclas (e, portanto, de contornos)

na condição recozida, levando a um tamanho médio menor. FLAUSINO *et al.* (2019), para o Cobre processado por 48 passes com $\Delta\varepsilon=0,075$ ($\varepsilon_T=3,6$), encontraram um tamanho médio de grão de $13,5\mu\text{m}$ por meio de EBSD.

De forma similar, a Figura 5.13 apresenta o Cobre processado por 1 passe (Figura 5.13a), 2 passes (Figura 5.13b), 3 passes (Figura 5.13c) e 6 passes (Figura 5.13d) na amplitude de 0,5. Diferente da Figura 5.12, os grãos para uma maior amplitude de deformação, mesmo nos passes iniciais, não se assemelham tanto ao material recozido. Embora no primeiro passe eles sejam poligonais, se apresentam de forma mais alongada em uma mesma direção, provavelmente de forma transversal à direção de compressão. À medida que a deformação aumenta, os grãos parecem se fragmentar, cuja região de grãos refinados também aumenta com o aumento de deformação. FLAUSINO *et al.* (2019) relatam o aumento da fração de área escura nas imagens de microscopia óptica para o Cobre processado em baixa amplitude, provavelmente relacionado a regiões contendo subestruturas refinadas.

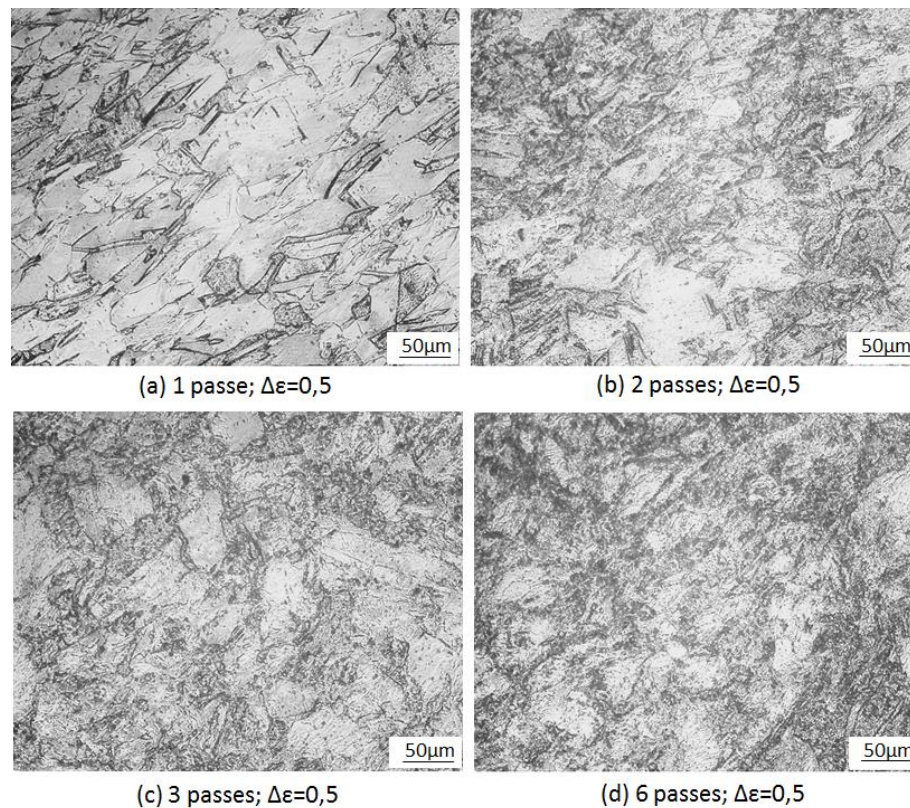


Figura 5.13: Microscopia óptica para o Cobre processado por 1 (a), 2 (b), 3 (c) e 6 (d) passes na amplitude de 0,5.

Os tamanhos médios de grão obtidos evidenciam que a cinética de refino é mais rápida para a amplitude de 0,5: $\sim 28\mu\text{m}$ para 1 passe; ~ 21 para dois passes; $\sim 19\mu\text{m}$ para três passes; $\sim 15\mu\text{m}$ para 6 passes.

Valores distintos podem ser encontrados na literatura, porém ressalta-se que o método utilizado para obter o tamanho médio de grão apresenta influência no valor obtido. Para o Cobre deformado por MDF livre em temperatura ambiente com $\Delta\varepsilon\sim 0,8$, SALISHCHEV *et al.* (2011) constataram por EBSD a diminuição do tamanho de grão médio com o aumento da deformação: $d\sim 2,55\mu\text{m}$ para $\varepsilon_T\sim 5$; $d\sim 2,22\mu\text{m}$ para $\varepsilon_T\sim 10$; $d\sim 1,5\mu\text{m}$ para $\varepsilon_T\sim 15$; $d\sim 1,19\mu\text{m}$ para $\varepsilon_T\sim 25$; $d\sim 1,02\mu\text{m}$ para $\varepsilon_T\sim 50$. KUMAR e RAGHU (2015) obtiveram por EBSD tamanho médio de grão de $\sim 3,7\mu\text{m}$ para o Cobre processado por CCDC com $\Delta\varepsilon=0,8$ após 3 passes ($\varepsilon_T=2,4$), cujo tamanho diminui para processamentos adicionais ($\sim 2,45\mu\text{m}$ para $\varepsilon_T=4,8$ e $\sim 1,95\mu\text{m}$ para $\varepsilon_T=7,2$).

Para melhor visualização dos resultados, a Figura 5.14 apresenta a relação entre o limite de escoamento e o inverso do quadrado do tamanho de grão ($d^{-1/2}$) das amostras REC, 1MDF(0,075), 2MDF(0,075), 3MDF(0,075), 48MDF(0,075), 1MDF(0,5), 2MDF(0,5), 3MDF(0,5) e 6MDF(0,5).

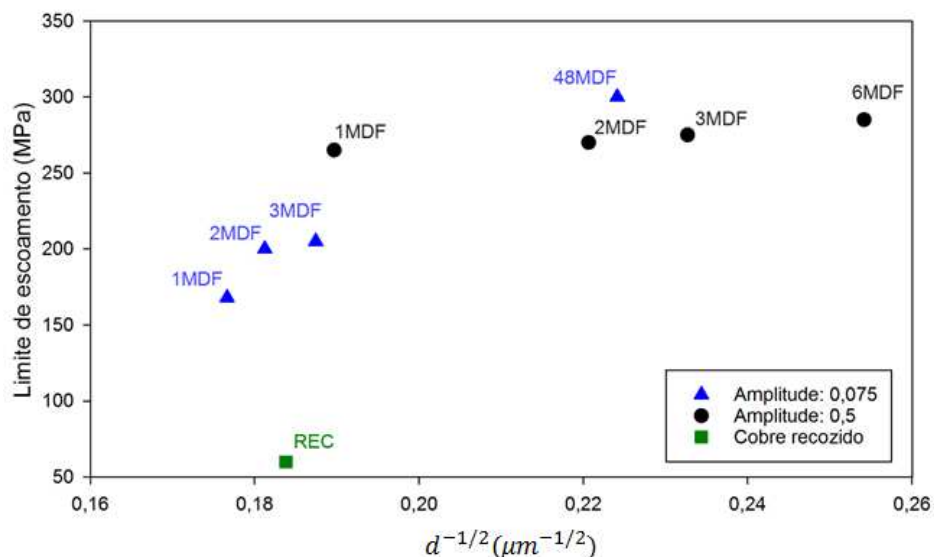


Figura 5.14: Limite de escoamento $\times d^{-1/2}$ para o material recozido e processado por MDF confinado em baixa e alta amplitude de deformação.

Nota-se que a diminuição do tamanho médio de grão provoca um aumento no limite de escoamento do material, porém, mesmo com uma diferença insignificante entre o

material recozido e o processado por um passe de 0,075, um aumento de quase 3x no limite de escoamento do Cobre foi observado (~60MPa para material recozido e ~168MPa para 1 passe, sendo $d \sim 30\mu\text{m}$ em ambas as condições).

Além disso, observa-se que as amostras 3MDF(0,5) e 6MDF(0,5) têm tamanhos médios de grão menores que a amostra 48MDF(0,075), embora tenham menores limites de escoamento. Esse fato indica que não só o tamanho médio de grão tem influência na resistência do material, mas a densidade de deslocamentos interfere no comportamento mecânico do material, assim como abordado por HANSEN (2004). Segundo KAPOOR *et al.* (2013), o limite de escoamento é um somatório entre as contribuições dos contornos de grão (Equação de Hall-Petch) e das deslocamentos dentro dos grãos/subgrãos conforme Equação 5.2.

$$\sigma_y = \sigma_0 + \alpha M G b \sqrt{\rho} + k_H d^{-1/2} \quad (5.2)$$

Sendo σ_y a tensão de escoamento, σ_0 a tensão intrínseca do material considerando que as únicas deslocamentos presentes nos grãos são as dos contornos, M o fator de Taylor, G o módulo de cisalhamento, b o vetor de Burgers e α e k_H constantes do material.

Sendo assim, análises por DRX foram realizadas para avaliar a densidade de deslocamentos do material recozido e processado por baixa e alta amplitude de deformação, conforme Tabela 5.5, na qual também foram inseridos os dados de tamanho médio de grão obtidos.

Tabela 5.5: Tamanho médio de grão (d), densidade de deslocamentos (ρ) e limite de escoamento (LE) para o Cobre recozido e processado em baixa e alta amplitude de deformação.

Amplitude	Condição	ϵ_T	d (μm)	ρ (m^{-2})	LE (MPa)
-	REC	0	~30	$9,3 \times 10^{12}$	~60
0,075	1MDF(0,075)	0,075	~32	$1,0 \times 10^{13}$	~168
	2MDF(0,075)	0,15	~30	$1,3 \times 10^{13}$	~200
	3MDF(0,075)	0,225	~28	$2,4 \times 10^{13}$	~205
	48MDF(0,075)	3,6	~19	$5,2 \times 10^{13}$	~300

Tabela 5.6 - continuação: Tamanho médio de grão (d), densidade de deslocações (ρ) e limite de escoamento (LE) para o Cobre recozido e processado em baixa e alta amplitude de deformação.

Amplitude	Condição	ε_T	d (μm)	ρ (m^{-2})	LE (MPa)
0,5	1MDF(0,5)	0,5	~28	$1,9 \times 10^{13}$	~265
	2MDF(0,5)	1,0	~21	$3,9 \times 10^{13}$	~270
	3MDF(0,5)	1,5	~19	$4,7 \times 10^{13}$	~275
	6MDF(0,5)	3,0	~15	$6,4 \times 10^{13}$	~285

Uma vez que o limite de escoamento está relacionado à raiz quadrada da densidade de deslocações conforme abordado por KAPOOR *et al.* (2013), a Figura 5.15 foi plotada para melhor visualização dos resultados.

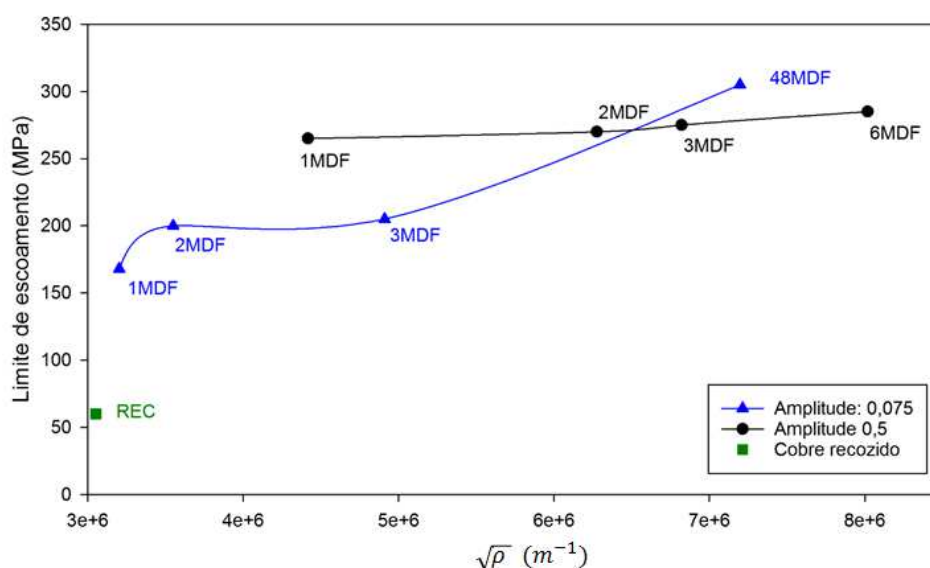


Figura 5.15: Limite de escoamento $\times \sqrt{\rho}$ para o Cobre recozido e processado nas amplitudes de 0,075 e 0,5.

Nota-se por meio da Tabela 5.5 e da Figura 5.15 que para ambas as amplitudes a densidade de deslocações e o limite de escoamento aumentam com o aumento da deformação. Para o material processado em baixa amplitude, a variação do tamanho médio de grão não é significativa nos três primeiros passes, sendo o aumento da densidade de deslocações o fator que mais contribui para o aumento do limite de escoamento. Após o terceiro passe, entretanto, observa-se a influência da diminuição do tamanho médio de grão juntamente com o aumento da densidade de deslocações.

Para o material processado em alta amplitude, há influência do tamanho de grão a partir do segundo passe de deformação, sendo tanto a diminuição do tamanho médio de grão quanto o aumento da densidade de deslocações responsáveis pelo aumento do limite de escoamento do material.

A amplitude de deformação também apresenta influência nos resultados obtidos. Ao comparar o material denominado de 48MDF(0,075) ($\Delta\varepsilon=0,075$, $\varepsilon_T=3,6$) com o 6MDF(0,5) ($\Delta\varepsilon=0,5$, $\varepsilon_T=3,0$), o material mais deformado apresenta maior tamanho de grão, evidenciando que a cinética de refino é mais lenta para menores amplitudes de deformação, como também demonstrado por FLAUSINO *et al.* (2019). Observa-se também que a amostra 48MDF(0,075) ($\Delta\varepsilon=0,075$, $\varepsilon_T=3,6$) e a 3MDF(0,5) ($\Delta\varepsilon=0,5$, $\varepsilon_T=1,5$) apresentam tamanhos médios de grãos similares ($\sim 19\mu\text{m}$), embora o limite de escoamento da amostra processada em baixa amplitude seja maior. Isso se deve ao fato de que a densidade de deslocações após os 48 passes de 0,075 é maior que a densidade de deslocações após os 3 passes de 0,5. GUBIZCA *et al.* (2011), no estudo da estabilidade térmica do Cobre processado por MDF, ECAP e HPT, mostraram que, embora o material fosse processado até tamanho médios de grão similares, a diferença na densidade de deslocações contribuiu para os diferentes resultados obtidos. Para as amostras submetidas a até dois passes em baixa amplitude, 1MDF(0,075) e 2MDF(0,075), o limite de escoamento é menor que a amostra submetida a 3 e 48 passes devido ao maior tamanho médio de grãos e à menor densidade de deslocações, o que também justifica o menor limite de escoamento da amostra 3MDF(0,075) em relação a 2MDF(0,5) e da amostra 2MDF(0,5) em relação a 48MDF(0,075).

Em contrapartida, ao comparar as amostras 6MDF(0,5) ($\Delta\varepsilon=0,5$, $\varepsilon_T=3,0$) e 48MDF(0,075) ($\Delta\varepsilon=0,075$, $\varepsilon_T=3,6$), é possível notar que o limite de escoamento da amostra 6MDF(0,5) é menor que a amostra 48MDF(0,075) mesmo com um menor tamanho de grão e uma maior densidade de deslocações. Tal fato indica que não só a densidade de deslocações e o tamanho médio de grão influenciam no comportamento mecânico do material (KUMAR E RAGHU, 2015; HECZEL *et al.*, 2018). Embora análise de EBSD não tenha sido realizada, sugere-se que a baixa amplitude de deformação e o maior número de passes, amostra 48MDF(0,075), favoreça o primeiro estágio de recuperação, no qual ocorrem a aniquilação das deslocações, enquanto a maior amplitude de deformação favoreça estágios mais avançados de recuperação,

como a formação de células e subgrãos, levando à formação de contornos de alto ângulo com o aumento da deformação. Sendo assim, a estrutura com menor fração de contornos de alto ângulo é mais desorganizada e apresenta maior quantidade de obstáculos ao movimento de deslocações, justificando o maior limite de escoamento da amostra processada por 48 passes na amplitude de 0,075. FLAUSINO *et al.* (2019) constataram que o Cobre processado com deformação até 3,6 em baixa amplitude ($\Delta\varepsilon=0,075$) apresentou 88% de contornos de baixo ângulo, valor este que se reduz para 72% e 68% após deformações de 7,2 e 10,8 respectivamente. Em contrapartida, a amostra processada por menos passes, mas com maior amplitude, a estrutura é mais organizada, o que permite também o maior encruamento e a obtenção de maiores tensões de saturação ($\sim 360\text{MPa}$ e $\sim 400\text{MPa}$ para baixa e alta amplitude respectivamente) e dureza (~ 109 e ~ 126 para baixa e alta amplitude respectivamente). A Figura 5.15 também evidencia que, embora a densidade de deslocações aumente com o aumento da deformação em alta amplitude, o aumento no limite de escoamento é pouco expressivo, indicando ainda mais a ocorrência de recuperação dinâmica em estágios mais avançados.

KUMAR e RAGHU (2015a), no estudo da condutividade elétrica, estabilidade térmica e evolução dos defeitos de lacuna do Cobre durante a compressão por CCDC, demonstraram que a fração de contornos de baixo ângulo aumenta após um ciclo de CCDC com $\Delta\varepsilon=0,8$ ($\varepsilon_T=2,4$) devido ao aumento da densidade de deslocações e diminui após segundo e terceiro ciclos ($\varepsilon_T=4,8$ e $\varepsilon_T=7,2$ respectivamente), nos quais ocorre predominância de contornos de alto ângulo. Tais alterações são parte da evolução microestrutural do mecanismo de deformação plástica severa: deslocações são geradas, rearranjam-se em contornos de baixo ângulo e, posteriormente, com o aumento da deformação, aumentam a desorientação e formam contornos de alto ângulo. KUMAR e RAGHU (2015) mostram que os contornos de baixo ângulo apresentam baixa mobilidade e, por isso, necessitam de uma maior energia de ativação para recristalização, ao contrário de contornos de alto ângulo, que possuem maior mobilidade.

É relevante mencionar o comportamento do material processado por 3 passes em baixa amplitude, 3MDF(0,075), e o processado por 1 passe em alta amplitude, 1MDF(0,5). Embora os dois apresentem tamanhos médios de grão similares ($\sim 28\mu\text{m}$), e a densidade de deslocações da amostra 3MDF(0,075) seja maior, o limite de

escoamento e a dureza da amostra processada por apenas 1 passe na amplitude de 0,5 é maior. Foi dito anteriormente que a maior amplitude favorece estágios mais avançados de recuperação e que a amostra processada em alta amplitude tende a apresentar uma maior fração de contornos de alto ângulo, porém não se pode negligenciar a influência da deformação cíclica nas propriedades do material. Para a amostra processada por apenas um passe, o comportamento é similar ao de um processamento por compressão uniaxial. HECZEL *et al.* (2018), em seu estudo sobre a evolução microestrutural de uma liga de Magnésio, afirmam que as diferentes densidades e tipos de deslocações obtidas se devem, em parte, às diferentes condições de carregamento proporcionadas pelo ECAP e MDF. ARMSTRONG *et al.* (1982) também avaliaram as diferenças microestruturais resultantes do processamento por compressão uni e multiaxial, sendo que o número de células e subgrãos continuaram a aumentar no processamento por compressão unidirecional, enquanto permaneceram aproximadamente constantes no multidirecional.

Sugere-se, dessa forma, que a amostra 1MDF(0,5) apresenta estrutura mais desorganizada, com maior fração de contornos de baixo ângulo, o que justifica o maior limite de escoamento e dureza mesmo com uma menor densidade de deslocações. Em contrapartida, o material processado por três passes, ou seja, com um ciclo completo de deformação multiaxial, tende a apresentar uma estrutura mais organizada, visto que a recuperação é favorecida pela alteração do caminho de deformação. Sendo assim, o limite de escoamento e a dureza da amostra 3MDF(0,075) é menor, embora apresente maior densidade de deslocações. Espera-se também que a microestrutura após um passe de deformação apresente bandas de cisalhamento em forma de camadas, paralelas umas às outras, diferentemente da microestrutura com bandas de cisalhamento se interceptando em várias direções devido a mudança de direção entre os passes de forjamento (SAKAI *et al.*, 2009). Conforme abordado por ARMSTRONG *et al.* (1982), o processo de recuperação dinâmica é favorecido pela deformação plástica em direções variadas, ou seja, o maior número de passes no MDF propicia maior recuperação dinâmica.

BERGHAMMER *et al.* (2011) compararam o comportamento de uma liga AlMnFe submetida ao CCDP ($\Delta\varepsilon \sim 0,77$) e ao ECAP ($\Delta\varepsilon \sim 1,0$) por 1, 4, 8 e 16 passes e constataram que tanto a deformação acumulada quanto a deformação por passe e o caminho de deformação influenciam nas propriedades mecânicas devido aos

diferentes tamanhos médios de grão e frações de contornos de alto ângulo obtidos. No estudo, concluiu-se que o ECAP na rota Bc é mais efetivo em produzir uma estrutura refinada e de maior resistência que o CCDP. Justificam-se as diferentes microestruturas obtidas por meio do modo com que a deformação ocorre: no ECAP a deformação plástica ocorre por puro cisalhamento e toda a amostra é cisalhada na interseção dos canais de uma matriz de ECAP, enquanto no CCDP o refino da microestrutura ocorre pela interseção de bandas de cisalhamento, alinhadas na direção diagonal de uma amostra retangular, por exemplo.

Relacionado à forma com que o carregamento por MDF ocorre, livre ou confinado, torna-se característica do processo a heterogeneidade de deformação micro e macroestrutural ao longo da amostra processada devido ao atrito existente entre a amostra e as matrizes de forjamento. Para o Cobre processado por MDF confinado, observa-se heterogeneidade de deformação entre o centro e a borda de cada amostra, desde os primeiros passes até as com deformações de 3,6 (Figura 5.16a, b) e 3,0 (Figura 5.16c, d), sendo a heterogeneidade mais acentuada para menores deformações.

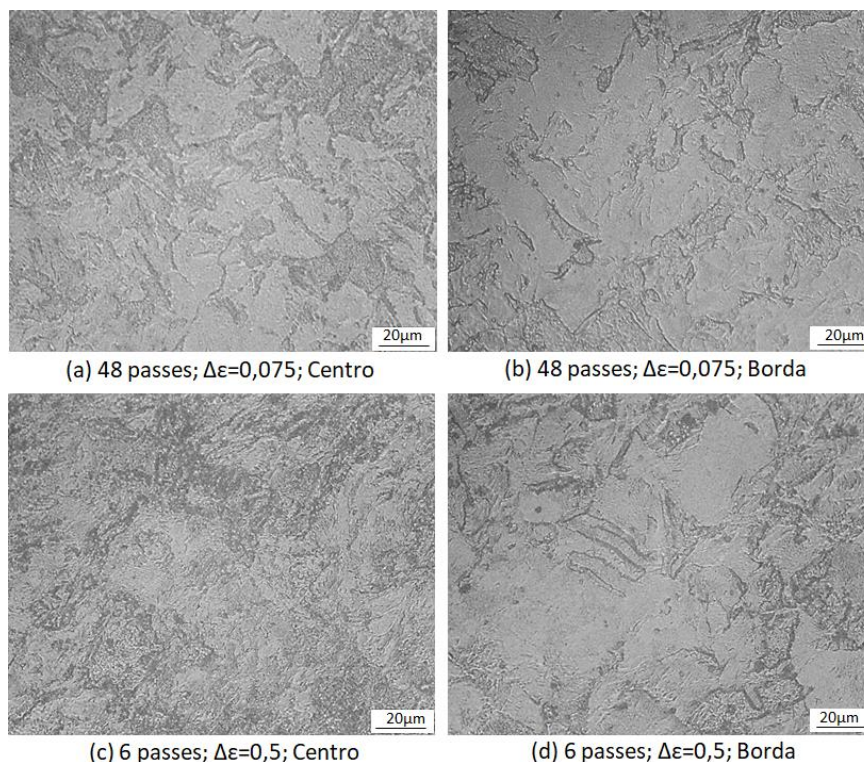


Figura 5.16: Heterogeneidade de deformação entre o centro e a borda das amostras processadas por $\Delta\epsilon=0,075$ e $\Delta\epsilon=0,5$.

A heterogeneidade de deformação foi estudada por XU *et al.* (2013) para o Alumínio e uma liga Al-Cu deformados por MDF livre ($\Delta\varepsilon=0,4$) em temperatura ambiente e constataram que a heterogeneidade diminui com o aumento do número de passes ou quando o material é tratado termicamente após processamento mecânico. SALISCHEV *et al.* (2011) identificaram que os grãos na área central da amostra de Cobre deformada por MDF livre ($\Delta\varepsilon\sim 0,8$) perderam suas características iniciais em uma deformação total próxima a 10, porém grãos da região periférica começaram a perder sua forma inicial após uma deformação de 15. Para deformações acima de 25, nenhuma diferença microestrutural foi identificada entre o centro e a borda das amostras.

Não só entre o centro e as bordas do corpo de prova, mas as Figuras 5.12 e 5.13, apresentadas anteriormente, são da região central dos corpos de prova e nota-se heterogeneidade pela existência de grãos grosseiros, provavelmente remanescentes da microestrutura original (SHAKHOVA *et al.*, 2014). Tal ocorrência se deve ao fato de que o refino de grão e as subestruturas são formadas pela interseção de microbandas de cisalhamento provocada pela mudança de direção de carregamento (BELYAKOV *et al.*, 2001; SAKAI *et al.*, 2009). Segundo KUMAR e RAGHU (2015), a não homogeneidade microestrutural se deve aos diferentes níveis de deformação ao longo do corpo de prova pela mecânica inerente ao processo.

A Figura 5.17 apresenta imagens de microscopia óptica para o material submetido a 48 passes na amplitude de 0,075 e a 6 passes na amplitude de 0,5 evidenciando a formação de bandas de deformação em regiões próximas dos contornos de grão.

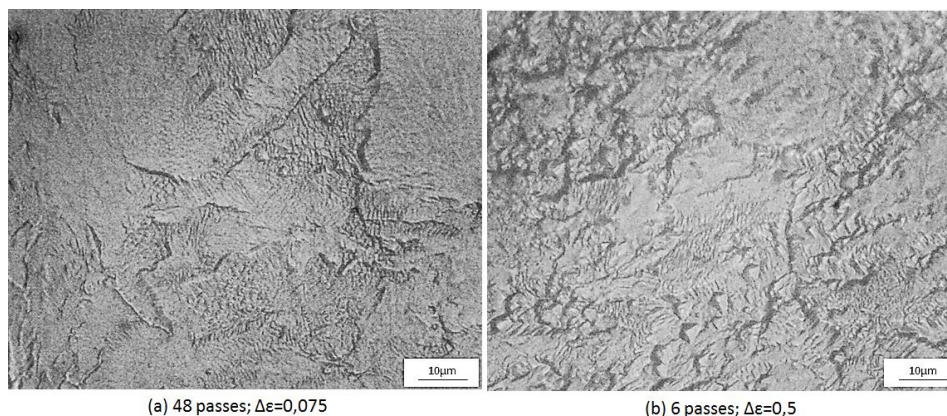


Figura 5.17: Bandas de deformação nas amostras processadas por 48 passes em baixa amplitude (a) e 6 passes em alta amplitude (b).

Sugere-se que os desvios padrões encontrados nas medições de dureza estejam relacionados à heterogeneidade de deformação e tendem a diminuir para maiores deformações totais impostas (GUPTA *et al.*, 2016). Observa-se também que, embora a heterogeneidade seja característica da baixa e da alta amplitude de deformação, uma maior variação de dureza é esperada em maiores amplitudes, visto que a diferença de propriedades entre regiões com e sem deformação é mais significativa para processos mais severos. FLAUSINO *et al.* (2019) verificaram que, embora com uma significativa redução do tamanho de grão em relação ao Cobre inicialmente recozido, a estrutura é heterogênea mesmo com uma deformação total de 10,8.

6 CONCLUSÕES

Neste trabalho o Cobre comercialmente puro foi processado pelo MDF confinado por em baixa ($\Delta\varepsilon=0,075$) e alta ($\Delta\varepsilon=0,5$) amplitude de deformação por um, dois e três passes de compressão, bem como até deformações superiores à de saturação mecânica do material: 48 passes na amplitude de 0,075 e 6 passes na amplitude de 0,5. Confirmou-se que o material não apresenta abaulamento nas faces laterais após compressão devido à utilização de matrizes, reduzindo o tempo de processamento e eliminando a necessidade de usar os corpos de prova.

Com o objetivo de estudar o comportamento mecânico do Cobre, curvas tensão verdadeira x deformação verdadeira obtidas no processamento foram utilizadas. Observou-se que o MDF confinado provoca o encruamento do Cobre seguido de um estado estacionário, com tensões de saturação de $\sim 360\text{MPa}$ e de $\sim 400\text{MPa}$ para amplitudes de 0,075 e 0,5 respectivamente. As curvas de fluxo acumulativas apresentam forma similar ao de recuperação dinâmica e evidenciam que maiores amplitudes de deformação implicam maiores tensões de fluxo, embora ainda estejam abaixo da curva de compressão uniaxial do material até uma deformação $\sim 0,3$. Para ambas as amplitudes, um aumento do limite de escoamento e da dureza foi evidenciado com o aumento da deformação.

No que se refere à evolução microestrutural do Cobre, obtida por meio de microscopia óptica, o MDF confinado ocasionou o aumento da densidade de deslocações e a diminuição do tamanho médio de grão em ambas as amplitudes de deformação, porém o refino é mais acentuado para maiores amplitudes, bem como a cinética de refino de grão é mais acelerada. Constatou-se heterogeneidade de deformação no centro e na região periférica das amostras, mesmo para deformações iguais a 3,6 e 3,0. Tal fato está associado ao atrito entre o material e a matriz de forjamento característico de processos de compressão. Além disso, é possível notar bandas de cisalhamento, responsáveis pela fragmentação dos grãos originais, que se interceptam com a mudança na direção do carregamento multiaxial.

Aliando as propriedades mecânicas com as características microestruturais do Cobre recozido e processado por MDF confinado, dados de limite de escoamento x $d^{-1/2}$ e de limite de escoamento x $\sqrt{\rho}$ foram plotados. Notou-se que não só o tamanho médio de

grãos influencia no comportamento mecânico do material, mas a densidade de deslocações e a forma com que elas estão arrançadas na subestrutura também apresentam grande influência na resposta do material frente às solicitações mecânicas. Destaca-se também a influência das condições de carregamento e do caminho de deformação nas propriedades mecânicas e na microestrutura do material, uma vez que a deformação multidirecional favorece a recuperação dinâmica.

Dessa forma, entende-se que não só a deformação total imposta e a amplitude de deformação influenciam no comportamento do material, mas o caminho de deformação e a forma com que a subestrutura está organizada também são responsáveis pela resposta mecânica do material.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com base nesse estudo, sugere-se para trabalhos futuros:

- Analisar a influência dos contornos de alto e baixo ângulo no comportamento mecânico do Cobre processado por 1, 2 e 3 passes em baixa e alta amplitude de deformação, bem como para deformações superiores à de saturação mecânica;
- Avaliar o comportamento mecânico e a evolução microestrutural do Cobre para maiores deformações impostas e com diferentes amplitudes de deformação para identificar a ocorrência de processos de recuperação dinâmica;
- Relacionar as alterações no comportamento mecânico com a evolução microestrutural por meio de microscopia eletrônica de transmissão para melhor entendimento da formação de subestrutura e do refino de grão;
- Comparar a evolução microestrutural e o comportamento mecânico do Cobre nos passes iniciais de forjamento com um material de maior energia de falha de empilhamento para avaliar a cinética dos fenômenos de recuperação dinâmica e refino de grão.

8 REFERÊNCIAS

1. ALMEIDA, N. G. S. *Comportamento Mecânico da liga Al6351 Submetida à Extrusão Angular em Canais Iguais e Compressão Multiaxial Cíclica*. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2017. 90p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Mecânica).
2. ARMSTRONG, P. E.; HOCKETT, J. E.; SHERBY, O. D. Large strain multidirectional deformation of 1100 aluminum at 300 K. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v. 30, p. 37-58, 1982.
3. ASM Specialty Handbook. *Copper and Copper Alloys*. 1 ed. Ohio: American Society for Metals - ASM International, 2001, 573 p.
4. AZUSHIMA, A.; KOPP, R.; KORHONEN, A.; YANG, D. Y.; MICARI, F.; LAHOTI, G. D.; GROCHE, P.; YANAGIMOTO, J.; TSUJI, N.; ROSOCHOWSKI, A.; YANAGIDA, A. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. *CIRP Annals*, v. 57, p. 716-735, 2008.
5. BAHADORI, S. R.; DEGHANI, K.; BAKHSHANDEH, F. Microstructure, texture and mechanical properties of pure copper processed by ECAP and subsequent cold rolling. *Materials Science and Engineering: A*, v. 583, p. 36-42, 2013.
6. BAY, B.; HANSEN, N.; HUGHES, D. A.; KUHLMANN-WILDORF, D. Evolution of FCC deformation structures in polyslip. *Acta metallurgica et materialia*, v. 40, n. 2, p. 205-219, 1992.
7. BELYAKOV, A.; SAKAI, T.; MIURA, H.; TSUZAKI, K. Grain refinement in copper under large strain deformation. *Philosophical Magazine A*, v. 81, n. 11, p. 2629-2643, 2001.
8. BERGHAMMER, R.; HU, W.; HASANI, A.; GOTTSTEIN, G. Production of Ultrafine Grained AlMnFe Samples by Confined Channel Die Pressing as Compared to Equal Channel Angular Pressing. *Advanced Engineering Materials*, v. 13, n. 4, p. 232-236, 2011.
9. BEYERLEIN, I. J.; ALEXANDER, D. J.; TOMÉ, C. N. Plastic anisotropy in aluminum and copper pre-strained by equal channel angular extrusion. *Journal of materials science*, v. 42, n. 5, p. 1733-1750, 2007.
10. CHUNG, K.; WAGONER, R. H. Effect of stress-strain-law transients on formability. *Metallurgical Transactions A*, v. 17, n. 6, p. 1001-1009, 1986.
11. COFFIN, L. F.; TAVERNELLI, J. F. The Cyclic Straining and Fatigue of Metals. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, v. 215, p.794-806, 1959.

12. CORRÊA, E. C. S. *Aspectos do Encruamento de Metais Previamente Deformados a Frio*. Belo Horizonte: Escola de Engenharia UFMG, 2004. 233 p. (Tese, Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).
13. CORREA, E. C. S.; AGUILAR, M. T. P.; SILVA, E. M. P.; CETLIN, P. R. The effect of sequential tensile and cyclic torsion straining on work hardening of steel and brass. *Journal of materials processing technology*, v. 142, p. 282-288, 2003.
14. COURTNEY, T. H. *Mechanical Behavior of Materials*. 2 ed. Long Grove: Waveland Press, 2005. 732 p.
15. DALLA TORRE, F.; LAPOVOK, R.; SANDLIN, J.; THOMSON, P. F.; DAVIES, C. H. J.; PERELOMA, E. V. Microstructures and properties of copper processed by equal channel angular extrusion for 1–16 passes. *Acta materialia*, v. 52, n. 16, p. 4819-4832, 2004.
16. DAVENPORT, S. B.; HIGGINSON, R. L. Strain path effects under hot working: an introduction. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 98, n. 3, p. 267-291, 2000.
17. DE FARIA, C. G. *Processamento Multiaxial Cíclico em Alumínio Comercialmente Puro Processado por ECAP*. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2015 (Dissertação, Mestrado em Engenharia Mecânica). 85p.
18. DE FARIA, C. G.; ALMEIDA, N. G. S.; AGUILAR, M. T. P.; CETLIN, P. R. Increasing the work hardening capacity of equal channel angular pressed (ECAPed) aluminum through multi-axial compression (MDF). *Materials Letters*, v. 174, p. 153-156, 2016.
19. DE FARIA, C. G.; ALMEIDA, N. G. S.; BUBANI, F. C.; BALZUWEIT, K. Microstructural evolution in the low strain amplitude multi-axial compression (LSA-MAC) after equal channel equal pressing (ECAP) of aluminum. *Materials Letters*, v. 227, p. 149-153, 2018.
20. DERBY, B. The dependence of grain size on stress during dynamic recrystallization. *Acta metallurgica et materialia*, v. 39, n. 5, p. 955-962, 1991.
21. DIETER, G. E. *Mechanical Metallurgy*. 2 ed. Londres: McGraw-Hill Book Company, 1988. 751 p.
22. DOUCET, A. B.; WAGONER, R. H. Plane-strain work hardening and transient behavior of interstitial-free steel. *Metallurgical Transactions A*, v. 18, n. 12, p. 2129-2134, 1987.

23. ESTRIN, Y.; VINOGRADOV, A. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: a wealth of challenging science. *Acta materialia*, v. 61, p. 782-817, 2013.
24. FELTNER, C. E.; LAIRD, C. Cyclic stress-strain response of FCC metals and alloys—I Phenomenological experiments. *Acta metallurgica*, v. 15, n. 10, p. 1621-1632, 1967
25. FLAUSINO, P. C. A.; NASSIF, M. E. L.; BUBANI, F. C.; PEREIRA, P. H. R.; AGUILAR, M. T. P.; CETLIN, P. R. Microstructural evolution and mechanical behavior of copper processed by low strain amplitude multi-directional forging. *Materials Science and Engineering: A*, v. 756, p. 474-483, 2019.
26. FIGUEIREDO, R. B.; SABBAGHIANRAD, S.; GIWA, A.; GREER, J. R.; LANGDON, T. G. Evidence for exceptional low temperature ductility in polycrystalline magnesium processed by severe plastic deformation. *Acta Materialia*, v. 122, p. 322-331, 2017.
27. GHOSH, A. K. *Method of producing a fine grain aluminum alloy using three axes deformation*. U.S. Patent n. 4.721.537, 1988.
28. GUBICZA, J.; BALOGH, L.; HELLMIG, R. J.; ESTRIN, R. J.; UNGÁR, T. Dislocation structure and crystallite size in severely deformed copper by X-ray peak profile analysis. *Materials Science and Engineering: A*, v. 400, p. 334-338, 2005.
29. GUBICZA, J.; DOBATKIN, S. V.; KHOSRAVI, E.; KUZNETSOV, A. A.; LÁBÁR, J. L. Microstructural stability of Cu processed by different routes of severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*, v. 528, p. 1828-1832, 2011.
30. GUPTA, R.; SRIVASTAVA, S.; KUMAR, N. K.; PANTHI, S. K. High leaded tin bronze processing during multi-directional forging: Effect on microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*, v. 654, p. 282-291, 2016.
31. HAMDÍ, F.; ASGARI, S. Influence of stacking fault energy and short-range ordering on dynamic recovery and work hardening behavior of copper alloys. *Scripta Materialia*, v. 62, n. 9, p. 693-696, 2010.
32. HANSEN, N. Hall–Petch relation and boundary strengthening. *Scripta Materialia*, v. 51, n. 8, p. 801-806, 2004.

33. HECZEL, A.; AKBARIPANAH, F.; SALEVATI, M. A.; MAHMUDI, R.; VIDA, A.; GUBIZCA, J. A comparative study on the microstructural evolution in AM60 alloy processed by ECAP and MDF. *Journal of Alloys and Compounds*, 2018.
34. HELMAN, H.; CETLIN, P. R. *Fundamentos da Conformação Mecânica dos Metais*. 2 ed. São Paulo: Artliber Editora, 2013. 265 p.
35. HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. *Recrystallization and related annealing phenomena*. 2 ed. Oxford: ELSEVIER, 2004. 574 p.
36. IWAHASHI, Y.; WANG, J.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scripta materialia*, v. 35, n. 2, p. 143-146, 1996.
37. KAPOOR, R.; SARKAR, A.; YOGI, R.; SHEKHAWAT, S. K.; SAMAJDAR, I.; CHAKRAVARTTY, J. K. Softening of Al during multi-axial forging in a channel die. *Materials Science and Engineering: A*, v. 560, p. 404-412, 2013.
38. KOCH, C. C. Optimization of strength and ductility in nanocrystalline and ultrafine grained metals. *Scripta Materialia*, v. 49, n. 7, p. 657-662, 2003.
39. KOCKS, U. F.; MECKING, H. Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. *Progress in Materials Science*, v. 48, p. 171-273, 2003
40. KUHLMANN-WILSDORF, D.; HANSEN, N. Geometrically necessary, incidental and subgrain boundaries. *Scripta metallurgica et materialia*, v. 25, n. 7, p. 1557-1562, 1991.
41. KUMAR, S. S. S.; RAGHU, T. Bulk processing of fine grained OFHC copper by cyclic channel die compression. *Journal of Materials Research*, v. 106, n. 12, p. 1230-1239, 2015.
42. KUMAR, S. S. S.; RAGHU, T. Electrical Conductivity, Thermal Stability, and Lattice Defect Evolution During Cyclic Channel Die Compression of OFHC Copper. *Journal of Materials Engineering and Performance*, v. 24, n. 2, p. 726-736, 2015a.
43. KUNDU, A.; KAPOOR, R.; TEWARI, R.; CHAKRAVARTTY, J. K. Severe plastic deformation of copper using multiple compression in a channel die. *Scripta Materialia*, v. 58, n. 3, p. 235-238, 2008.
44. LEE, J. C.; SHU, J. Y.; AHN, J. P. Work-softening behavior of the ultrafine-grained Al alloy processed by high-strain-rate, dissimilar-channel angular pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 34, p. 625-632, 2003.
45. LI, Y. J.; BLUM, W. Strain rate sensitivity of Cu after severe plastic deformation by multiple compression. *Physica status solidi (a)*, v. 202, n. 11, 2005.

46. LI, J.; LI, F.; ZHAO, C.; CHEN, H.; MA, X.; LI, J. Experimental study on pure copper subjected to different severe plastic deformation modes. *Materials Science and Engineering: A*, v. 656, p. 142-150, 2016.
47. LIU, G.; GU, J.; NI, S.; LIU, Y.; SONG, M. Microstructural evolution of Cu–Al alloys subjected to multi-axial compression. *Materials Characterization*, v. 103, p. 107-119, 2015.
48. LONGO, W. P.; REED-HILL, R. E. An analysis of work softening in polycrystalline nickel. *Metallography*, v. 7, n. 3, p. 181-201, 1974.
49. LUGO, N.; LLORCA, N.; CABRERA, J. M.; HORIZA, Z. Microstructures and mechanical properties of pure copper deformed severely by equal-channel angular pressing and high pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*, v. 477, n. 1-2, p. 366-371, 2008.
50. LUOH, T.; CHANG, C. P. Effect of grain size/texture on the cyclic stress–strain behavior of polycrystalline copper. *Materials Science and Engineering: A*, v. 256, n. 1-2, p. 18-24, 1998.
51. MAIER, H. J.; GABOR, P.; GUPTA, N.; KARAMAN, I.; HAOUAOUI, M. Cyclic stress–strain response of ultrafine grained copper. *International journal of fatigue*, v. 28, n. 3, p. 243-250, 2006.
52. MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. *Mechanical Behavior of Materials*. 2. ed. Cambridge: Cambridge University Press, 2009. 856 p.
53. MISHRA, A.; KAD, B. K.; GREGORI, F.; MEYERS, M. A. Microstructural evolution in copper subjected to severe plastic deformation: Experiments and analysis. *Acta Materialia*, v. 55, n. 1, p. 13-28, 2007.
54. MU, S. J.; HU, W. P.; GOTTSTEIN, G. Investigations on deformation behavior and microstructure of ultrafine grained two phase Al-Mn alloy fabricated by confined channel die pressing. In: *Materials Science Forum*. Trans Tech Publications, 2008. p. 697-702.
55. MUGHRABI, H.; HOPPEL, H. W.; KAUTZ, M.; VALIEV, R. Z. Annealing treatments to enhance thermal and mechanical stability of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation. *Zeitschrift für Metallkunde*, v. 94, n. 10, p. 1079-1083, 2003.
56. NAKASHIMA, K.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing to high total strains. *Materials Science and Engineering: A*, v. 281, n. 1-2, p. 82-87, 2000.

57. NANDA, T.; KUMAR, B. R.; SHARMA, S.; SINGH, V.; PANDEY, O. P. Effect of thermal cycling process parameters on recrystallization kinetics for processing of fine-grained pure copper. *Materials and Manufacturing Processes*, v. 32, n. 1, p. 34-43, 2017.
58. PARIMI, A. K.; ROBI, P. S.; DWIVEDY, S. K. Severe plastic deformation of copper and Al–Cu alloy using multiple channel-die compression. *Materials & Design*, v. 32, n. 4, p. 1948-1956, 2011.
59. PINHEIRO, I. P.; BARBOSA, R.; CETLIN, P. R. Effect of the cyclic strain amplitude on the hot dynamic restoration of copper. *Scripta materialia*, v. 44, n. 1, p. 187-193, 2001.
60. PINHEIRO, I. P.; BARBOSA, R.; CETLIN, P. R. Dynamic restoration during the hot cyclic straining of copper. *Scripta materialia*, v. 38, n. 1, p. 53-57, 1997.
61. PINHEIRO, I. P.; MONTEIRO, W. A.; BARBOSA, R. A. N. M.; CETLIN, P. R. *Restauração Dinâmica e Evolução Microestrutural do Cobre Deformado a Quente por Torção Cíclica e Monotônica*. 59° Congresso Anual da ABM, São Paulo -SP, 2004.
62. PINHEIRO, P.; MONTEIRO, W. A.; BARBOSA, R.; CETLIN, P. R. The effect of strain path on the mechanical behavior and dislocation arrangements in the hot working of copper. *Materials Science and Engineering: A*, v. 368, n. 1-2, p. 280-285, 2004a.
63. SAITO, Y.; UTSUNOMIYA, H.; TSUJI, N.; SAKAI, T. Novel ultra-high straining process for bulk materials—development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. *Acta materialia*, v. 47, n. 2, p. 579-583, 1999.
64. SAKAI, T.; MIURA, H.; YANG, X. Ultrafine grain formation in face centered cubic metals during severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*, v. 499, n. 1-2, p. 2-6, 2009.
65. SAKAI, T.; BELYAKOV, A.; KAIBYSHEV, R.; MIURA, H.; JONAS, J. J. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science*, v. 60, p. 130-207, 2014.
66. SALIMYANFARD, F.; TOROGHINEJAD, M. R.; ASHRAFIZADEH, F.; JAFARI, M. EBSD analysis of nano-structured copper processed by ECAP. *Materials Science and Engineering: A*, v. 528, n. 16-17, p. 5348-5355, 2011.
67. SALISHCHEV, G. A.; STEPANOV, N. D.; KUZNETSOV, A. V.; ZHEREBTSOV, S. V.; VALIAKHMETOV, O. R.; KUZNETSOV, A. A.; DOBATKIN, S. V. Effect of multiaxial forging on structure evolution and mechanical properties of oxygen

- free copper. In: *Materials Science Forum*. Trans Tech Publications, 2011. p. 289-294.
68. SANTOS, M. O. *Processamento do Cobre por EACI*. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2008 (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas). 95 p.
69. SEEGER, A.; DIEHL, J.; MADER, S.; REBSTOCK, H. Work-hardening and work-softening of face-centred cubic metal crystals. *Philosophical Magazine*, v. 2, n. 15, p. 323-350, 1957.
70. SHAKHOVA, I.; YANUSHKEVICH, Z.; FEDEROVA, I.; BELYAKOV, A.; KAIBYSHEV, R. Grain refinement in a Cu–Cr–Zr alloy during multidirectional forging. *Materials Science and Engineering: A*, v. 606, p. 380-389, 2014.
71. SHI, F.; XU, T.; LU, S.; WANG, L. Finite element simulation of cyclic channel die compression with route A. *Applied Mechanics and Materials*, v. 44-47, p. 1300-1304, 2011.
72. SMALLMAN, R. E.; WESTMACOTT, K. H. Stacking faults in face-centred cubic metals and alloys. *Philosophical Magazine*, v. 2, n. 17, p. 669-683, 1957.
73. TAKAYAMA, A.; YANG, X.; MIURA, H.; SAKAI, T. Continuous static recrystallization in ultrafine-grained copper processed by multi-directional forging. *Materials Science and Engineering: A*, v. 478, n. 1-2, p. 221-228, 2008.
74. TANG, F.; SCHOENUNG, J. M. Strain softening in nanocrystalline or ultrafine-grained metals: A mechanistic explanation. *Materials Science and Engineering: A*, v. 493, n. 1-2, p. 101-103, 2008.
75. TSUJI, N.; SAITO, Y.; LEE, S. H.; MINAMINO, Y. ARB (Accumulative Roll-Bonding) and other new techniques to produce bulk ultrafine grained materials. *Advanced Engineering Materials*, v. 5, n. 5, p. 338-344, 2003.
76. VALIEV, R. Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. *Nature materials*, v. 3, n. 8, p. 511, 2004.
77. VALIEV, R. Z.; ISLAMGALIEV, R. K.; ALEXANDROV, I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in materials science*, v. 45, n. 2, p. 103-189, 2000.
78. VALIEV, R. Z.; ESTRIN, Y.; HORIZA, Z.; LANGDON, T. G.; ZEHETBAUER, M. J.; ZHU, Y. T. Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation. *Jom*, v. 58, n. 4, p. 33-39, 2006.
79. VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in materials science*, v. 51,

- n. 7, p. 881-981, 2006.
80. VORHAUER, A.; PIPPAN, R. The influence of type and path of deformation on the microstructural evolution during severe plastic deformation. *Nanomaterials by severe plastic deformation*, p. 684-690, 2004.
 81. WAGONER, R. H. Plastic behavior of 70/30 brass sheet. *Metallurgical Transactions A*, v. 13, n. 8, p. 1491-1500, 1982.
 82. WANG, Y.; CHEN, M.; ZHOU, F.; MA, E. High tensile ductility in a nanostructured metal. *Nature*, v. 419, n. 6910, p. 912, 2002.
 83. WANG, C.; LI, F.; LI, Q.; WANG, L. Numerical and experimental studies of pure copper processed by a new severe plastic deformation method. *Materials Science and Engineering: A*, v. 548, p. 19-26, 2012.
 84. WANG, Y. L.; LAPOVOK, R.; WANG, J. T.; QI, Y. S.; ESTRIN, Y. Thermal behavior of copper processed by ECAP with and without back pressure. *Materials Science and Engineering: A*, v. 628, p. 21-29, 2015.
 85. WILLIAMSON, G. K.; SMALLMAN, R. E. III. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray debye-scherrer spectrum. *Philosophical Magazine*, v. 1, n. 1, p. 34-46, 1956.
 86. XU, X.; ZHANG, Q.; HU, N.; HUANG, Y.; LANGDON, T. G. Using an Al-Cu binary alloy to compare processing by multi-axial compression and high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*, v. 588, p. 280-287, 2013
 87. ZHILYAEV, A. P.; LANGDON, T. G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Progress in Materials Science*, v. 53, n. 6, p. 893-979, 2008.
 88. ZHU, Q.; LI, L.; BAN, C.; ZHAO, Z.; ZUO, Y.; CUI, J. Structure uniformity and limits of grain refinement of high purity aluminum during multi-directional forging process at room temperature. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 24, n. 5, p. 1301-1306, 2014.