

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

Tese de Doutorado

“Ultra-refino de grão através de deformação  
plástica severa por ensaios de torção:  
simulação do processo ARB”

Autor: Welbert Ribeiro Calado  
Orientador: Prof. Ronaldo Antônio Neves Marques Barbosa  
Maio / 2012

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

Welbert Ribeiro Calado

ULTRA-REFINO DE GRÃO ATRAVÉS DE DEFORMAÇÃO PLÁSTICA  
SEVERA POR ENSAIOS DE TORÇÃO: SIMULAÇÃO DO PROCESSO ARB

Tese de doutorado apresentada ao colegiado didático do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais como pré-requisito parcial para a obtenção do título de doutor.

Área de Concentração: Metalurgia Física  
Linha de Pesquisa: Transformação Mecânica  
Orientador: Prof. Ronaldo Antônio Neves Marques Barbosa

Belo Horizonte  
Escola de Engenharia da UFMG

2012

Ao meu pai, Antônio Vicente Calado,  
e minha mãe, Maria dos Anjos Ribeiro Calado,  
que sempre me apoiaram e tiveram orgulho  
e fé em silêncio, sem nem mesmo  
entender o que eu faço.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço a todos que contribuíram para a concretização dessa tese, de forma direta ou indireta, pois foram muitas as pessoas que passaram por minha vida nesses quatro anos de estudos e cada uma delas de alguma forma deixou alguma contribuição.

Agradeço especialmente o Prof. Ronaldo Barbosa, meu orientador, que sempre me cobrou resultados nos momentos necessários, me elogiou nos momentos merecidos, me aconselhou nas horas de indecisão e me compreendeu nos momentos difíceis.

Agradeço a empresa Nuclebrás Equipamentos Pesados pelos dias de trabalho concedidos para me dedicar ao doutorado, em especial ao Engenheiro José Renato A. Cortes, por cobrir a minha ausência quando necessário e pela compreensão e amizade e a Engenheira Patrícia Apicelo de S. Pereira, companheira de trabalho e amiga, pelo incentivo e apoio nos últimos meses do doutorado.

Agradeço ao CNPq pelo financiamento concedido na forma de bolsa de estudo e taxa de bancada.

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS .....</b>	<b>ix</b>
<b>LISTA DE TABELAS .....</b>	<b>xix</b>
<b>LISTA DE NOTAÇÕES .....</b>	<b>xx</b>
<b>RESUMO .....</b>	<b>xxii</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>xxiv</b>
<b>CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
<b>CAPÍTULO 2: OBJETIVOS .....</b>	<b>4</b>
<b>CAPÍTULO 3: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>5</b>
3.1 - Metais de Grão Ultrafino .....	5
3.1.1 - Revisão dos Conceitos Elementares do Endurecimento por Refino de Grão .....	5
3.1.1.1 - Mecanismos de Endurecimento dos Materiais Metálicos .....	5
3.1.1.2 - Efeito do Tamanho de Grão na Resistência e Fratura dos Metais .....	7
3.1.2 - Microestrutura .....	10
3.1.3 - Propriedades Mecânicas .....	18
3.1.3.1 - Comportamento em Tração .....	18
3.1.3.2 - Dureza .....	24
3.1.3.3 - Tenacidade a Fratura .....	25
3.2 - Processamento de Metais de Grão Ultrafino.....	27
3.2.1 - Métodos Baseados em Processamentos Termomecânicos Avançados .....	27
3.2.2 - Métodos Baseados na Deformação Plástica Severa .....	28
3.2.2.1 - <i>Equal-Channel Angular Pressing (ECAP)</i> .....	29

3.2.2.2 - <i>High Pressure Torsion (HPT)</i> .....	33
3.2.2.3 - <i>Accumulative Roll Bonding (ARB)</i> .....	36
3.3 - Refino de Grão em Aço Carbono .....	53
3.4 - Ensaio de Torção .....	69
3.4.1 - Simulação de Laminação por Ensaio de Torção .....	69
3.4.2 - Ensaio de Torção e a Produção de Metais de Grãos Ultrafinos .....	74
3.5 - Referências Bibliográficas .....	76
<b>CAPÍTULO 4: METODOLOGIA GERAL .....</b>	<b>81</b>
4.1 - Materiais .....	81
4.2 - Torção .....	82
4.2.1 - Homogeneização da Microestrutura .....	82
4.2.2 - Ensaio .....	83
4.3 - Caracterização Microestrutural .....	85
4.3.1 - Microscopia .....	85
4.3.2 - Determinação do Tamanho Médio de Grão .....	86
4.4 - Microdureza .....	87
4.5 - Referências Bibliográficas .....	87
<b>CAPÍTULO 5: SIMULAÇÃO DO PROCESSO ARB POR ENSAIOS DE TORÇÃO ...</b>	<b>88</b>
5.1 - Introdução .....	88
5.2 - Metodologia .....	89
5.3 - Resultados .....	90
5.3.1 - Ensaio de Torção .....	89
5.3.2 - Análise Microestrutural .....	92
5.4 - Discussão .....	98
5.4.1 - Comportamento em Torção .....	98
5.4.2 - Microestrutura e Mecanismos de Refino de Grão .....	98
5.4.3 - Propriedades Mecânicas .....	102
5.5 - Conclusões .....	105
5.6 - Referências Bibliográficas .....	106

**CAPÍTULO 6: EFEITO DO AUMENTO DA CONCENTRAÇÃO DE CARBONO  
NO REFINO DE GRÃO .....107**

6.1 - Introdução .....	107
6.2 - Metodologia .....	109
6.3 - Resultados .....	110
6.3.1 - Ensaio de Torção .....	110
6.3.2 - Análise Microestrutural .....	111
6.4 - Discussão .....	116
6.4.1 - Comportamento em Torção .....	116
6.4.2 - Microestrutura e Mecanismos de Refino de Grão .....	117
6.4.3 - Propriedades Mecânicas .....	121
6.5 - Conclusões .....	123
6.6 - Referências Bibliográficas .....	124

**CAPÍTULO 7: DEFORMAÇÃO CRÍTICA PARA FORMAÇÃO DE GRÃOS  
ULTRAFINOS, TAMANHO MÍNIMO DE GRÃO E SATURAÇÃO DAS  
PROPRIEDADES MECÂNICAS .....129**

7.1 - Introdução .....	129
7.2 - Metodologia .....	131
7.3 - Resultados .....	134
7.4 - Discussão .....	139
7.4.1 - Efeito da concentração de carbono na deformação crítica .....	146
7.5 - Conclusões .....	149
7.6 - Referências .....	150

**CAPÍTULO 8: EFEITO DA TEMPERATURA DE DEFORMAÇÃO NO REFINO DE  
GRÃO .....158**

8.1 - Introdução .....	158
8.2 - Metodologia .....	159
8.3 - Resultados .....	160
8.3.1 - Ensaio de Torção .....	160
8.3.2 - Análise Microestrutural .....	162

8.3.3 - Propriedades Mecânicas .....	169
8.4 - Discussão .....	171
8.4.1 - Comportamento em Torção .....	171
8.4.2 - Microestrutura e Mecanismos de Refino de Grão .....	179
8.4.3 - Propriedades Mecânicas .....	182
8.5 - Conclusões .....	183
8.6 - Referências Bibliográficas .....	184
<b>CAPÍTULO 9: REFINO DE GRÃO EM UM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO</b> .....	<b>188</b>
9.1 - Introdução .....	188
9.2 - Metodologia .....	191
9.3 - Resultados e discussão .....	193
9.3.1 - Curvas tensão-deformação .....	193
9.3.2 - Microestrutura .....	195
9.3.3 - Propriedades Mecânicas .....	201
9.4 - Conclusões .....	202
9.5 - Referências Bibliográficas .....	203
<b>CAPÍTULO 10: CONCLUSÕES FINAIS</b> .....	<b>207</b>
<b>CAPÍTULO 11: CONTRIBUIÇÕES ORIGINAIS AO CONHECIMENTO</b> .....	<b>210</b>
<b>CAPÍTULO 12: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	<b>211</b>
<b>CAPÍTULO 13: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS GERAL</b> .....	<b>212</b>

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 3.1	Mudanças na temperatura de transição dúctil-frágil (TTDF) produzidas por um aumento de 15MPa na resistência de um aço baixo carbono através de vários mecanismos de endurecimento (KRAUSS, 2005) .....10
FIGURA 3.2	Imagens de MET de um aço IF processado por ARB em 5 ciclos a 500°C e recozido a 400° (a), 500°C (b), 600°C (c), 625°C (d), 650°C (e) e 700°C (f) (TSUJI <i>et al.</i> , 2002).....12
FIGURA 3.3	Estrutura de deslocamentos e partículas de cementita na matriz ferrítica de aço carbono processado por compressão plana ( $\epsilon = 1,6$ ) e recozimento após processamento. (a) Aço 2C (0,74% Mn); (b) Aço 2CMn (1,52% Mn) (SONG <i>et al.</i> , 2005 (A)).....13
FIGURA 3.4	Mapas de contorno de grão obtidos através de análises de EBSP para um aço IF processado por ARB em 7 ciclos a 500°C (a) e recozimento a 500 °C (b), 600 °C (c), 625 °C (d) e 650°C (e) (TSUJI <i>et al.</i> , 2008) .....14
FIGURA 3.5:	Imagem de EBSD de um aço 0,2%C-Mn após deformação plástica severa a 550°C e recozimento por 2 horas a 700°C (SONG <i>et al.</i> , 2005 (B)) .....15
FIGURA 3.6:	Mapas de EBSD mostrando a evolução dos contornos de grão de baixo ângulo (linhas coloridas) e contornos de grão de alto ângulo (linhas escuras) com a deformação plástica acumulada a 790°C por ensaios de torção (ABDOLLAH e EGHBALI, 2007) .....16
FIGURA 3.7:	Imagens de MEV de aço baixo carbono duplex laminado a frio e recozido a 620 (a) e 655°C (b) por 120s (OKITSU <i>et al.</i> , 2009) .....17

FIGURA 3.8:	Imagens de MFA de um aço IF processado por ARB após primeiro, segundo e terceiro ciclos a 500°C (COSTA <i>et al.</i> , 2005) .....17
FIGURA 3.9:	Curvas tensão-deformação de engenharia para o aço IF processado por ARB em vários ciclos a 500°C (TSUJI <i>et al.</i> , 2008) .....19
FIGURA 3.10:	Curvas tensão-deformação verdadeira para alumínio puro processado por ARB em seis ciclos a 200°C e recozimento após refino de grão a 100, 150, 200, 225, 250 e 300 °C (TSUJI <i>et al.</i> , 2002).
FIGURA 3.11:	Efeito do tamanho de grão nas curvas tensão-deformação de um aço 0,15%C-Mn a varias taxas de deformação (TSUCHIDA <i>et al.</i> , 2008) .....21
FIGURA 3.12:	Critério de Considère para o início do escoamento plástico descontínuo considerando uma taxa de deformação constante. AC: aço carbono convencional; AGU: aço carbono de grão ultrafino (diagrama adaptado de DIETER, 1986) .....22
FIGURA 3.13:	Dependência do limite de escoamento e limite de resistência com o tamanho médio de grão ( $\bar{d}$ ) para alumínio puro (a) e aço IF (b) (TSUJI <i>et al.</i> , 2002) .....23
FIGURA 3.14:	Correspondência entre a dureza e o tamanho de grão através da equação de Hall-Petch (COSTA <i>et al.</i> , 2005) .....24
FIGURA 3.15:	Evolução da dureza Vickers de um aço IF com o número de camada após cada ciclo de processamento por ARB (KRALLICS e LENARD, 2004) .....25
FIGURA 3.16:	Dependência da energia absorvida em ensaio de impacto Charpy com a temperatura de ensaio para um aço carbono-manganês com diferentes tamanho de grão (SONG <i>et al.</i> , 2005 (C)) .....26

FIGURA 3.17:	Desenho esquemático da construção de uma matriz para processamento por ECAP .....	31
FIGURA 3.18:	Curvas tensão-deformação de um aço carbono processado por ECAP em diversas subrotas (FUKUDA <i>et al.</i> , 2002).....	33
FIGURA 3.19:	Desenho esquemático da construção do dispositivo para processamento por HPT .....	34
FIGURA 3.20:	Esquema do processamento empregado por IVANISENKO <i>et al.</i> (2003) .....	35
FIGURA 3.21:	Ilustração esquemática do processo <i>Accumulative Roll Bonding</i> .....	37
FIGURA 3.22:	Diagrama esquemático do corpo de prova utilizado para estimar a força de soldagem entre tiras de aço IF (KRALLICS e LENARD, 2004) .....	38
FIGURA 3.23:	Distribuição de tensão de cisalhamento (a) e tamanho de grão (b) em alumínio puro processado por ARB em quatro ciclos (LEE <i>et al.</i> , 2002).....	41
FIGURA 3.24:	Curvas tensão-deformação para aço IF em função do tamanho médio de grão (TSUJI <i>et al.</i> , 2002) .....	43
FIGURA 3.25:	Ilustração mostrando a evolução do perfil do tamanho de grão (a) e da tensão de cisalhamento (b) ao longo da espessura da tira de aço IF durante o processamento ARB (COSTA <i>et al.</i> , 2005) .....	46
FIGURA 3.26:	Perfil de dureza e tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ ) ao longo da espessura de uma tira de aço IF após três ciclos de ARB (COSTA <i>et al.</i> , 2005) .....	47

- FIGURA 3.27: Mapas de desorientação obtidos através de medidas de EBSP de alumínio puro processado por ARB em seis ciclos a temperatura ambiente. (a) centro, (b)  $\frac{1}{4}$  da espessura e (c) superfície (LI *et al.*, 2006) .....48
- FIGURA 3.28: Mapas de desorientação obtidos através de medidas de EBSP de aço inoxidável austenítico processado por ARB em seis ciclos a 500°C. (a) centro, (b)  $\frac{1}{4}$  da espessura e (c) superfície (LI *et al.*, 2006) .....49
- FIGURA 3.29: Mapas de desorientação obtidos através de medidas de EBSP de aço IF processado por ARB em seis ciclos a 500°C. (a) centro, (b)  $\frac{1}{4}$  da espessura e (c) superfície (LI *et al.*, 2006) .....49
- FIGURA 3.30: Mapas de desorientação obtidos através de medidas de EBSP de cobre puro processado por ARB em seis ciclos a temperatura ambiente. (a) centro, (b)  $\frac{1}{4}$  da espessura e (c) superfície (LI *et al.*, 2006) .....50
- FIGURA 3.31: Ilustração esquemática de rotas de processamento aplicadas por SONG *et al.* (2005) (B); (a) rota convencional; (b) rota para produzir grão ultrafino; (c) rota para investigar evolução microestrutural durante a deformação; (d) rota de recozimento a temperatura elevada após deformação. ( $T_{rh}$ : temperatura de reaquecimento,  $A_{r3}$ : temperatura de transformação austenita-ferrita,  $P_f$ : temperatura final de transformação perlítica) .....54
- FIGURA 3.32: Evolução microestrutural do aço carbono durante a deformação e recozimento a 550°C. (a) microestrutura inicial; (b) microestrutura após dois passes de deformação; (c) microestrutura após quatro passes de deformação; (d) microestrutura após quatro passes de deformação e recozimento por 2 horas a 550°C, imagens de MEV (SONG *et al.*, 2005 (B)) .....56

FIGURA 3.33:	SEM imagens para aço carbono com diferentes tamanhos de grão. (a) 0,7 $\mu\text{m}$ ; (b) 1,8 $\mu\text{m}$ ; (c) 3,2 $\mu\text{m}$ ; (d) 13.6 $\mu\text{m}$ (TSUCHIDA <i>et al.</i> , 2008) .....56
FIGURA 3.34:	SEM micrografias da seção transversal de corpos de provas como laminados e recozidos (ZAHO <i>et al.</i> , 2007) .....57
FIGURA 3.35:	Desenho esquemático e imagens de MEV da evolução microestrutural durante a deformação plana de aço carbono (SONG <i>et al.</i> , 2005 (B)) .....59
FIGURA 3.36:	Tamanho médio de grão ferrítico para regiões de alta concentração de partículas de cementita ( $d_H$ ) e regiões de baixa concentração ( $d_N$ ) (ZAHO <i>et al.</i> , 2007).....61
FIGURA 3.37:	Comparação da curva tensão-deformação de engenharia para um aço carbono com diferentes tamanhos de grão (SONG <i>et al.</i> , 2005 (C)) .....62
FIGURA 3.38:	Correlação das características de contorno de grão com a deformação acumulada para um aço 0,16%C-Mn (NARAYANA <i>et al.</i> , 2008) .....65
FIGURA 3.39:	Curvas tensão-deformação de engenharia para aços carbono a diversas concentrações (a); Curvas tensão-deformação verdadeiras e taxa de encruamento ( $d\sigma/d\varepsilon$ ) a diversas concentrações de carbono (b) (NARAYANA <i>et al.</i> , 2008) .....66
FIGURA 3.40:	Mudança na taxa de encruamento ( $d\sigma/d\varepsilon$ ) e na tensão verdadeira em função da deformação verdadeira para aços com 0,15, 0,20 e 0,30% C (SONG <i>et al.</i> , 2005 (E)) .....67

FIGURA 3.41:	Curvas tensão-deformação para um aço carbono microligado ao nióbio obtidas de ensaios de torção a 1000 <sup>0</sup> C e taxa de deformação de 0,5s <sup>-1</sup> (CHO <i>et al.</i> , 2001) .....71
FIGURA 3.42:	Efeito da taxa de deformação na fração amaciada de um aço carbono microligado ao nióbio a 950 <sup>0</sup> C (CHO <i>et al.</i> , 2001) .....72
FIGURA 3.43:	Curvas tensão-deformação para um aço carbono microligado ao nióbio obtidas por ensaios de torção. (a) em função da taxa de deformação a 950 <sup>0</sup> C; (b) em função da temperatura a uma taxa de deformação constante de 1s <sup>-1</sup> (CHO <i>et al.</i> , 2001) .....73
FIGURA 4.1:	Desenho de engenharia do corpo de prova utilizado nos ensaios de torção (dimensões em mm) .....83
FIGURA 4.2:	Diagrama esquemático da programação dos ensaios .....84
FIGURA 5.1:	Curvas tensão deformação logarítmica para o aço SAE 1010 ensaiado por torção a 500 <sup>0</sup> C e taxa de deformação de 10 <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup> .....91
FIGURA 5.2:	Comparação das curvas tensão-deformação para o aço 1010 deformado até fratura no estado recozido e após simulação de ARB em 4 passes de torção a 500 <sup>0</sup> C, deformação total de 4 e taxa de deformação de 10 <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup> na temperatura ambiente .....92
FIGURA 5.3:	Microscopia óptica do aço 1010. (a) como recozido; (b) após ensaios de torção a 500 <sup>0</sup> C, $\epsilon_{total} = 4,0$ .....93
FIGURA 5.4:	Microscopia eletrônica de varredura do aço 1010 após ensaios de torção a 500 <sup>0</sup> C, $\epsilon_{total} = 4,0$ . (a) aumento de 3000x; (b) aumento 7.500x .....94

FIGURA 5.5:	Evolução microestrutural com o grau de deformação a 500°C e taxa de deformação de $10^{-1}\text{s}^{-1}$ . (a) $\varepsilon = 0,8$ ; (b) $\varepsilon = 1,6$ ; (c) $\varepsilon = 5,6$ .....96
FIGURA 5.6:	Evolução do tamanho médio de grão ferrítico para o aço 1010 com o grau de deformação em ensaio de torção a taxa de $10^{-1}\text{s}^{-1}$ a 500°C .....97
FIGURA 5.7:	Comparação da microestrutura do aço 1010 após simulação de ARB (MO) (a) e do aço 0,14%C-Mn processado por TSUJI <i>et al.</i> (2008) em seis ciclos de ARB (MET) (b) .....99
FIGURA 5.8:	Comparação da microestrutura do aço 1010 após simulação de ARB (MEV) (a) e do aço IF processado por LI <i>et al.</i> (2006) em seis ciclos de ARB (EBSP) (b) .....100
FIGURA 5.9:	Evolução da microdureza do aço 1010 com o grau de deformação plástica para cp's ensaiados a 500°C .....103
FIGURA 5.10:	Modelamento da microdureza do aço 1010 em função do tamanho médio de grão ferrítico utilizando a equação de Hall-Petch .....105
FIGURA 6.1:	Curvas tensão-deformação equivalente para o aço 1010 e aço 1045 ensaiados a 500°C e taxa de deformação de $10^{-1}\text{s}^{-1}$ .....111
FIGURA 6.2:	Microscopia óptica do aço 1010 e aço 1045 no estado recozido (a) e (b) e após ensaios de torção a 500°C (c) e (d), respectivamente .....112
FIGURA 6.3:	Evolução microestrutural do aço 1045 (a), (c) e (e) e aço 1010 (b), (d) e (f) com a deformação acumulada nos ensaios de torção a 500°C, imagens de MEV .....113

FIGURA 6.4:	Comportamento do tamanho médio de grão ferrítico do aço 1010 e aço 1045 com o aumento da deformação equivalente acumulada .....114
FIGURA 6.5:	Varição da dureza Vickers do aço 1010 e aço 1045 com a deformação equivalente acumulada .....115
FIGURA 6.6:	Curva tensão-deformação para o aço 1010 e aço 1045 ensaiados por torção a 500°C, deformação acumulada de 1,6 .....117
FIGURA 7.1:	Ilustração esquemática das rotas de processamentos utilizadas .....134
FIGURA 7.2:	Curvas tensão deformação de amostras testadas em torção na temperatura de 500 °C e deformação total de 4,0 .....135
FIGURA 7.3:	Imagens de MO (a) e MEV (b) para uma amostra na condição como recozida ( $\epsilon_{total} = 0$ ), e após 2 passes de torção, ( $\epsilon_{total} = 1,6$ ), respectivamente .....136
FIGURA 7.4:	(a) Dependência do tamanho médio de grão ferrítico com a deformação acumulada. (b) Efeito do tamanho de grão ferrítico na microdureza Vickers .....138
FIGURA 7.5:	Curva empírica de limite de escoamento (LE) e limite de resistência (LR) utilizando as equações de PAVLINA e TYNE <sup>56</sup> e YAVUZ e TEKKAYA <sup>57</sup> .....139
FIGURA 7.6:	Tamanho médio de grão em função da deformação equivalente acumulada para diversos metais e condições processamentos .....141

FIGURA 7.7:	Evolução do tamanho médio de grão ferrítico com a deformação total acumulada para o aço 1010 e aço 1045 .....147
FIGURA 8.1:	Evolução das curvas tensão-deformação para o aço 1010 (a) e aço 1045 (b) ensaiados a 500, 550, 600, 650 e 700°C, taxa de deformação constante de $10^{-1}\text{s}^{-1}$ e deformação equivalente acumulada de 4,0 .....161
FIGURA 8.2:	Microscopia óptica do aço 1010 na condição de recozido (a) e ensaiado por torção à 500°C (b), 550°C (c), 600°C (d), 650°C (e) e 700°C (f) .....163
FIGURA 8.3:	Microscopia óptica do aço 1045 na condição de recozido (a) e ensaiado por torção à 500°C (b), 550°C (c), 600°C (d), 650°C (e) e 700°C (f) .....164
FIGURA 8.4:	Imagens de MEV do aço 1010 ensaiado por torção à 500°C (a), 550°C (b), 600°C (c), 650°C (d) e 700°C (e) .....166
FIGURA 8.5:	Imagens de MEV do aço 1045 ensaiado por torção à 500°C (a), 550°C (b), 600°C (c), 650°C (d) e 700°C (e) .....167
FIGURA 8.6:	Tamanho médio de grão ferrítico do aço 1010 e aço 1045 em função da temperatura de deformação .....169
FIGURA 8.7:	Dureza Vickers do aço 1010 e aço 1045 em função da temperatura de deformação .....170
FIGURA 8.8:	Gráfico tridimensional da variação do tamanho médio de grão ferrítico do aço 1010 (a) e aço 1045 (b) em função da temperatura de deformação .....170

FIGURA 8.9:	Curvas tensão-deformação para o aço 1010 (a) e aço 1045 (b) deformados em dois passes de torção e para o aço 1010 no estado recozido (c) deformado a temperatura ambiente até ruptura .....177
FIGURA 8.10:	Variação do tamanho de grão ferrítico com a temperatura de recozimento (1 hora de recozimento estático) de um aço baixo carbono processado por ECAP com uma deformação equivalente acumulada de 4 (PARK <i>et al.</i> , 2000) .....182
FIGURA 9.1:	Curvas tensão-deformação para o aço 304 deformado nas temperaturas de 500, 600 e 700°C (a) e curva tensão-deformação construída a partir dos dados correspondentes a temperatura de 500°C (b), taxa de deformação de $10^{-1}s^{-1}$ .....194
FIGURA 9.2:	Microscopia óptica do aço 304 como recebido (a) e após ensaios de torção a 500° (b), 550°C (c), 600°C (d), 650°C (e) e 700° (f) .....195
FIGURA 9.3:	Imagem de sonda EBSD do aço 304 após ensaios de torção a 500°C. Contornos de grãos de baixo ângulo traços claros, contornos de grãos de alto ângulo traços escuros .....200
FIGURA 9.4:	Distribuição de desorientação de grãos no aço 304 após ensaios de torção a 500°C .....201
FIGURA 9.5:	Variação da dureza Vickers do aço 304 em função da temperatura de deformação .....202

## LISTA DE TABELAS

TABELA 3.1:	Propriedades mecânicas de materiais metálicos distintos processados através de ARB (SAITO <i>et al.</i> , 1999) .....39
TABELA 3.2:	Principais resultados obtidos por LI <i>et al.</i> (2006) .....51
TABELA 3.3:	Principais resultados obtidos por SONG <i>et al.</i> (2005), valores aproximados .....57
TABELA 3.4:	Resultados típicos de ensaio de torção fornecidos por máquinas por software .....70
TABELA 4.1:	Composição química especificada por norma dos aços estudados (SAE INTERNATIONAL, 2001) .....81
TABELA 6.1:	Composição química (porcentagem em massa) do aço 1010 e aço 1045 .....109
TABELA 7.1:	Deformação de saturamento ( $\epsilon_s$ ) do tamanho médio de grão para diversos metais e diferentes rotas de processamento. $\Delta\epsilon$ é a deformação aplicada por passe, $\epsilon_\Delta$ é a taxa de deformação e $T_p$ é a temperatura de processamento .....142

## LISTA DE NOTAÇÕES

AC: aço carbono convencional

AC<sub>1</sub>: temperatura de transformação ferrita-austenita no aquecimento fora de equilíbrio

AGU: aço carbono de grão ultrafino

ARB: *Accumulative Roll Bonding*

A<sub>t</sub>: alongamento total

CCC: estrutura cristalina cúbica de corpo centrado

CFC: estrutura cristalina cúbica de face centrada

CGAA: fração de contornos de alto ângulo

d: tamanho médio de grão

d<sub>N</sub>: tamanho médio de grão

d<sub>α</sub>: tamanho médio de grão

EBSP/EBSD: *electron back-scattering pattern/diffraction*

ECAP: *Equal Channel Angular Pressing*

FE-SEM/EBSP: *electron back-scattering pattern analysis in a field-emission type scanning electron microscope*

HPT: *High Pressure Torsion*.

IF: aço livre de elementos intersticiais, *interstitial free*

k: parâmetro que mede a eficiência do contorno de grão como obstáculo ao movimento de deslocações

MEV: microscopia eletrônica de varredura

MFA: microscopia de força atômica

MO: microscopia óptica

PTA: processamento termomecânico avançado

SPD: *Severe Plastic Deformation*

TTDF: temperatura de transição dúctil-frágil

$\phi$ : ângulo de interseção formado pelos canais do molde utilizado no processo *Equal*

*Channel Angular Pressing*

$\varepsilon$ : deformação verdadeira

$\varepsilon_c$ : deformação crítica para formação de grãos ultra-finos

$\varepsilon_s$ : deformação de saturamento do tamanho médio de grão

$\varepsilon_N$ : deformação equivalente acumulada após N passes de processamento no  
processo *Equal Channel Angular Pressing*

$\sigma_0$ : a tensão de fricção da rede cristalina

$\sigma_R$ : limite de resistência

$\sigma$ : limite de escoamento, tensão de fluxo plástico

$\psi$ : raio da curvatura formada pelos canais do molde utilizado no processo *Equal*

*Channel Angular Pressing*

## RESUMO

A presente tese teve como objetivo inicial simular o processo de produção de metais de grãos ultra-finos através da deformação plástica severa, mais especificamente o processo *Acumulative Roll-Bonding* (ARB). Essa simulação foi realizada através de ensaios de torção a morno, utilizando os parâmetros típicos do processamento ARB. Foram estudados dois aços carbono convencionais utilizados em aplicações gerais, o aço SAE-1010 e SAE-1045 e um aço inoxidável austenítico do tipo AISI-304. A simulação do processo ARB foi realizada na temperatura de 500°C, aplicando uma deformação equivalente total de 4,0, com incremento de 0,8 por passe e taxa de deformação constante de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ . Também foi analisado o efeito da temperatura de deformação no refino de grão, para esse fim foram realizados ensaios nas temperaturas de 550, 600, 650 e 700°C. Os ensaios de torção demonstraram ser eficientes ferramentas na simulação do processo ARB nos três aços estudados, após processamento foi alcançado um tamanho médio de grão mínimo inferior a 400nm para o aço com maior teor de carbono. Juntamente com a redução do tamanho médio de grão houve um aumento considerável da dureza, que em parte pode ser atribuído ao encruamento e em maior parte pode ser atribuída ao refino de grão. Há evidências de que os aços carbono estudados podem apresentar ductilidade satisfatória depois de avaliados em ensaios de tração e em aplicações práticas. O refino de grão nos três aços é devido à recristalização dinâmica contínua, que em parte é possível através do mecanismo de recuperação dinâmica. O aumento da concentração de carbono demonstra ter um efeito benéfico no refino de grão, o aço com maior concentração apresentou menor tamanho médio de grão e maior dureza. Partículas de cementita fragmentadas são formadas durante a deformação, e atuam aumentando a densidade de deslocamentos geometricamente necessárias e restringem a mobilidade dos grãos recristalizados continuamente. O tamanho médio de grão dos aços reduziu continuamente com a elevação da temperatura de deformação, essa redução foi menos acentuada no aço SAE-1045. Uma maior concentração de partículas de cementita também parece contribuir para maior estabilidade dos grãos em maiores temperaturas de processamento. Existe uma deformação crítica a partir da qual ocorre refino de grão, essa deformação é menor no aço com maior concentração de carbono. Existe também uma deformação a partir da qual deixa de ocorrer refino de grão, deformação de saturação, onde o tamanho médio de grão atinge um valor estacionário, ou seja, não ocorre mais refino de grão. Parece haver também saturação

das propriedades mecânicas quando uma determinada deformação é atingida. Os dados experimentais são razoavelmente modelados pelo modelo de Kocks-Mecking. Os ensaios de torção a morno, aplicando deformação plástica severa, além de se mostrarem eficientes na simulação do processo ARB também demonstraram ser uma nova e promissora ferramenta no estudo dos metais de grãos ultra-finos. A torção severa pode ser aplicada no estudo de outros metais e ligas que apresentem dificuldade de processamento em laminadores de bancada, ela proporciona um controle preciso de temperatura, da velocidade de deformação, do intervalo interpasses bem como é relativamente acessível.

## ABSTRACT

The initial objective of this thesis was simulate the production of ultra-fine grained metals by means of severe plastic deformation processes, specifically the Accumulative Roll-Bonding process (ARB). This simulation was performed by means of warm torsion tests, using the typical parameters of the ARB process. Were studied two plain carbon steels used in general applications, the SAE-1010 and SAE-1045, and an 304 austenitic stainless steel. The ARB process simulation was carried out at a 500°C, using a total equivalent strain of 4.0, with increment of 0.8 per pass and constant strain rate of  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ . Were also analyzed the effect of deformation temperature on grain refining, for this purpose tests were carried out at 550, 600, 650 and 700°C. The torsion tests are shown to be effective in the ARB process simulation in the three studied steels. After processing a minimum average grain size less than 400nm was achieved for steel with higher carbon content. Significant increase in hardness was also observed, which may be in part attributed to the work hardening and in most part to grain refinement. There is evidence that carbon steels studied here can provide satisfactory ductility in tensile tests and in practical applications. The grain refinement in the three studied steels is due to continuous dynamic recrystallization, assisted in parts by dynamic recovery. The increasing in carbon concentration demonstrates a beneficial effect on the grain refinement, steel with the highest concentration had a lower average grain size and higher hardness. Fragmented cementite particles are formed during deformation and act increasing the density of geometrically necessary dislocations and reducing the mobility of recrystallized grains. The average grain size of steels decreased continuously with the increase in deformation temperature, this reduction was less pronounced in the SAE-1045 steel. A higher concentration of cementite particles also seems to contribute to greater stability of the grains at higher processing temperatures. There is a critical strain at which occurs grain refinement, this deformation is smaller in the steel with higher carbon concentration. There is also a strain from which grain refinement was stopped, saturation strain, where the average grain size reached a steady state value, there is no more grain refinement. It also occurs saturations of mechanical properties when a certain strain is reached. The experimental data are reasonably modeled by the Kocks-Mecking model. The warm torsion tests prove to be an effective tool in simulating the ARB process, also proved to be a promising new tool in the study of ultra-fine grained metals by means of severe plastic deformation.

The severe torsion can be applied to the study of other metals and alloys that have difficulty to be processed in mill laboratories: it provide a better temperature control, better control of speed deformation, precision interpass time control and is a testing relatively accessible.

## CAPÍTULO 1

### INTRODUÇÃO

Os metais e ligas metálicas são os materiais de engenharia mais amplamente utilizados pelas indústrias para a produção de bens de consumo duráveis e não duráveis. O que os torna tão competitivos frente a outras classes de materiais é a possibilidade de produção de algumas centenas de milhões de toneladas anuais a um custo de produção relativamente baixo e a sua elevada resistência aliada a propriedades mecânicas fundamentais, como a ductilidade e tenacidade, adequadas para aplicações de engenharia.

Um dos grandes desafios dos metalurgistas consiste em aumentar a resistência mecânica dos materiais metálicos, principalmente dos aços, que perde na relação resistência/peso para metais como alumínio, titânio e para materiais compósitos e poliméricos. Há diversos mecanismos de endurecimento de metais e ligas metálicas, contudo, dentre todos, o refino de grão é o único método capaz de aumentar tanto a resistência mecânica quanto a tenacidade a fratura simultaneamente.

Dessa forma, aços carbono convencionais, endurecidos por refino de grão, tem grande potencial para substituir os aços carbono de alta resistência e baixa liga, que tem maior custo industrial por serem microligados e necessitarem de processos de laminação controlada.

Nós últimos anos vem sendo estudados e desenvolvidos inúmeros métodos para obtenção de aços de grão ultrafino em escala laboratorial, muitos desses métodos são promissores para futuras aplicações na indústria.

O termo grão ultrafino é geralmente empregado para tamanho médio de grãos compreendidos na faixa de 1 a 2 $\mu$ m, o termo grão submicrométrico se refere a grãos situados entre 100 e 1000nm e o termo grão nanométrico se refere a grãos com diâmetro médio inferiores a 100nm.

Os métodos para a produção metais de grãos ultrafinos, submicrométricos e nanométricos em escala de laboratório se dividem em dois grandes grupos: os métodos baseados na deformação plástica severa (*Severe Plastic Deformation* – SPD) e os métodos baseados em tratamentos termomecânicos avançados.

As técnicas de deformação plástica severa objetivam produzir metais de grãos ultrafinos com tamanho médio de grão situado na região submicrométrica através da aplicação de elevadas deformações plásticas. As principais técnicas de SPD são *Equal Channel Angular Pressing* (ECAP), *Accumulative Roll Bonding* (ARB) e *High Pressure Torsion* (HPT). A deformação logarítmica acumulada necessária para se obter grãos em escala submicrométrica através das técnicas de SPD são da ordem de 4 utilizando ECAP e da ordem de 5 a 6 utilizando o processo ARB.

Os tratamentos termomecânicos avançados aliam estratégias de laminação e controle preciso de temperatura para se obter o refino de grão. Transformação da ferrita induzida por deformação plástica, recristalização dinâmica da austenita durante a deformação a quente e subsequente resfriamento e laminação a quente na região intercrítica são algumas das estratégias utilizadas nessas técnicas.

Comparativamente aos métodos de deformação plástica severa, os tratamentos termomecânicos avançados requerem uma menor deformação verdadeira para se chegar ao refino de grão, além de possibilitar a obtenção de amostras com grandes dimensões, uma das principais limitações enfrentadas nas técnicas de SPD. Apesar dos processos de SPD necessitarem de grandes deformações plásticas acumuladas o tamanho médio de grão obtido pode chegar a 100nm, bem inferior aos valores obtidos com os tratamentos termomecânicos avançados, da ordem de 1 a 5 $\mu$ m.

Dentre as principais técnicas de SPD destaca-se o processo ARB. Esse método foi desenvolvido por SAITO *et al.* (1998) como alternativa aos demais processos de deformação plástica severa existentes na época, se diferenciando pela possibilidade de proporcionar produção em larga escala e maior flexibilidade para transposição à escala industrial. No processo ARB, inicialmente duas chapas/tiras de mesmo material metálico são seccionadas em dimensões proporcionais e tem suas superfícies

tratadas química e mecanicamente, isso para garantir um melhor contato físico, e conseqüentemente melhor soldagem, no passe de colaminação futuro. As duas chapas são sobrepostas e laminadas como em um processo convencional de colaminação. A tira obtida é novamente seccionada em duas metades iguais que são novamente tratadas superficialmente, unidas e re-colaminadas, esse processo se repete continuamente. Em cada passe é aplicada uma redução de espessura de 50%, correspondendo a aproximadamente 0,8 de deformação verdadeira.

As preocupações atuais nos estudos da produção de metais de grão ultrafino residem no melhor entendimento dos mecanismos de refino de grão e na viabilização econômica e técnica para a transposição dos procedimentos laboratoriais para a escala industrial. Nesse contexto, o processo ARB é aquele atualmente indicado como o de mais fácil transferência ao setor produtivo.

Outras questões relativas ao comportamento mecânico dos metais de grãos ultrafinos e aos mecanismos de refino de grão ainda não estão bem esclarecidas, dentre elas a queda elevada de ductilidade após o refino de grão é a que mais limita as aplicações industriais. Apesar do grande aumento de resistência mecânica e tenacidade que esses metais experimentam há uma perda acentuada de ductilidade. Antes da aplicação desses metais nas indústrias é necessário um completo entendimento dos mecanismos de refino de grão e como isso afeta a ductilidade bem como o desenvolvimento de uma metodologia que possibilite a produção eficiente e econômica desses materiais numa planta industrial.

Frente às perspectivas de importantes ganhos econômicos para um país com a possibilidade de se reduzir o peso dos automóveis, embarcações e estruturas metálicas em geral, esse trabalho tem como objetivo simular e investigar as condições de laminação apropriadas para a obtenção de metais e ligas metálicas de grão ultrafino utilizando ensaios de torção.

A tese foi estruturada em forma de capítulos independentes, especificamente, cada um dos capítulos dissertando a respeito dos resultados alcançados foi redigido com uma breve introdução, metodologia, resultados, discussão, conclusões e referências bibliográficas, buscando dar ao leitor suporte para o entendimento de cada capítulo sem a necessidade de analisar todo o texto.

## CAPÍTULO 2

### OBJETIVOS

O objetivo geral dessa tese de doutorado é simular o processo de produção de metais de grãos ultrafinos pelo processo de colaminação acumulativa (*Accumulative Roll Bonding*) utilizando ensaios de torção a morno. A eficácia dos ensaios de torção na simulação da colaminação acumulativa será corroborada através da comparação dos resultados obtidos com os resultados de diversos trabalhos publicados na literatura. Adicionalmente ao objetivo geral alguns objetivos específicos serão contemplados, dentre eles:

- Simular a colaminação acumulativa em um aço baixo carbono convencional SAE-1010 e um aço médio carbono convencional SAE-1045. Há poucos trabalhos públicos sobre o processamento de aço carbono convencionais pelo processo ARB. Acredita-se que isso é devido a limitações operacionais dos laminadores de bancada, como baixa capacidade de carga de laminação. O desenvolvimento de uma metodologia de simulação através de ensaios de torção pode contribuir para o aumento dos estudos do processamento de aços carbono;
- Simular a colaminação acumulativa em um aço inoxidável austenítico do tipo AISI 304. Da mesma forma que nos aços carbono, os trabalhos relativos ao processamento de aços inoxidáveis pelo processo ARB são escassos, novamente provavelmente devido a limitações laboratoriais;
- Estudar os mecanismos de refino de grão proporcionados pela deformação plástica severa.

## **CAPÍTULO 3**

### **REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

#### **3.1 - Metais de Grão Ultrafino**

##### **3.1.1 - Revisão dos Conceitos Elementares do Endurecimento por Refino de Grão**

###### **3.1.1.1 - Mecanismos de Endurecimento dos Materiais Metálicos**

Desde os primórdios da humanidade o homem tenta modificar a estrutura e as propriedades dos metais. Mesmo os povos mais primitivos imprimiam algum tipo de processamento térmico ou mecânico, seja através do martelamento para conformar as pontas de suas lanças de caça e machados ou através do simples aquecimento e resfriamento rápido de suas espadas, durante a fabricação, para que adquirisse melhor resistência em combate. O domínio da arte de se processar os metais sempre foi um grande diferencial na história da humanidade, impérios inteiros foram construídos e impérios inteiros foram devassados pela força dos metais. Com o advento da ciência, sistematização do conhecimento e o auxílio dos inventos tecnológicos para caracterização dos metais e ligas o homem só confirmou o que seus ancestrais já sabiam a milhares de anos mesmo sem compreender o porquê: através da sua correta manipulação é possível tirar o seu máximo proveito em serviço, e isso só é possível a partir do conhecimento da sua composição química, estrutura cristalina e história termomecânica.

O grande desafio do metalurgista moderno é utilizar os métodos de aumento da resistência mecânica dos materiais metálicos para obter o seu melhor aproveitamento nas mais diversas aplicações industriais, objetivando sempre o menor custo produtivo e a maior segurança em serviço. Os mecaninos de endurecimento dos materiais metálicos são agrupados nas seguintes principais categorias:

- Solução Sólida Substitucional e Intersticial: provocado pela presença de átomos solutos no reticulado cristalino de um metal, solvente, acarretando distorções que resultarão em campos de deformações elásticas que por sua vez irão interagir com as deslocações dificultando o seu movimento.
- Envelhecimento por precipitação: ocasionado pela presença de finas partículas de segunda fase homogeneamente dispersas na matriz metálica, agindo como obstáculo ao movimento das deslocações. A segunda fase deve ser completamente solúvel a temperaturas elevadas e ter a sua solubilidade reduzida a baixas temperaturas, de forma que após tratamento de têmpera ou tratamento termomecânico se obtenha uma solução sólida supersaturada. O aquecimento a temperatura adequada por um tempo controlado irá provocar a precipitação das partículas de segunda fase, tratamento de envelhecimento ou precipitação.
- Envelhecimento por deformação e envelhecimento dinâmico: o envelhecimento por deformação é provocado pela ação de átomos solutos intersticiais que difundem em direção as deslocações, depois de decorrido certo período do termino da deformação plástica, dificultando o seu movimento. A cinética de envelhecimento é dependente do tempo e temperatura, por depender de difusão atômica. O envelhecimento dinâmico é uma variação do envelhecimento por deformação que ocorre durante o regime de deformação plástica, se caracterizando por uma série de envelhecimentos e amaciamentos sucessivos.
- Encruamento: importante mecanismo de aumento de resistência alcançado através da deformação plástica dos metais. Para o encruamento ser efetivo o trabalho deve ser realizado abaixo da temperatura de recristalização e recuperação. A quantidade de encruamento alcançado por um determinado metal é dependente da sua estrutura cristalina e do seu grau de pureza. O ganho de resistência é atribuído ao aumento da densidade de deslocações com a deformação plástica, formando um emaranhado que restringe a sua movimentação.

- Transformação de Fases: ganho de resistência mecânica obtido com a formação de novas fases ou constituintes mais duros. Exemplo típico é a formação de martensita nos aços carbono, onde essa metafase proporciona ao aço maior resistência do que as fases e constituinte de equilíbrio, ferrita e perlita nos aços hipoeutetóides e cementita e perlita nos aços hipereutetóides.
- Endurecimento por Refino de Grão: melhoria na resistência mecânica dos materiais metálicos através da redução de seu tamanho médio de grão por meio de processamentos termomecânicos, adição de elementos de liga capazes de controlar o seu crescimento (formação de precipitados), tratamento de normalização e mais recentemente através do refino de grão por deformação plástica severa.

Esse último mecanismo será discutido em maiores detalhes por se tratar do tema principal deste trabalho, o Endurecimento por Refino de Grão.

### **3.1.1.2 - Efeito do Tamanho de Grão na Resistência e Fratura dos Metais**

A maioria dos metais de engenharia são materiais policristalinos, a menor região cristalina recebe a denominação de grão. Os grãos frequentemente não são monocristais perfeitos, na verdade eles podem ser divididos em regiões menores, subgrãos, que formam aproximadamente monocristais. Dentro de cada grão, os átomos apresentam aproximadamente a mesma orientação cristalina, sendo diferente da orientação dos átomos nos grãos adjacentes, assim os grãos possuem desorientação cristalográfica em relação aos seus vizinhos. Os grãos são regiões de alta energia superficial, sendo formados por um arranjo irregular de deslocamentos.

Os contornos de grãos são considerados defeitos cristalinos, e, devido a sua alta energia associada eles formam caminhos preferências para a difusão atômica. Assim, a temperaturas elevadas, a fratura nos metais ocorre através dos contornos de grão, que se tornam “mais fracos” do que o seu interior. O tamanho médio de grão de cada material é função do tipo de aplicação a que se destina.

Tão importante quanto os grãos que possuem grande desorientação entre si (contornos de grãos de alto ângulo) são os grãos que possuem uma pequena desorientação (subgrãos ou contornos de grãos de baixo ângulo), pois eles também têm influência importante na resistência mecânica dos materiais policristalinos. Devido a sua pequena desorientação, os contornos de grãos de baixo ângulo possuem menor energia do que os contornos de alto ângulo, sendo mais difíceis de serem revelados através de ataques químicos. A sua detecção através de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura é bastante limitada. Na verdade, os átomos dentro de um grão não possuem estritamente a mesma orientação cristalográfica, se há a presença de subcontornos os átomos irão apresentar uma pequena diferença de orientação entre os subcontornos adjacentes.

O efeito do tamanho de grão na resistência mecânica e fratura dos metais foi primeiro descrito independentemente por Hall (1951) e Petch (1953) por meio de uma equação matemática que tradicionalmente ficou conhecida como a equação de Hall-Petch, Equação 3.1.

$$\sigma = \sigma_0 + kd^{-\frac{1}{2}} \quad \text{Eq. 3.1}$$

onde  $\sigma$  é a tensão de fluxo plástico,  $d$  o tamanho médio de grão,  $k$  um parâmetro que mede a eficiência do contorno de grão como obstáculo ao movimento de deslocações e  $\sigma_0$  a tensão de fricção da rede, representando o esforço necessário para mover deslocações livres ao longo dos planos de escorregamento nos reticulados cristalinos. Várias teorias foram criadas para explicar o efeito do tamanho de grão na resistência a deformação plástica dos materiais policristalinos. A teoria mais difundida afirma que maiores tamanhos de grãos permitem maior concentração de deslocações nos seus contornos, essas deslocações imprimem elevadas tensões nos grãos vizinhos, possibilitando o movimento de novas deslocações e assim sendo necessária uma menor tensão atuante para se deformar o material.

Além de influenciar na resistência a deformação plástica dos materiais policristalinos o tamanho médio de grão também possui importante fator na resistência a fratura frágil dos materiais metálicos, pois eles atuam como obstáculo a propagação de trincas.

Tamanhos de grãos reduzidos também aumentam a tensão de fratura frágil e reduzem a temperatura de transição dúctil-frágil.

O refino de grão é o único mecanismo de endurecimento dos materiais metálicos que é capaz de aumentar tanto a resistência mecânica como a tenacidade simultaneamente. A FIGURA 3.1 mostra as mudanças provocadas na temperatura de transição dúctil-frágil (TTDF) produzidas por um aumento de 15MPa no limite de escoamento de um aço baixo teor de carbono através de vários mecanismos de endurecimento. O endurecimento por encruamento e precipitação provocam um aumento na TTDF de +6 e +4°C, respectivamente. O endurecimento por transformação de fase, 20% de perlita, provoca um aumento indefinido na TTDF. O endurecimento por refino de grão é o único mecanismo que reduz a TTDF, -10°C.

Essa característica do refino de grão proporcionar simultaneamente o aumento da resistência mecânica e da tenacidade se tornou a grande força motriz para elevados investimentos em desenvolvimento de processos elaborados de laminação, utilização de elementos de liga forte refinadores de grão e o desenvolvimento de novas tecnologias para a produção de metais de grãos ultrafino, principalmente os aços, que são os materiais de engenharia mais amplamente utilizados e versáteis.

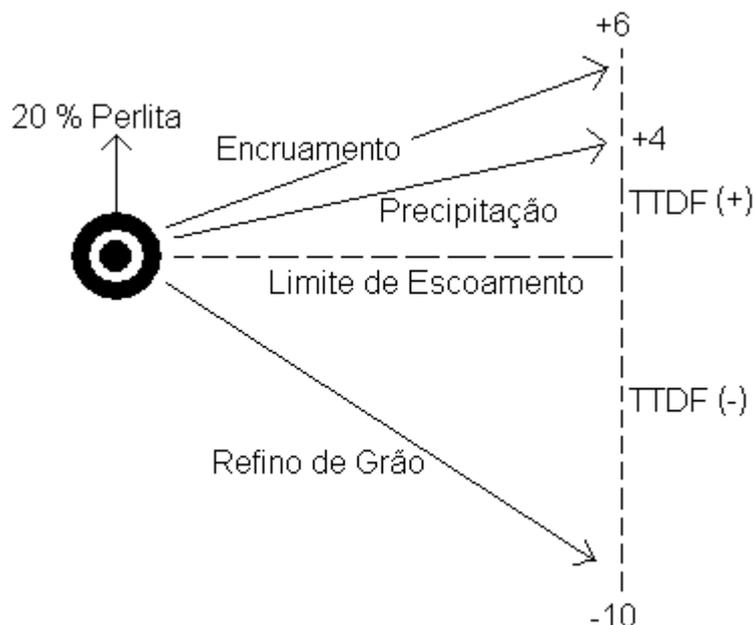


FIGURA 3.1: Mudanças na temperatura de transição dúctil-frágil (TTDF) produzidas por um aumento de 15MPa na resistência de um aço baixo carbono através de vários mecanismos de endurecimento (KRAUSS, 2005).

### 3.1.2 - Microestrutura

A microestrutura dos metais de grão ultrafino apresenta uma característica que é função do processamento que a originou. Dependendo da sua história termomecânica ela pode por algumas vezes se apresentar como grãos alongados (forma de panqueca), com estrutura de deslocamentos no seu interior, similar a microestrutura de materiais deformados e encruados. Outras vezes ela pode se apresentar como grãos equiaxiais, semelhante a estrutura de um metal deformado que sofreu recristalização completa.

Várias técnicas de microscopia vem sendo empregadas na análise microestrutural de metais de grãos ultrafinos. As técnicas mais importantes e usuais são:

- microscopia eletrônica de transmissão, (SONG *et al.*, 2005);
- microscopia eletrônica de varredura, (OKITSU *et al.*, 2009);

- EBSP/EBSD (*electron back-scattering pattern/diffraction*), (ABDOLLAH e EGHBALI, 2007).

Alguns estudiosos tem aplicado a microscopia de força atômica na análise de estruturas ultrafinas com relativo sucesso, COSTA *et al.* (2005). Exemplos de imagens obtidas com essas técnicas serão apresentados nos parágrafos seguintes, sempre buscando associá-las com a forma de processamento utilizado no processo de refino de grão desses metais.

As imagens de microscopia eletrônica de transmissão (MET) da FIGURA 3.2 foram compiladas do trabalho de TSUJI *et al.* (2002), e se referem a um aço *interstitial free* (IF) processado pelo processo *Accumulative Roll-Bonding*. Nesse trabalho os pesquisadores colaminaram um aço IF na temperatura de 500°C em 5 passes, totalizando uma deformação equivalente total de 4. Também foi processado alumínio puro na temperatura de 200°C, em 6 ciclos de deformação, acumulando uma deformação equivalente total de 4,8. O aço IF foi recozido após processamento em um intervalo de tempo de 600 segundos, com temperaturas variando de 200 a 800°C. No caso do alumínio foi utilizado o mesmo tempo de recozimento, mas com as temperaturas variando de 100 a 400°C. O tamanho de grão obtido para o dois metais no estado como processados (encruados) foi de aproximadamente 0,2µm. Esse tamanho médio de grão gradativamente aumentou com a elevação da temperatura de recozimento.

Na FIGURA 3.2(a) é possível ver a estrutura interna de deslocações dos grãos lamelares, que permanece até a amostra ser tratada na temperatura de recozimento de 625°C, FIGURA 3.2(c). Após essa temperatura os grãos se tornam completamente equiaxiais e desenvolvidos, a estrutura interna de deslocações é eliminada. A supressão da estrutura interna de deslocações é devido a sua aniquilação por mecanismos de recuperação estática ativados durante o recozimento subcrítico. A FIGURA 3.2(f) mostra que ocorreu crescimento de grão excessivo para a temperatura de recozimento de 700 °C.

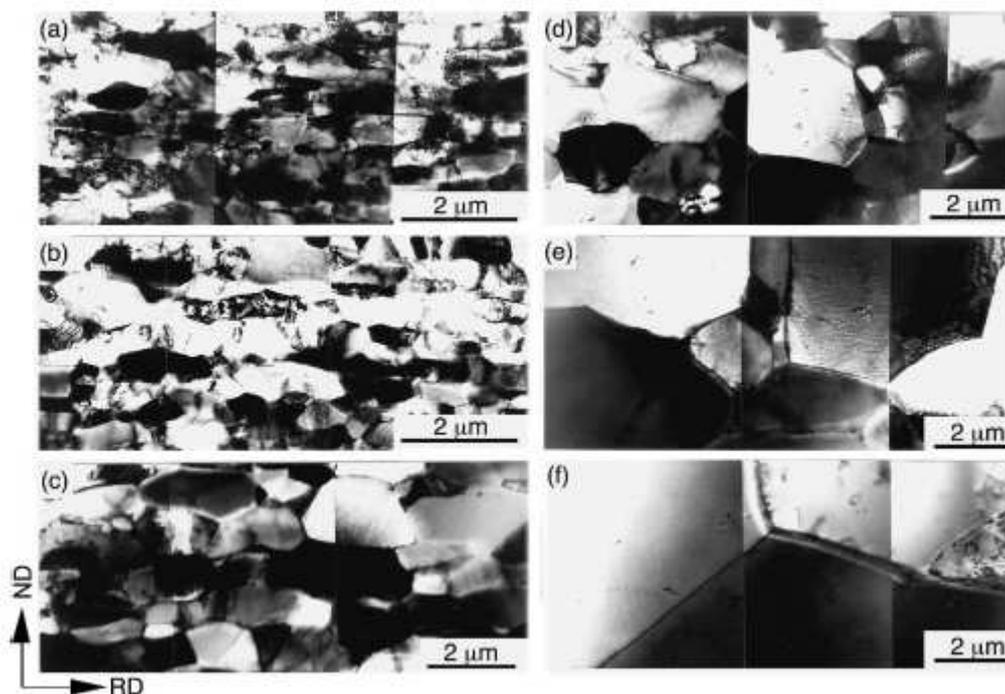


FIGURA 3.2: Imagens de MET de um aço IF processado por ARB em 5 ciclos a 500°C e recozido a 400° (a), 500°C (b), 600°C (c), 625°C (d), 650°C (e) e 700°C (f) (TSUJI *et al.*, 2002).

O microscópio eletrônico de transmissão é importante por ser capaz de revelar a estrutura interna dos grãos, bem como revelar a presença de precipitados e a sua interação com as deslocções. As imagens da FIGURA 3.3 são de um aço carbono-manganês (0,2%C), para duas concentrações de manganês, 0,74 e 1,52% em massa, retiradas do trabalho de SONG *et al.* (2005) (A). Nesse trabalho os pesquisadores utilizaram a deformação plástica severa por compressão plana para estudar o efeito da concentração de manganês na microestrutura e propriedades mecânicas de aço carbono de grão ultrafino. Os autores concluíram que o aumento do teor de manganês contribuí para a redução do tamanho médio de grão ferrítico (de 1,3μm no aço com 0,74% de Mn para 0,8μm no aço com 1,52% de Mn), aumentando a sua resistência mecânica e preservando a sua ductilidade e tenacidade. Na FIGURA 3.3 é possível observar algumas deslocções individuais sendo ancoradas por partículas de cementita nucleadas durante a deformação plástica severa (setas).

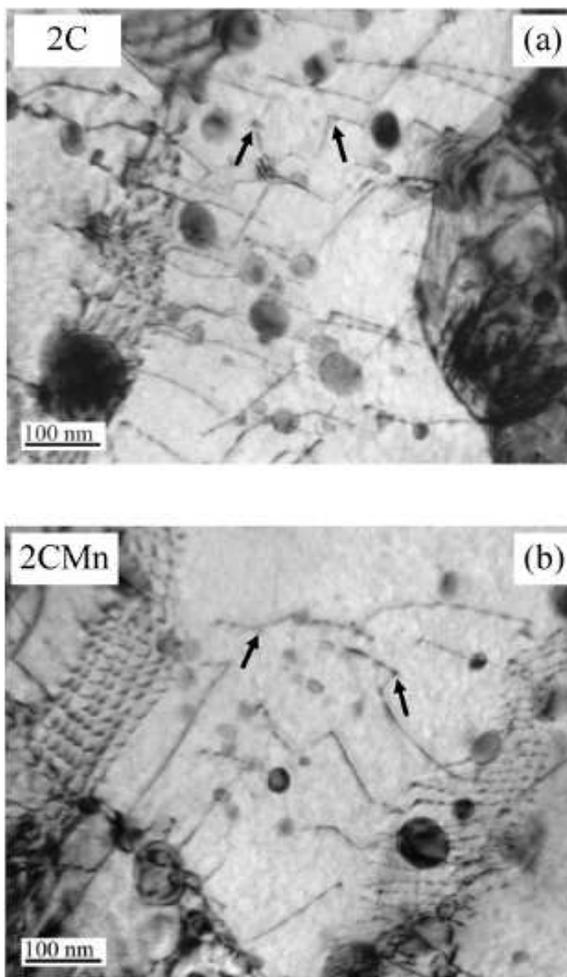


FIGURA 3.3: Estrutura de deslocações e partículas de cementita na matriz ferrítica de aço carbono processado por compressão plana ( $\epsilon = 1,6$ ) e recozimento após processamento. (a) Aço 2C (0,74% Mn); (b) Aço 2CMn (1,52% Mn) (SONG *et al.* , 2005 (A)).

As técnicas EBSD/EBSP são duas das ferramentas mais poderosas no estudo da microestrutura de metais de grãos ultrafinos. Elas permitem a determinação do tamanho médio de grão de forma mais precisa quando comparadas ao uso das demais técnicas. As imagens geradas possuem um forte delineamento de contorno e ainda é possível distinguir e quantificar os contornos de grão de baixo e alto ângulo através de contraste de cores. Essa técnica também oferece grande aplicação no estudo de cristalografia, permitindo analisar a textura de grãos.

As imagens de EBSD da FIGURA 3.4 foram obtidas por TSUJI *et al.* (2008) processando um aço carbono livre de intersticiais por Accumulative Roll-Bonding em 7 passes a 500°C e recozimento a 500, 600, 625 e 650°C por 1800 segundos. O tamanho médio de grão obtido após recozimento foi de 0,29, 0,76, 1,6 e 2,1µm, respectivamente. O tamanho médio de grão do aço na condição de apenas processado por ARB é de 0,21µm. Na FIGURA 3.4 os contornos de grão de tonalidade mais clara correspondem a contornos de baixo ângulo, desorientação inferior a 15°. Assim sendo, é possível concluir que mesmo no aço na condição de apenas processado por ARB os grão são em sua maior parte contornos de alto ângulo, desorientação superior a 15°.

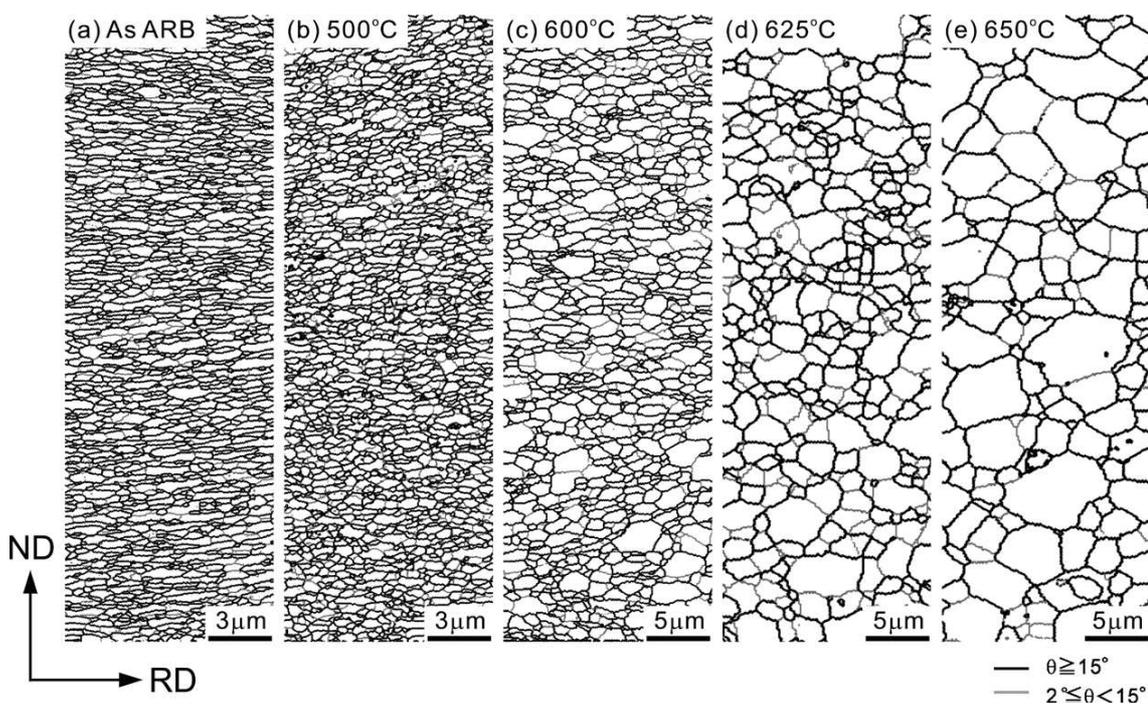


FIGURA 3.4: Mapas de contorno de grão obtidos através de análises de EBSD para um aço IF processado por ARB em 7 ciclos a 500°C (a) e recozimento a 500 °C (b), 600 °C (c), 625 °C (d) e 650°C (e) (TSUJI *et al.*, 2008).

Na FIGURA 3.5 é exemplificado uma mapa qualitativo de contorno de grão obtido com a técnica EBSD por SONG *et al.* (2005) (B). Eles estudaram a evolução da microestrutura e textura de um aço 0,2%C-Mn processado por deformação plástica severa em compressão plana e recozimento após processamento. Nesse trabalho os autores concluíram que a fragmentação das colônias de perlita e formação de glóbulos de cementita contribuem para o refino de grão impedindo a migração dos contornos e estabilizando a microestrutura durante o recozimento, contribuindo também para obtenção de uma microestrutura completamente homogênea. Nessa figura foi utilizada uma temperatura de tratamento térmico de 700°C, refletindo no crescimento excessivo de alguns grãos ferríticos, atingindo diâmetros superiores a 10µm. A cementita esferoidizada está preferencialmente distribuída nos contornos de grãos, com algumas partículas em seu interior, principalmente dentro dos grãos coalescidos, FIGURA 3.5.

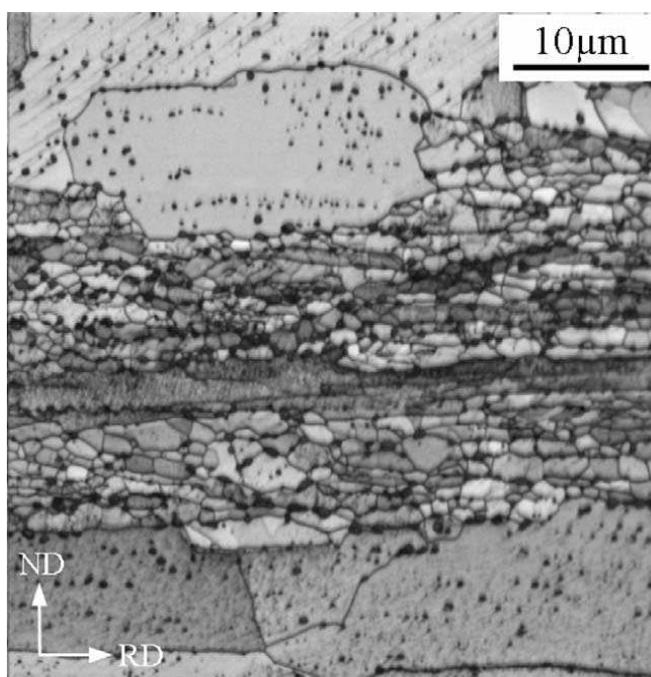


FIGURA 3.5: Imagem de EBSD de um aço 0,2%C-Mn após deformação plástica severa a 550°C e recozimento por 2 horas a 700°C (SONG *et al.*, 2005 (B)).

ABDOLLAH e EGHBALI (2007) ensaiaram por torção um aço baixo teor carbono (0,035%) microligado ao nióbio para estudar os seus mecanismos de refino de grão. Os ensaios foram conduzidos acima da temperatura de transformação  $AC_1$  (região de estabilidade ferrita-austenita) a uma taxa de deformação de  $0,01s^{-1}$ . Os autores concluíram que a recristalização dinâmica contínua da ferrita e a subdivisão de grãos nos estágios iniciais da deformação plástica são os responsáveis pelo refino de grão. Os mapas de EBSD analisados pelos pesquisadores são os da FIGURA 3.6, onde é possível acompanhar a evolução do tamanho médio de grão, dos contornos de baixo (linhas coloridas) e alto ângulo (linhas escuras) com a deformação plástica acumulada.

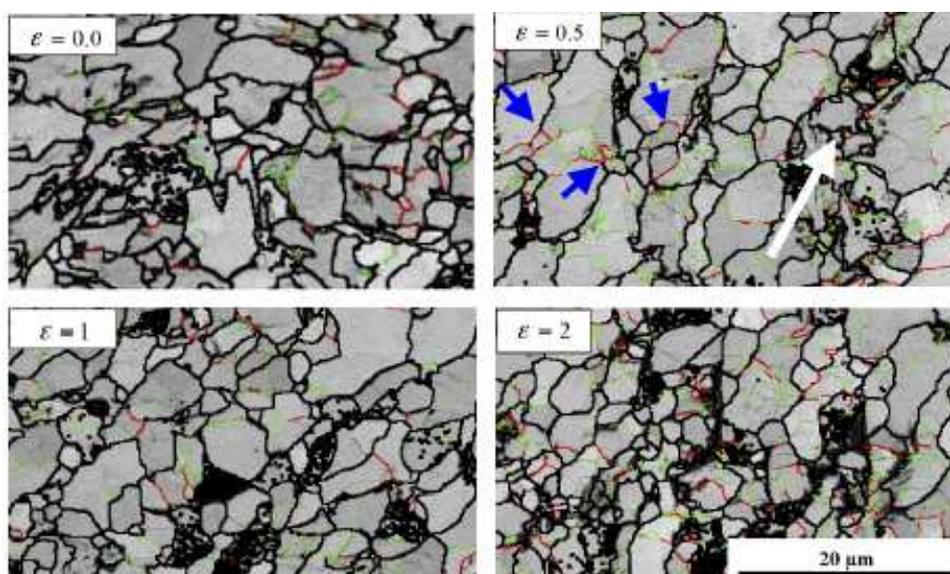


FIGURA 3.6: Mapas de EBSD mostrando a evolução dos contornos de grão de baixo ângulo (linhas coloridas) e contornos de grão de alto ângulo (linhas escuras) com a deformação plástica acumulada a  $790^{\circ}C$  por ensaios de torção (ABDOLLAH e EGHBALI, 2007).

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) também é de grande valia no estudo da microestrutura de metais de grão ultrafino. Exemplo típico de imagens obtidas para um aço carbono é apresentado na FIGURA 3.7. OKITSU *et al.* (2009) propõem nesse trabalho uma nova rota de fabricação de aço carbono com grão ultrafino. O processamento proposto consiste em laminar uma microestrutura inicial duplex (ferrita + martensita) em passes múltiplos atingindo redução total de espessura de 91% ( $\epsilon = 2,8$ ), seguido de recozimento em temperaturas variando de  $620$  a  $655^{\circ}C$ .

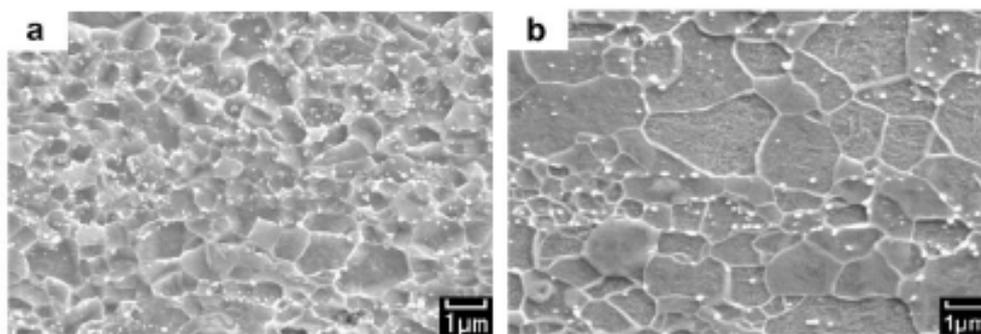


FIGURA 3.7: Imagens de MEV de aço baixo carbono duplex laminado a frio e recozido a 620 (a) e 655°C (b) por 120s (OKITSU *et al.*, 2009).

Alguns pesquisadores, como COSTA *et al.* (2005), vem utilizando com relativo sucesso a microscopia de força atômica (MFA) na caracterização metalográfica de metais de grãos ultrafino. As imagens obtidas não são tão definidas como as obtidas pela aplicação das demais técnicas exemplificadas nesse texto, contudo não deixa de ser uma ferramenta útil para o estudo dessa classe de metais tão importante e promissora para a sociedade moderna. No trabalho de COSTA *et al.* (2005) foi estudado o processamento de um aço IF pelo processo *Accumulative Roll-Bonding* em três passes de colaminação a uma temperatura de 500°C. A FIGURA 3.8 se encontra no trabalho desses autores e se refere às imagens de uma tira de regiões amostradas próxima a sua superfície após o primeiro, segundo e terceiro ciclo de processamento.

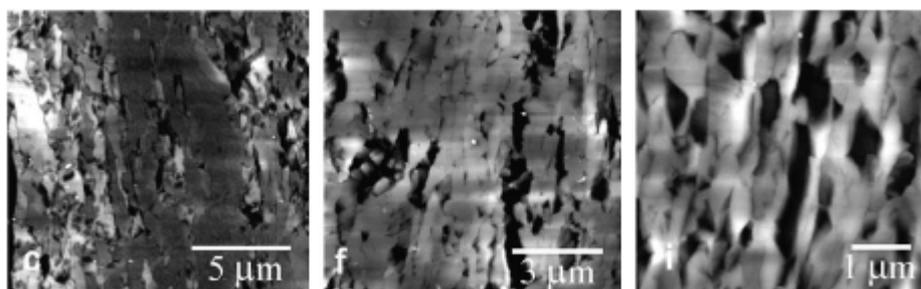


FIGURA 3.8: Imagens de MFA de um aço IF processado por ARB após primeiro, segundo e terceiro ciclos a 500°C (COSTA *et al.*, 2005).

Dentre todas as técnicas de microscopia para a análise microestrutural de metais de grão ultrafino discutidas nesse texto as de EBSP/EBSD são as mais difundidas entre os grupos de pesquisadores dessa área da engenharia metalúrgica e ciência dos materiais, metais de grãos ultrafinos. Elas constituem ferramenta indispensável por permitir a quantificação da fração de contornos de grão de alto e baixo ângulo, aspecto de grande relevância no estudo dessa classe de materiais em virtude de suas propriedades mecânicas serem fortemente influenciadas pela morfologia desses grãos.

### **3.1.3 - Propriedades Mecânicas**

A produção em larga escala de metais de grãos ultrafinos e a sua aplicação na indústria em geral necessita primeiro superar dois problemas fundamentais. O primeiro é a dificuldade de transposição das técnicas desenvolvidas em laboratório para as usinas siderúrgicas. O segundo é a necessidade de melhoria da ductilidade desses metais, talvez o maior desafio para os cientistas que dedicam o seu trabalho ao estudo desses materiais. Além de entender os mecanismos de refino de grão é também preciso compreender o seu comportamento em tração, só assim será possível obter o balanço ideal entre tamanho mínimo de grão e propriedades mecânicas adequadas para aplicações práticas.

#### **3.1.3.1 - Comportamento em Tração**

Na FIGURA 3.9 estão ilustradas as curvas tensão-deformação de engenharia para um aço IF processado pelo processo ARB em diversos ciclos. Essa figura foi compilada do trabalho de TSUJI *et al.* (2008), referenciado com maior detalhe na seção 3.2.2. De acordo com a FIGURA 3.13 a resistência mecânica do aço IF aumenta progressivamente com o número de ciclos de processamento, uma conseqüência direta da redução do tamanho médio de grão ferrítico e conseqüente aumento da fração de contornos de alto ângulo com a elevação do grau de deformação.

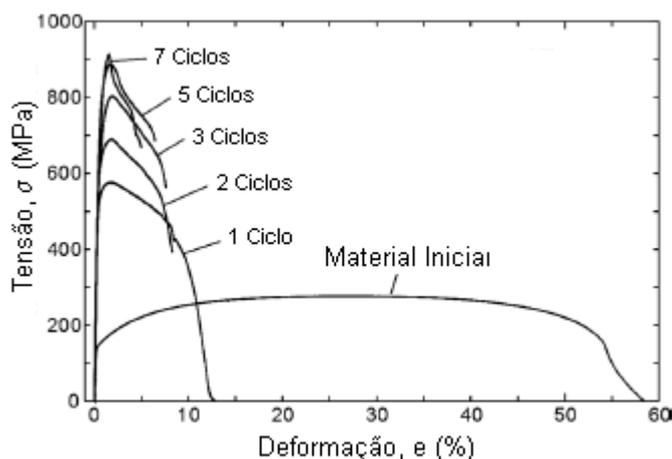


FIGURA 3.9: Curvas tensão-deformação de engenharia para o aço IF processado por ARB em vários ciclos a 500°C (TSUJI *et al.*, 2008)

O limite de escoamento do aço IF passa de aproximadamente 175MPa na condição inicial para aproximadamente 900MPa após o processamento por sete ciclos, um incremento de mais de 500%. As curvas do aço processado e do material inicial são completamente diferentes. O material inicial possui um alongamento total superior a 50%, grande alongamento uniforme, apresenta encruamento nos estágios iniciais da deformação plástica e ausência de limite de escoamento descontínuo. Essa última característica é típica de metais livres de elementos em solução sólida. Após a colaminação acumulativa severa o alongamento total do aço cai drasticamente, chegando a atingir valores inferiores a 10% logo após o segundo ciclo de laminação. Pelas curvas é possível observar que o material deixa de encruar após processamento, ou seja, assim que a deformação plástica tem início o limite de resistência é atingido e a tensão de fluxo começa a cair devido ao início do regime de deformação plástica localizada. Nesse ponto tem início a formação do pescoço, o aço começa a deformar de forma instável.

Outros materiais de granulação ultrafina apresentam comportamento semelhante a esse, e parece ser independente do tipo de estrutura cristalina. De uma forma geral esses efeitos parecem ser mais intensos para tamanhos médio de grão inferiores a 1 $\mu$ m e apresentam grande reprodutibilidade, demonstrando ser uma característica intrínseca dos materiais de grãos ultrafino.

TSUJI *et al.* (2002) demonstram em suas pesquisas que as curvas tensão-deformação verdadeira para um aço IF e alumínio puro processados por ARB e recozidos são similares. Eles chamam atenção para um aspecto curioso, os dois metais apresentam limite de escoamento descontínuo, apesar de serem livres de elementos intersticiais. YU *et al.* (2005) e HUNG *et al.* (2005) estudando a mudança do comportamento das curvas tensão-deformação de alumínio puro a medida que o tamanho de grão é reduzido afirmam que esse aspecto é devido a falta de deslocações móveis suficientes para propagar a deformação plástica, a grande área de contornos de grão promovidas pelo refino de grão atuam como sumidouros de deslocações. Para os autores a baixa taxa de encruamento dos metais de grão ultrafino é consequência direta da aniquilação de deslocações nos contornos de grãos, o que elevaria a taxa de recuperação dinâmica. A FIGURA 3.10 se refere a alumínio puro processado por ARB em seis ciclos na temperatura de 200°C. Após refino de grão as amostras foram recozidas por um tempo estimado de 1800 segundos nas temperaturas de 100, 150, 200, 225, 250 e 300°C. O tamanho médio de grão estimado é de 0,27, 0,40, 0,66, 1,2, 2,0 e 10µm, respectivamente. Nas curvas correspondentes a tamanhos médio de grão inferiores a 2,0µm o limite de escoamento descontínuo é evidente, desaparecendo para o tamanho de grão de 10µm.

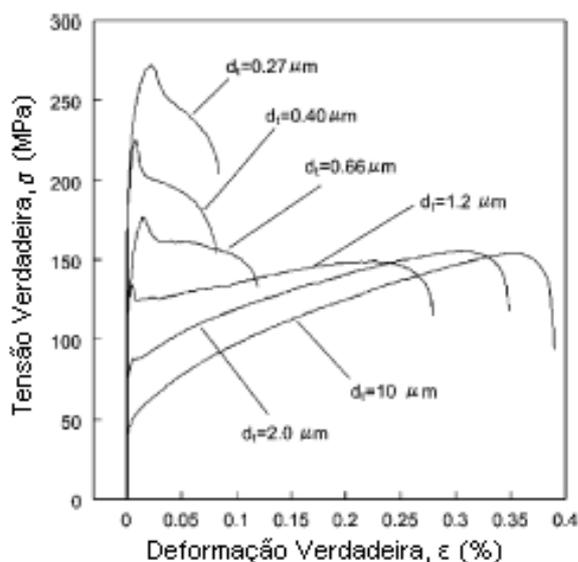


FIGURA 3.10: Curvas tensão-deformação verdadeira para alumínio puro processado por ARB em seis ciclos a 200°C e recozimento após refino de grão a 100, 150, 200, 225, 250 e 300 °C (TSUJI *et al.*, 2002).

TSUCHIDA *et al.* (2008) estudaram o efeito da taxa de deformação nas curvas tensão-deformação de um aço 0,15%C-Mn com tamanho médio de grão ferrítico variando de 0,47 a 13,6 $\mu\text{m}$  através de ensaios de tração. Eles categorizaram as curvas tensão-deformação em dois tipos: num deles a deformação de Lüders é interrompida devido ao início da formação do pescoço (curvas tipo II na FIGURA 3.11) e em outro tipo as bandas de Lüders se propagam através do comprimento útil do corpo de prova seguidas de encruamento (curvas tipo III na FIGURA 3.11). O limite de escoamento e a tensão de fluxo aumentam com a redução do tamanho de grão, enquanto o alongamento uniforme e alongamento total reduzem. A deformação de Lüders se torna maior com a redução do tamanho médio de grão. Outro aspecto interessante é que o tipo de curva para cada taxa de deformação pode alterar com a redução do tamanho de grão. As curvas para um determinado tamanho médio de grão também podem alterar variando a taxa de deformação. Para a taxa de deformação de  $1\text{s}^{-1}$  a amostra com tamanho de grão de 0,47 $\mu\text{m}$  apresenta curva do tipo II, contudo quando se ensaia a uma taxa maior,  $10^3\text{s}^{-1}$ , a curva passa a ser do tipo III.

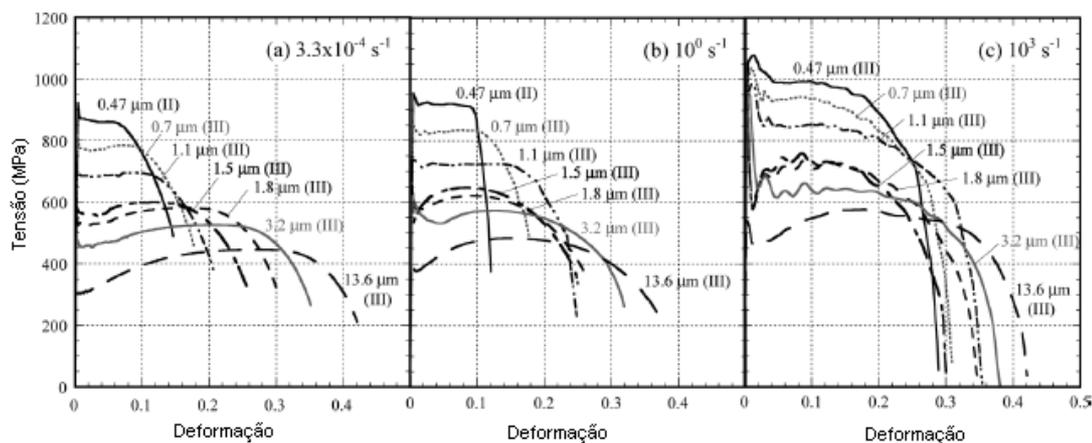


FIGURA 3.11: Efeito do tamanho de grão nas curvas tensão-deformação de um aço 0,15%C-Mn a varias taxas de deformação (TSUCHIDA *et al.*, 2008).

Parece ser consenso comum entre a maioria dos pesquisadores de metais de grãos ultrafinos que a melhor forma de se aumentar o alongamento total é através do retardamento do início da instabilidade plástica, a formação de pescoço. De acordo com o critério de Considère a deformação plástica localizada se inicia quando a tensão de fluxo se iguala a taxa de encruamento ( $d\sigma/d\varepsilon$ ), FIGURA 3.12. Como nos aços de grão ultrafino a tensão de fluxo plástico aumenta grandemente nos estágios iniciais da deformação e a taxa de encruamento é baixa, o critério de Considère é atingido logo no início do escoamento plástico. Dessa forma, o alongamento uniforme e total resultante são limitados.

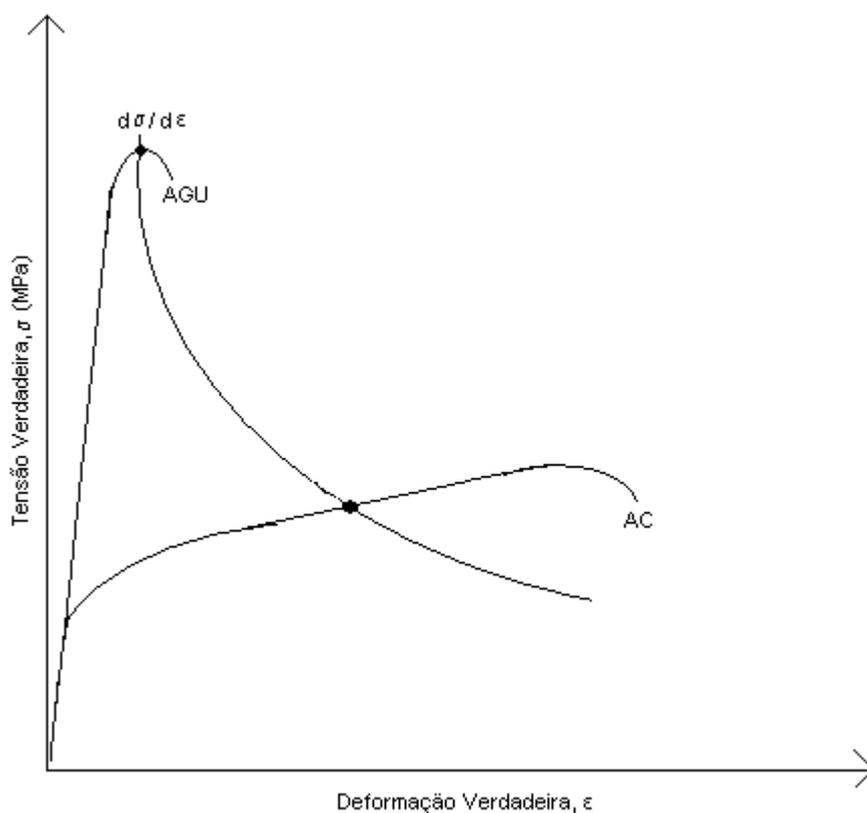


FIGURA 3.12: Critério de Considère para o início do escoamento plástico descontínuo considerando uma taxa de deformação constante. AC: aço carbono convencional; AGU: aço carbono de grão ultrafino (diagrama adaptado de DIETER, 1986).

Aumentando a taxa de encruamento de um metal à curva  $d\sigma/d\varepsilon$  versus  $\varepsilon$  da FIGURA 3.12 é deslocada para a direita e maiores valores de alongamento uniforme e total serão obtidos com o retardamento da formação do pescoço.

De um modo geral o limite de escoamento e o limite de resistência dos metais de grãos ultrafinos são satisfatoriamente modelados pela equação de Hall-Petch. A FIGURA 3.13 retirada do trabalho de TSUJI *et al.* (2002) é um bom exemplo dessa afirmativa. A FIGURA 3.13(a) se refere a alumínio puro comercial e a FIGURA 3.13(b) se refere a um aço IF. É interessante observar nas curvas que a diferença entre os valores de limite de escoamento e limite de resistência são pequenas, chegando a ser zero no tamanho de grão de aproximadamente  $1\mu\text{m}$ . Não foi possível medir o limite de resistência para tamanhos de grãos inferiores a  $1\mu\text{m}$ , pois quando o grão se torna muito pequeno ocorre a formação de pescoço assim que o regime plástico tem início. Aqui novamente é ilustrada a baixa taxa de encruamento dos materiais metálicos de grãos ultrafinos.

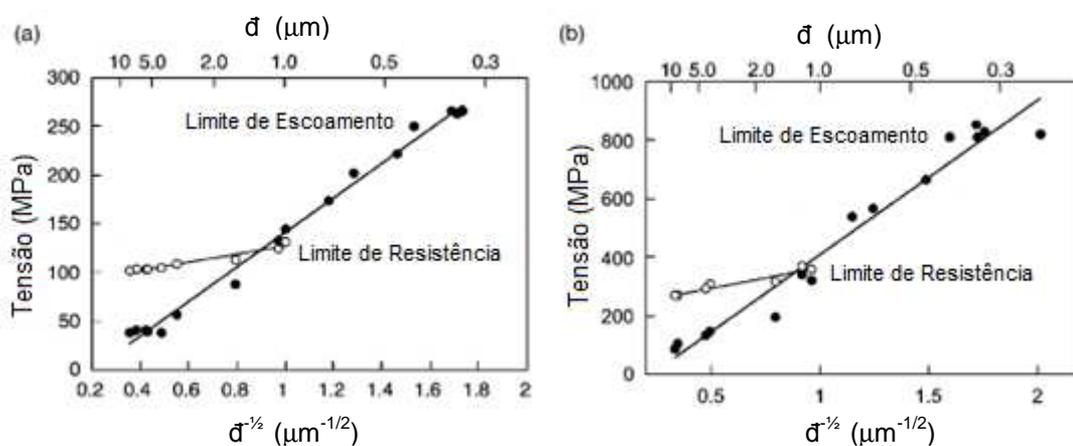


FIGURA 3.13: Dependência do limite de escoamento e limite de resistência com o tamanho médio de grão ( $\bar{d}$ ) para alumínio puro (a) e aço IF (b) (TSUJI *et al.*, 2002).

### 3.1.3.2 - Dureza

A dureza dos materiais metálicos de grãos ultrafinos aumenta com a redução do tamanho médio de grão, da mesma forma que o limite de resistência e o limite de escoamento. O comportamento é similar aos materiais metálicos processados por rotas convencionais, processamentos termomecânicos. A dureza dos materiais metálicos é grandemente elevada pelo refino de grão, comportamento esperado já que essa grandeza é proporcional ao limite de resistência. A FIGURA 3.14 foi copilada do trabalho de COSTA *et al.* (2005), e mostra a variação da dureza de um aço IF com o seu tamanho médio de grão. A dureza aumenta com o número de ciclos de processamento do aço IF por ARB, sendo que o tamanho médio de grão reduz com o número de ciclos. A dureza do aço IF de granulação ultrafina é satisfatoriamente modelada pela equação de Hall-Petch e é muito superior ao do aço na condição de não processado.

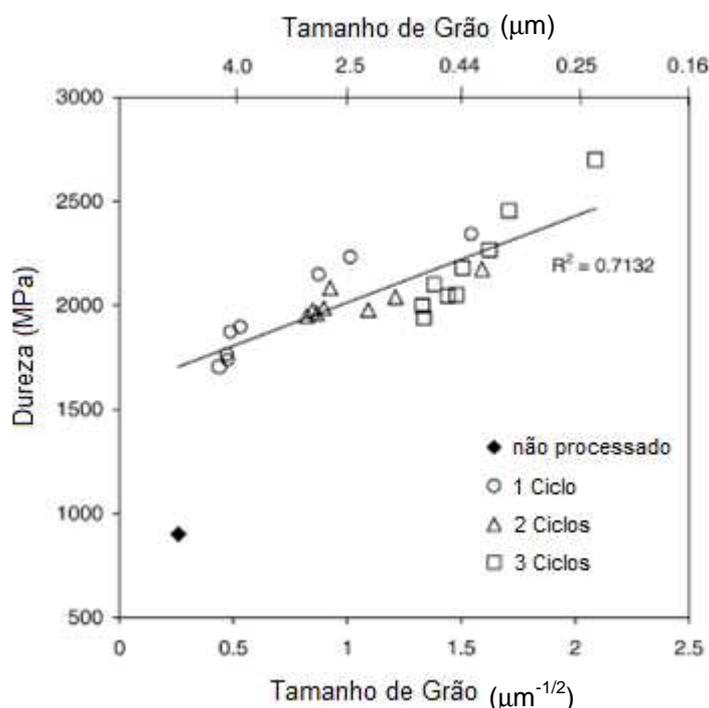


FIGURA 3.14: Correspondência entre a dureza e o tamanho de grão através da equação de Hall-Petch (COSTA *et al.*, 2005).

KRALLICS e LENARD (2004) demonstraram que a dureza do aço IF estudado por eles aumenta com o número de ciclos de processamento ARB, e correlacionaram essa dureza com o número de camadas após cada ciclo. Os seus resultados são similares aos de COSTA *et al.* (2005), pois com o aumento do número de camadas o tamanho de grão é reduzido e assim a dureza aumenta com a redução do tamanho médio de grão. A FIGURA 3.15 apresenta a variação da dureza Vickers com o número de camadas, ela faz parte do trabalho de KRALLICS e LENARD (2004) e ilustra o exposto nesse parágrafo.

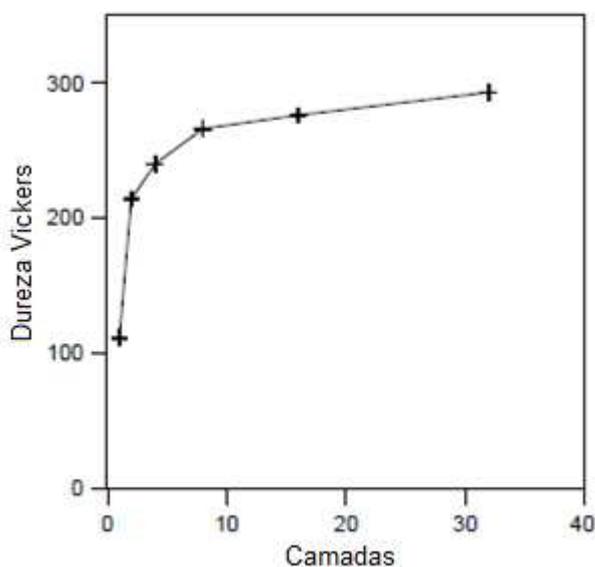


FIGURA 3.15: Evolução da dureza Vickers de um aço IF com o número de camada após cada ciclo de processamento por ARB (KRALLICS e LENARD, 2004).

### 3.1.3.3 - Tenacidade à fratura

Há algum tempo é conhecido que o único mecanismo de endurecimento capaz de aumentar tanto a resistência mecânica quanto a tenacidade a fratura dos materiais metálicos é o refino de grão. Apesar dessa grande vantagem oferecida pelo refino de grão, os estudos relativos às propriedades dos metais de grãos ultrafinos em ensaio de impacto são raros. Um dos grandes problemas limitando a realização de ensaios com essa classe de metais é a dificuldade de se obter amostras com dimensões suficientes que permitam a usinagem de corpos de prova.

SONG *et al.* (2005) (C) estudando o refino de grão de um aço carbono-manganês, demonstraram que a sua temperatura de transição dúctil frágil (TTDF) é reduzida quando o tamanho médio de grão é refinado de 6,8 para 1,3 $\mu\text{m}$ . A FIGURA 3.16 foi retirada do trabalho desses autores. Ela apresenta a energia absorvida em função da temperatura de ensaio para corpos de prova de dimensões reduzidas, *subsize*, testados em ensaio de impacto Charpy. Outro aspecto interessante é que para temperaturas inferiores a aproximadamente  $-73^{\circ}\text{C}$  (200K) a quantidade de energia absorvida pelo aço de granulação ultrafina é superior ao do aço de granulação convencional.

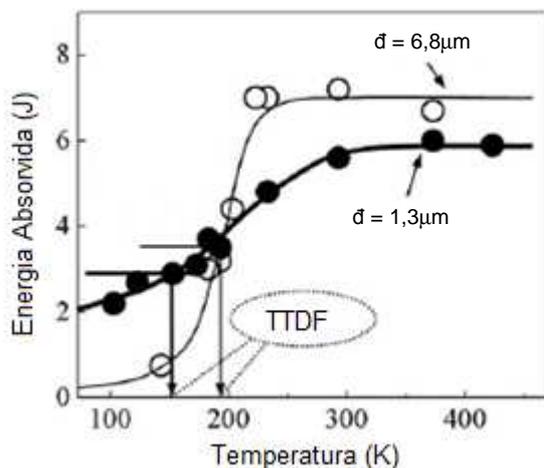


FIGURA 3.16: Dependência da energia absorvida em ensaio de impacto Charpy com a temperatura de ensaio para um aço carbono-manganês com diferentes tamanho de grão (SONG *et al.*, 2005 (C)).

## **3.2 - Processamento de Metais de Grãos Ultrafino**

Os métodos de processamento de metais de grão ultrafino se dividem em dois grandes grupos: os métodos baseados na deformação plástica severa e os métodos baseados em processamentos termomecânicos avançados. O primeiro método despertou grande interesse nos pesquisadores no final dos anos 90 com o desenvolvimento de novas rotas de processamento. O segundo é utilizado industrialmente há algumas décadas e tem sido aperfeiçoado com o objetivo de atingir um menor tamanho de grão.

### **3.2.1 - Métodos Baseados em Processamentos Termomecânicos Avançados**

Os processamentos termomecânicos avançados são aplicados aos aços em geral para se obter o refino de grão. Esses métodos combinam a laminação controlada e a adição de elementos de liga formadores de precipitados para controlar o crescimento de grão.

Os métodos de refino de grão baseados em processamentos termomecânicos avançados (PTA) empregam deformações plásticas relativamente baixas para se obter o refino de grão, tipicamente da ordem de 1,0 a 3,6. Esses métodos são menos efetivos no que diz respeito ao tamanho médio de grão final obtido, mas possuem a vantagem de serem facilmente adaptados a escala industrial utilizando as linhas de laminação disponíveis nas usinas siderúrgicas sem drásticas modificações e adaptações. O tamanho médio de grão obtido através dessas técnicas de processamento usualmente varia de 1 a 5 $\mu$ m. Uma das principais desvantagens dos PTA é que as janelas de processamento são geralmente estreitas, sendo necessário um preciso controle da temperatura, da taxa de resfriamento e da aplicação da deformação na faixa de temperatura adequada.

As principais técnicas de processamentos termomecânicos avançados são: recristalização da austenita durante a deformação a quente, transformação da ferrita induzida por deformação plástica, laminação a quente na região de estabilidade ferrita-austenita, recristalização dinâmica da ferrita durante a deformação a morno, recuperação pronunciada da ferrita durante a deformação a morno e subsequente recozimento e laminação a frio e recozimento da martensita.

Apesar da grande importância dessas técnicas de processamento elas não serão abordadas nesse texto por fugirem do escopo desse trabalho que é a produção de materiais metálicos de grãos ultrafinos utilizando uma das técnicas dos métodos de deformação plástica severa, o processo *Accumulative Roll-Bonding*.

### **3.2.2- Métodos Baseados na Deformação Plástica Severa**

Os métodos de produção de metais de grãos ultrafinos baseados na deformação plástica severa são os que possibilitam a menor redução do tamanho médio de grão, sendo o valor atingido tipicamente inferior a  $1\mu\text{m}$ , podendo chegar a 10nm em processos como o *hot pressure torsion*. As temperaturas de deformação para o processamento de metais através da deformação plástica severa variam da ambiente até temperaturas próximas a  $500^{\circ}\text{C}$ , dependendo da técnica de produção. As técnicas mais difundidas são a *Equal-Channel Angular Pressing*, *High Pressure Torsion* e *Accumulative Roll-Bonding*.

Dentre as principais vantagens dos métodos baseados na deformação plástica severa se destacam:

- não requerem tratamentos térmicos elaborados após processamento;
- não requerem um controle preciso de temperatura;
- devido a grande deformação plástica acumulada em inúmeros passes de processamento os materiais obtidos são livres de poros, *bulk materials*.

Dentre as principais desvantagens dos métodos baseados na deformação plástica severa se destacam:

- a deformação plástica imprimida é muito superior a praticada por processos convencionais de conformação mecânica como a laminação, trefilação, forjamento, ensaios de tração, etc, podendo ultrapassar a deformação logarítmica de 6;
- requerem grandes cargas de trabalho para atingir a deformação plástica necessária para o refino de grão. Esse aspecto restringe a maioria dos estudos a materiais metálicos de baixo limite de escoamento, como o alumínio, sendo por esse motivo restrito o número de trabalhos abordando o processamento de aços carbono e aços inoxidáveis;
- as amostras processadas por algumas técnicas possuem dimensões reduzidas, limitando a avaliação das propriedades de impacto;
- dificuldade de transposição da escala de laboratório para a escala industrial;

### **3.2.2.1 - Equal-Channel Angular Pressing (ECAP)**

*Equal-Channel Angular Pressing (ECAP)* ou *Equal-Channel Angular Extrusion* é uma das técnicas de produção de metais de grão ultrafino mais estudada nos últimos anos. Alguns pesquisadores apontam que essa é umas das rotas de processamento mais promissoras para a produção de materiais metálicos de dimensões grandes o suficiente para aplicações industriais. Essa técnica de produção de materiais de grãos ultrafinos foi originalmente desenvolvida por V. M. Segal na década de 70 e apresentada pela primeira vez em sua tese de doutorado. SEGAL (1999) descreve em detalhes todos os seus aspectos mecânicos, apresentando uma análise de distribuição de tensões, deformações, planos de cisalhamento, fluxo plástico e relaciona todos esses aspectos ao refino de grão.

Nessa técnica uma barra de metal é forçada a passar por um molde metálico contendo dois canais de seções transversais idênticas, conectados por um ângulo  $\phi$ . Um ângulo adicional  $\psi$  define o raio de curvatura no outro ponto de intersecção dos canais. Tipicamente os ângulos que os canais formam entre si variam de  $90^\circ$  a  $120^\circ$ , e o ângulo de curvatura desses canais pode variar de  $10^\circ$  a  $30^\circ$ , FIGURA 3.17. Com essa configuração um alto nível de deformação por cisalhamento pode ser introduzido no material sem provocar porosidade residual após cada passe. Durante a prensagem a barra de metal retém a mesma seção geométrica durante o processamento, de forma que é possível repetir o processo por um número determinado de passes refinando a microestrutura após cada um deles. Um alto nível de deformação plástica pode ser obtido após processamento em múltiplos passes. HAN e YUE (2003) citam em seu artigo revisão a respeito do processamento de aços ferríticos de grãos ultrafinos que a deformação equivalente acumulada após N passes de processamento ( $\epsilon_N$ ) é estimada pela seguinte equação:

$$\epsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \cos ec\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \right] \quad \text{Eq. 3.2}$$

De acordo com a Equação 3.2, a deformação equivalente em um passe único diminui com o aumento do ângulo de intersecção e aumento do raio de curvatura dos canais. A deformação acumulada em cada passe é aproximadamente igual a 1 para um ângulo de intersecção  $\phi = 90^\circ$  e um raio de curvatura de ângulo  $\psi = 20^\circ$ .

Entre cada dois passes adjacentes é possível girar a barra de metal ao longo do seu eixo longitudinal, criando diferentes subrotas de processamento de ECAP. Cada subrota de processamento ativa diferentes sistemas de escorregamento no metal, dessa forma diferentes microestruturas podem ser desenvolvidas afetando o refino e a forma dos grãos. Desse modo, um dos objetivos das pesquisas a cerca do processo ECAP é determinar a subrota que apresenta maior eficiência no refino de grão.

THEODORE e LOWE (2000) em seu artigo dissertativo a respeito das particularidades do processamento ECAP fazem algumas sugestões de investigação e citam que as subrotas de processamento podem ser designadas como "A", "B<sub>A</sub>", "B<sub>C</sub>" e "C".

Na subrota “A” a barra de metal é prensada em vários ciclos consecutivos sem sofrer rotação ao longo do seu eixo. Na subrota “B” a barra é girada  $90^{\circ}$  ao longo do seu eixo longitudinal entre ciclos adjacentes. Essa subrota se divide em outras duas subrotas distintas: subrota “B<sub>A</sub>” onde a barra é girada  $90^{\circ}$  no sentido anti-horário e  $90^{\circ}$  no sentido horário alternadamente e subrota “B<sub>C</sub>” onde a barra é girada  $90^{\circ}$  no sentido anti-horário em todos os ciclos. Na quarta e ultima subrota, “C”, a barra é girada  $180^{\circ}$  ao longo do seu eixo longitudinal, revertendo o sentido de maior esforço mecânico.

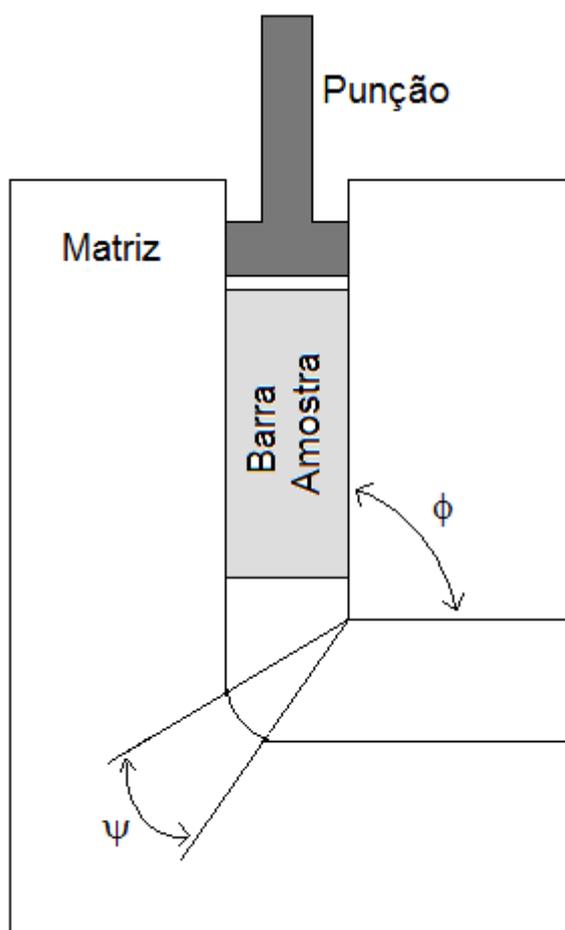


FIGURA 3.17: Desenho esquemático da construção de uma matriz para processamento por ECAP.

As propriedades mecânicas e o tamanho médio de grão obtido via processamento através da técnica ECAP são função da subrota empregada, do ângulo de interseção e ângulo de curvatura dos canais. FUKUDA *et al.* (2002) estudaram o processamento de um aço baixo carbono (0,08%C) em três passes utilizando a subrota de processamento “B<sub>C</sub>” a temperatura ambiente. Eles utilizaram uma matriz de conformação com canais de diâmetro de 10mm, ângulo de interseção de 90° e ângulo de curvatura de 20°. A microestrutura do aço evoluiu de grãos alongados com contornos de baixo ângulo nos primeiros passes para grãos equiaxiais nos passes finais. O processo de refino de grão parece se dar através da subdivisão dos grãos originais em subgrãos e a transformação gradativa desses contornos de baixo ângulo em contornos de alto ângulo com o aumento da deformação plástica acumulada. O tamanho médio de grão obtido após três ciclos de extrusão foi de 0,2μm.

Contrastando com o trabalho de FUKUDA *et al.* (2002), SHIN *et al.* (2001) que obtiveram um tamanho médio de grão ferrítico de 0,3μm processando um aço 0,15%C-Mn em oito ciclos a 350°C. Eles utilizaram um molde com ângulo  $\phi$  igual a 90°, ângulo de curvatura  $\psi$  igual a 20° e diâmetro do canal de entrada igual a 18mm. SHIN *et al.* (2001) utilizaram a subrota de processamento “C” em suas pesquisas e também observaram que o fração de contornos de grãos de alto ângulo aumenta progressivamente com o número de ciclos de extrusão.

FUKUDA *et al.* (2002) compararam as curvas tensão-deformação obtidas para aço carbono processados pelas subrotas “A”, “B<sub>C</sub>” e “C”, FIGURA 3.18. Essa figura mostra que a subrota de processamento “B<sub>C</sub>” proporciona maior taxa de encruamento e maior alongamento total se comparada com as subrotas “A” e “C”. Nas próximas seções será discutido que a taxa de encruamento tem destacada importância na ductilidade dos metais de grão ultrafino.

Apesar dos bons resultados relativos à redução do tamanho médio de grão e grande interesse dos cientistas metalurgistas a cerca do *Equal-Channel Angular Pressing*, considerações de cunho técnico-econômicas também deve ser levantadas. A possível transposição dessa técnica para a escala industrial demandará grandes investimentos de matrizes de conformação, máquinas com elevada capacidade de carga para a extrusão de tarugos através dessas matrizes e a necessidade de desenvolvimento de um processo que seja contínuo.

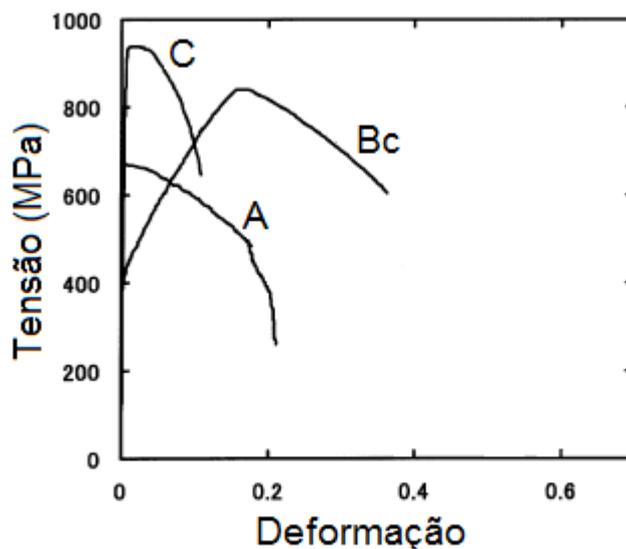


FIGURA 3.18: Curvas tensão-deformação de um aço carbono processado por ECAP em diversas subrotas (FUKUDA *et al.*, 2002).

### 3.2.2.2 - High Pressure Torsion (HPT)

*High Pressure Torsion* (HPT) é a técnica de produção de metais de grão ultrafino mais efetiva quando se trata do tamanho médio de grão final obtido. Comumente é relatado na literatura tamanhos de grão inferiores a 50nm. HPT utiliza de pressões extremamente elevadas, da ordem de GPa, para deformar discos com diâmetros variando de 10 a 20mm e espessuras de 0,3 a 0,5mm.

Há dois tipos de configurações de dispositivo para o processamento por HPT. Um consiste de um punção que exerce uma força axial e um torque simultaneamente sobre um disco depositado sobre um suporte fixo. O outro consiste de um punção que apenas exerce um torque sobre o disco, enquanto o suporte exerce a força axial. Em ambos os processos o disco é deformado simultaneamente por uma pressão hidrostática e uma tensão de cisalhamento. A FIGURA 3.19 ilustra a primeira configuração para processamento por HPT.

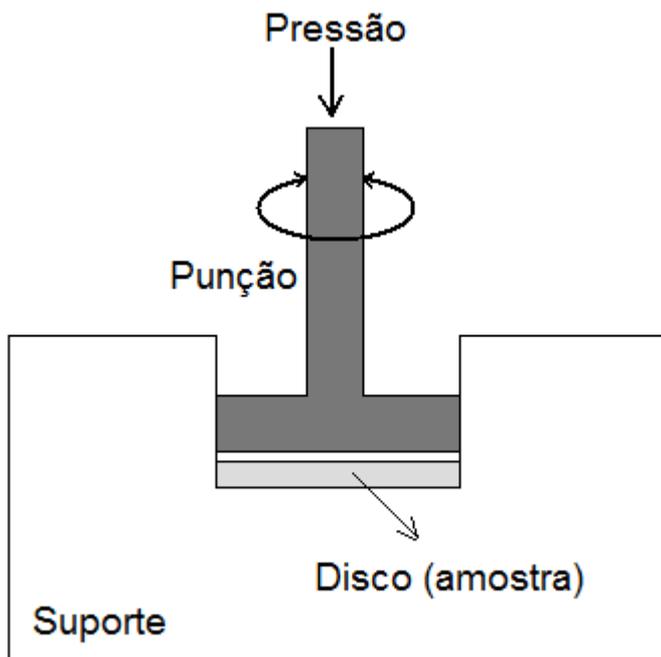


FIGURA 3.19: Desenho esquemático da construção do dispositivo para processamento por HPT.

Um exemplo da utilização do processamento por *High Pressure Torsion* na produção de metais de grão ultrafino é o trabalho desenvolvido por IVANISENKO *et al.* (2003). Eles estudaram um aço carbono perlítico, utilizando um disco de altura inicial de 0,3mm. Após exposição do disco a pressão axial de 7GPa e um torque por um tempo de 7 minutos a sua altura reduziu para 0,12mm. O tamanho médio de grão ferrítico obtido após processamento foi de aproximadamente 10nm, com uma dureza superior a 11GPa. A FIGURA 3.20 apresenta um esquema do processamento empregado pelos autores.

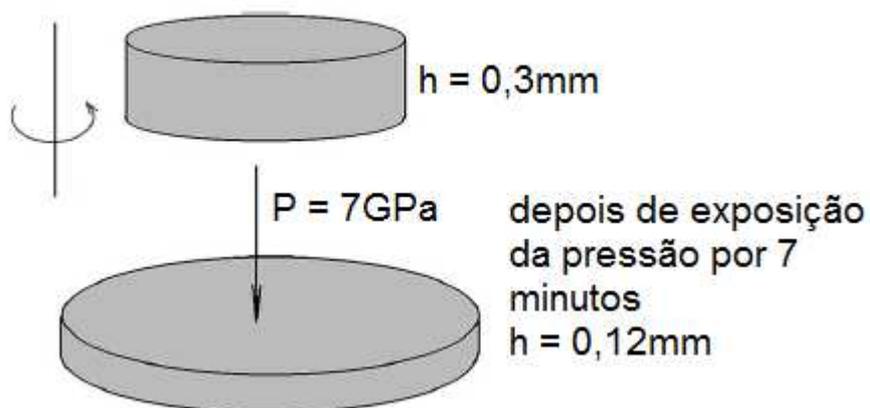


FIGURA 3.20: Esquema do processamento empregado por IVANISENKO *et al.* (2003).

Materiais com estrutura nanocristalina obtidos por HPT apresentam algumas propriedades não usuais para um material policristalino, dentre elas: baixo módulo de elasticidade, elevada atividade difusional, dependência da resistência elétrica com o tamanho de grão e ductilidade presente em materiais cerâmicos nanocristalinos.

A técnica HPT tem demonstrado ser apenas uma rota laboratorial para se produzir materiais nanocristalinos, nas condições atuais seria inviável a utilização dessa técnica para o refino de grão em aplicações industriais.

### 3.2.2.3 - *Accumulative Roll-Bonding (ARB)*

SAITO *et al.* (1999) desenvolveram um método alternativo para a deformação plástica severa de matérias metálicas. Esse método prometia produzir chapas e tiras com granulação ultrafina com elevada produtividade e em dimensões suficientes para aplicações práticas, contrapondo-se aos métodos mais difundidos até então. O processamento por *Equal Channel Angular Pressing* e *High Pressure Torsion* apresentam a limitação intrínseca de apenas produzir peças de dimensões reduzidas. Algumas outras complicações técnicas e econômicas são importantes, dentre as quais: alto custo financeiro de matrizes de conformação e extrusão, baixa produtividade, dificuldades de transposição para escala industrial dos parâmetros obtidos em bancada no laboratório e cargas de trabalho extremamente elevadas.

O novo método de deformação plástica severa desenvolvido por SAITO *et al.* (1999) foi batizado com o nome de *Accumulative Roll-Bonding (ARB)*, fazendo menção clara que é uma adaptação do tradicional processo *Roll-Bonding* que há muitos anos vem sendo amplamente utilizado na produção de chapas conjugadas, *clad steel*. O novo método de processamento consiste em laminar duas chapas sobrepostas de mesmas dimensões como em um processo convencional de colaminação, FIGURA 3.21. Inicialmente as duas chapas são preparadas superficialmente (lixamento para aumento de rugosidade, decapagem mecânica e limpeza com solvente orgânico para retirada de sujeira) para se obter uma melhor soldagem entre si. Depois são laminadas de forma sobreposta, obtendo-se uma única chapa, que é seccionada em duas partes iguais, repreparada superficialmente, empilhadas e relaminadas. As etapas de laminar as chapas em conjunto, efetuar corte no centro de seu comprimento, preparação superficial, empilhamento das partes obtidas e relaminação se repete continuamente. Todo o processo de colaminação é conduzido a temperaturas moderadas (função do tipo do material empregado), mas suficientes para garantir uma soldagem adequadas entre as partes sem comprometer a ductilidade. A temperatura de trabalho não pode ser tão alta a ponto de ultrapassar a temperatura de recristalização, o que poderia acarretar no cancelamento das deformações acumuladas durante os sucessivos passes de colaminação.

Existe um limite mínimo de redução de espessura, ou seja, de deformação, para se obter uma soldagem adequada entre as chapas. Para uma temperatura homologa inferior a 0,5 uma junta adequada pode ser obtida aplicando-se reduções superiores a 50%, isso significa que a essa temperatura o material pode ser soldado um ao outro sem sofrer recristalização. O processo de laminação pode introduzir deformações plásticas elevadas sem nenhuma mudança de forma geométrica se a redução máxima de espessura for mantida em 50% em cada passe, 0,8 de deformação equivalente. Portanto, 50% de deformação em cada passe demonstra ser a condição ideal para se obter uma soldagem adequada entre os materiais preservando a sua forma geométrica.

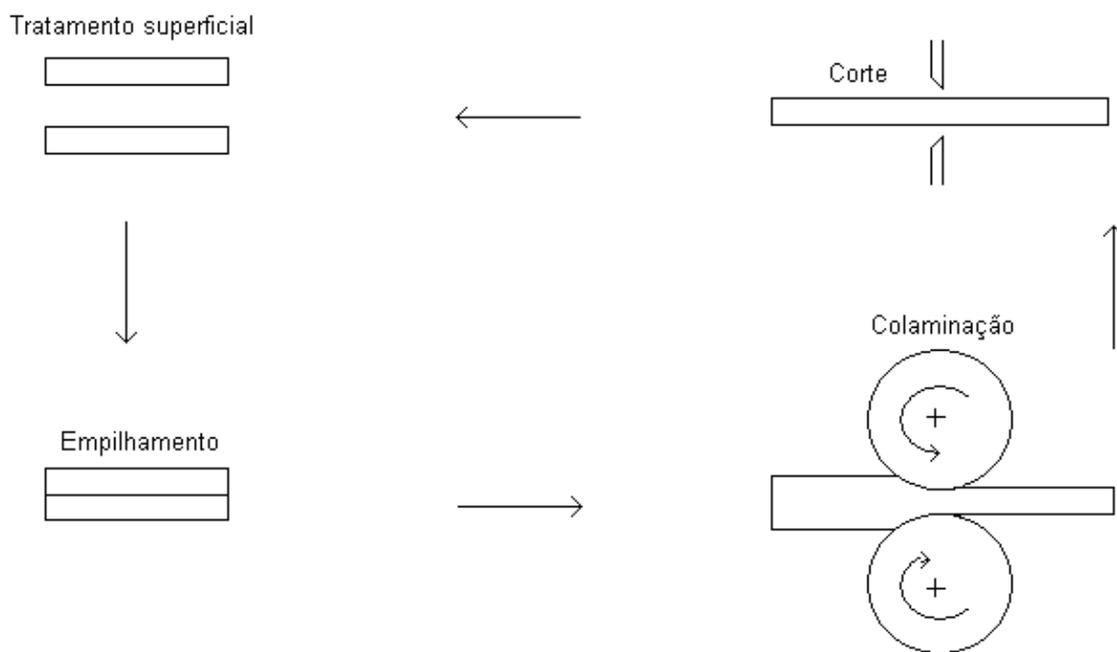


FIGURA 3.21: Ilustração esquemática do processo *Accumulative Roll Bonding*.

KRALLICS e LENARD (2004) examinaram a força de soldagem de uma tira de aço ultrabaixo carbono (0,002%) processada por *Accumulative Roll-Bonding* utilizando os mesmos parâmetros que foram aplicados por SAITO *et al.* (1999) no desenvolvimento do processo em questão. Aplicando-se deformações ligeiramente superiores a 50% nos primeiros passes a solda entre as tiras é adequadamente formada, contudo para deformações inferiores a esse valor a solda não é satisfatória. Portanto, 50% de redução de espessura em cada passe demonstra ser a condição ideal de deformação para a obtenção de uma solda satisfatória entre materiais metálicos. Segundo os pesquisadores, o exame da seção transversal das tiras laminadas indica que a solda formada durante a laminação é de boa qualidade, uma vez que as interfaces das camadas quase são imperceptíveis em análises macrográficas. Os autores ainda mediram a tensão de cisalhamento necessária para se separar as tiras laminadas. Eles consideraram para ensaio a segunda camada de uma das tiras, a partir da superfície, de um total de 32 camadas obtidas no processamento. Eles estimaram, por meio de ensaio de tração de um corpo de prova adaptado, conforme FIGURA 3.22, uma tensão de ruptura de 730MPa e uma tensão de cisalhamento de 100MPa na interface especificada. Os autores salientam que não ocorreu separação das camadas, sendo assim, satisfatória a soldagem proporcionada pelo processamento ARB das tiras.

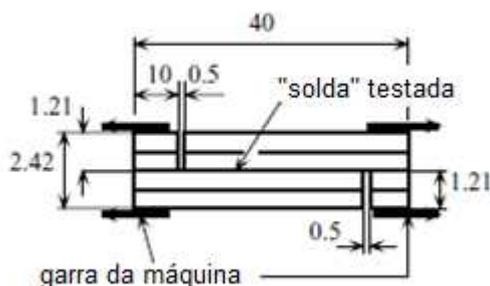


FIGURA 3.22: Diagrama esquemático do corpo de prova utilizado para estimar a força de soldagem entre tiras de aço IF (KRALLICS e LENARD, 2004).

Para demonstrar a viabilidade do processo ARB SAITO *et. al.* (1999) trabalharam com três tipos de materiais: alumínio puro comercial 1100, liga de alumínio-magnésio 5083 e um aço livre de intersticiais (*intersticial free*, IF) microligado ao titânio. Em todos os materiais a redução de espessura foi mantida em 50% em cada passe, com a temperatura de preaquecimento e principais resultados sumarizados na TABELA 3.1.

TABELA 3.1: Propriedades mecânicas de materiais metálicos distintos processados através de ARB (SAITO *et al.*, 1999)

Material	$\bar{d}$ inicial ( $\mu\text{m}$ )	Aquecimento ( $^{\circ}\text{C}$ )	N <sup>o</sup> Ciclos	$\sigma_R$ inicial (MPa)	$\sigma_R$ pós-ARB (MPa)	$A_t$ inicial (%)	$A_t$ pós-ARB (%)
Al	37	200	8	84	304	42	8
Al-Mg	18	200	7	319	551	25	6
Aço IF	27	500	5	274	751	57	6

Todos os três materiais processados apresentaram grãos equiaxiais com diâmetro médio ( $\bar{d}$ ) inferior a  $0,5\mu\text{m}$  nas análises metalográficas. Apesar do grande aumento do limite de resistência ( $\sigma_R$ ) de todos os materiais após processamento ARB, chegando a 174% do valor inicial no caso do aço IF, o alongamento total ( $A_t$ ) apresentou elevado decréscimo. No aço IF o alongamento total decaiu para 6% ao término do quinto ciclo de colaminação, em comparação com os 57% iniciais, conforme mostra a TABELA 3.1. Os autores demonstraram com sucesso que o processo *Accumulative Roll-Bonding* é possível e viável. Entretanto, nesse momento não ficaram claros os mecanismos de refino de grão bem como o motivo da queda acentuada no valor do alongamento total.

Em um artigo de revisão sobre as propriedades de materiais obtidos por processamento ARB, TSUJI *et al.* (2003) afirmam que a evolução microestrutural e a formação de grãos ultrafinos é reflexo de um processo de recristalização dinâmica contínua. Essa foi caracterizada pela subdivisão de grãos e recuperação e migração de curta distância de subcontornos de grãos para formar grãos de alto ângulo de desorientação.

De acordo com a seção 3.1.2 os contornos de grão de alto ângulo são mais efetivos em influenciar as propriedades mecânicas dos materiais metálicos, como o limite de escoamento, limite de resistência, tenacidade, superplasticidade, etc. Assim é de suma importância o controle e conhecimento da morfologia dos grãos ultrafinos formados em qualquer processo de deformação plástica severa ou processamento termomecânico avançado.

Com o objetivo de verificar a morfologia dos grãos ultrafinos formados durante a colaminação por deformação plástica severa TSUJI *et al.* (2002) deram continuidade aos estudos iniciados por SAITO *et al.* (1999) conduzindo análises cristalográficas no mesmo aço IF microligado ao titânio. As imagens de MET obtidas em tiras processadas em cinco passes de colaminação ou ciclos de processamento revelaram uma estrutura ultrafina deformada alongada ao longo da direção de maior esforço mecânico. Essa estrutura é tipicamente conhecida como forma de “panqueca”, e tem o diâmetro e comprimento médio de 0,21 e 0,70 $\mu\text{m}$ , respectivamente. Foram observadas algumas deslocções e subcontornos dentro desses grãos alongados, contudo a quantidade de deslocções parece ser pequena para um material que sofreu uma deformação plástica tão severa. Imagens utilizando a técnica EBSD (*electron back-scattered diffraction*) geradas em um microscópio FE-SEM (*field-emission scanning electron microscope*) demonstraram que os grãos localizados próximo à superfície da tira são mais equiaxiais do que os localizados no seu centro. A maioria é circundada por contornos de alto ângulo em ambas as regiões, apesar de também haver muitos contornos de baixo ângulo presentes. Há uma grande diferença de textura entre os grãos da região central e os grãos localizados na superfície. Na primeira, a textura se assemelha àquela obtida através da laminação de aços ferríticos com presença de fibras  $\alpha$ , já na segunda, a textura se assemelha a estrutura cisalhada da superfície de aços laminados a quente.

Essa diferença de textura entre os grãos da superfície e do centro tira é atribuída ao acúmulo de tensões de cisalhamento na primeira região. A colimação no processo ARB é realizada intencionalmente sem nenhum tipo de lubrificação. A deformação sobre altas condições de fricção acelera o processo de encruamento e a formação de grãos ultrafinos, dessa forma grande quantidade de tensão de cisalhamento é introduzida próxima à superfície da tira. Durante o processo, parte da superfície em contato com os laminadores se torna o centro da tira no passe de laminação seguinte. Dessa forma, nessa região, os grãos também tendem a serem alongados devido a um grande acúmulo de tensão de cisalhamento. LEE *et al.* (2002) avaliaram a distribuição de tensões de cisalhamento ao longo da espessura de uma tira de alumínio puro processada por ARB. Eles demonstraram de forma simples que o tamanho de grão varia dependendo da posição na espessura da tira, e que essas diferenças correspondem aproximadamente com as variações de tensão de cisalhamento, FIGURA 3.23. As posições apresentando máxima tensão de cisalhamento correspondem às regiões de menores tamanhos de grão, e as posições de mínima tensão de cisalhamento correspondem aos maiores tamanhos de grão.

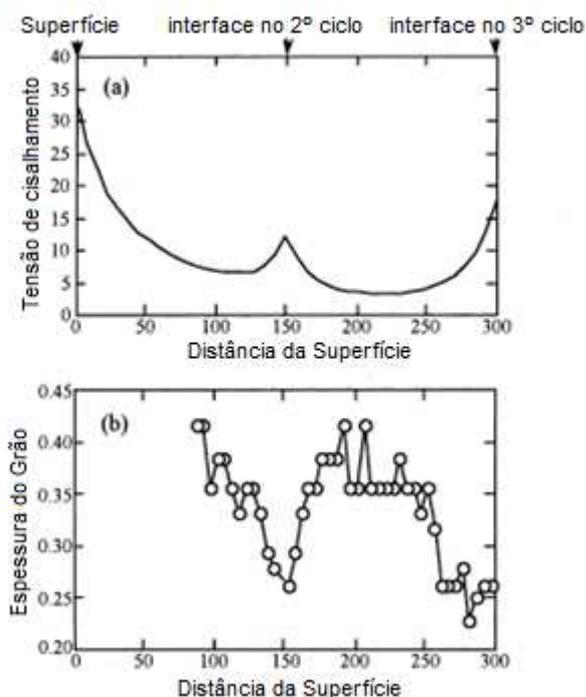


FIGURA 3.23: Distribuição de tensão de cisalhamento (a) e tamanho de grão (b) em alumínio puro processado por ARB em quatro ciclos (LEE *et al.*, 2002).

TSUJI *et al.* (2002) consideraram em seu trabalho que contornos de grãos de alto ângulo possuem ângulo de desorientação superior a  $15^{\circ}$  e contornos de baixo ângulo são aqueles que apresentam ângulo de desorientação compreendidos entre  $2^{\circ}$  e  $15^{\circ}$ . Essa mesma convenção é adotada na maioria dos trabalhos referentes a materiais metálicos de granulação ultrafina processados por *Accumulative Roll-Bonding*.

As microestruturas obtidas durante a colaminação apresentam caráter antagônico. Por um lado elas possuem o aspecto de grãos recristalizados, devido à sua grande desorientação e alta fração de contornos de alto ângulo, contudo, por outro lado, os grãos ultrafinos têm a morfologia alongada e a estrutura interna de deslocações que se assemelha a uma microestrutura deformada e encruada.

COSTA *et al.* (2005) estudaram o processamento de um aço IF comercial (microligado ao titânio) de tamanho de grão inicial igual a  $15\mu\text{m}$  através de ARB. Eles obtiveram uma estrutura de deformação lamelar, com tamanho médio de grão de  $0,35\mu\text{m}$  após 3 passes de colaminação. A redução de tamanho de grão foi atribuída à subdivisão dos grãos originais através da evolução da estrutura de deslocações sob deformação plástica severa. Durante a deformação a densidade de deslocações aumenta e há formação de células, como o resultado de recuperação estática e dinâmica essas células gradualmente se transformam em contornos de baixo ângulo e em seguida em contornos de alto ângulo.

TSUJI *et al.* (2002) obtiveram interessantes resultados relativos às propriedades mecânicas do mesmo alumínio puro e aço IF referenciados anteriormente nesse texto, contudo na condição de recozidos logo após o processamento. Os autores trataram os dois materiais aplicando um tempo de encharque de 600 segundos e temperaturas variando de  $100$  a  $400^{\circ}\text{C}$  para o alumínio e de  $200$  a  $800^{\circ}\text{C}$  para o aço IF. Os dois metais apresentaram evolução microestrutural semelhante com o incremento da temperatura de recozimento. Elevando a temperatura o tamanho médio de grão aumentou progressivamente, acompanhado do processo de recuperação das deslocações em seu interior. Em temperaturas de recozimento mais elevadas, os grãos se tornaram completamente equiaxiais, semelhantes aos grãos de estruturas recristalizadas, não apresentando mais estrutura de deslocações em seu interior.

Aspectos interessantes podem ser retirados a partir da observação minuciosa das curvas tensão-deformação alocadas na FIGURA 3.24 quando comparada as curvas da FIGURA 3.10.

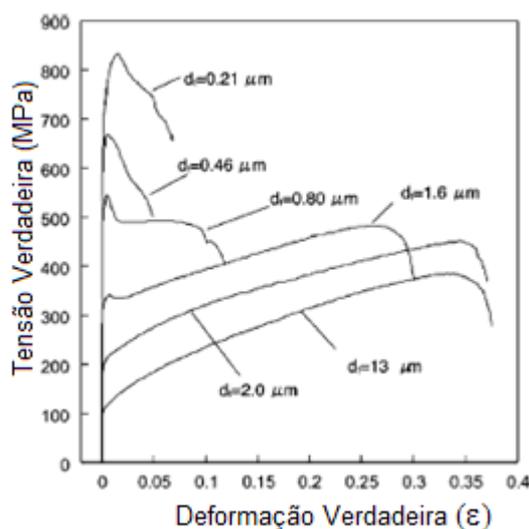


FIGURA 3.24: Curvas tensão-deformação para aço IF em função do tamanho médio de grão (TSUJI *et al.*, 2002).

Nessas curvas somente estão representadas a porção relativa ao regime de deformação plástica, os autores parecem ter retirado os dados de deformação elástica para uma melhor compreensão. É notória a grande semelhança das curvas, mesmo sendo de materiais metálicos completamente diferentes, um aço IF, de estrutura cristalina cúbica de corpo centrado e um metal que possui estrutura cristalina cúbica de face centrada, alumínio, resguardando a óbvia diferença dos valores de tensão de fluxo. Esses aspectos apontam que as propriedades mecânicas e a microestrutura de metais de grãos ultrafinos podem ser independentes do seu sistema cristalino, uma vez que ambos os metais também apresentaram microestrutura similar nas análises metalográficas. De acordo com a FIGURA 3.24 e os pesquisadores, as curvas de fluxo dos materiais atingiram um valor máximo logo nos estágios iniciais do ensaio de tração. Nesse ponto ocorreu a formação de “pescoço” macroscopicamente visível, deformação localizada.

O resultado disso é que o alongamento uniforme se tornou muito baixo, se comparado ao do material na condição original, sendo que o alongamento total só recuperou o seu valor após o tamanho de grão se tornar superior a 1 $\mu$ m.

Observando as curvas da FIGURA 3.24 é interessante notar que os corpos de prova com tamanho de grão inferior a 2 $\mu$ m apresentaram limite de escoamento descontínuo e estrias de deformação localizadas, semelhantes a bandas de Lüders, como relatado pelos autores a partir da observação dos corpos de prova. TSUJI *et al.* (2002) não conseguiram explicar esse comportamento, entretanto, eles acreditam que com mais estudos pode vir a se confirmar que esse é mais um aspecto característico dos metais de grão ultrafino.

TSUJI *et al.* (2002) ainda demonstraram que os metais de grão ultrafino estudados por eles seguem a equação de Hall-Petch de forma satisfatória, FIGURA 3.13. Apesar dos resultados se adequarem a equação de Hall-Petch, a diferença de inclinação entre os pontos correspondentes ao limite de escoamento e aos pontos correspondentes ao limite de resistência é claramente evidente, sendo o aspecto geral das curvas semelhantes para os dois materiais. A diferença entre o limite de resistência e o limite de escoamento para um tamanho de grão constante corresponde à quantidade de encruamento que o material sofreu. A FIGURA 3.13 indica que o encruamento foi suprimido pelo refino de grão, fenômeno que necessita de estudos mais detalhados para ser avaliado.

Em tamanhos de grãos por volta de 1 $\mu$ m os pontos relativos ao limite de escoamento e ao limite de resistência são praticamente coincidentes, e nessa mesma faixa ocorre uma queda acentuada do valor do alongamento total para os dois metais. Tal fenômeno pode ser explicado em termos de instabilidade plástica, isto é, a condição de formação de “pescoço” em ensaio de tração (deformação localizada). A instabilidade plástica é expressa pela seguinte fórmula:

$$\sigma \geq \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \quad \text{Eq. 3.3}$$

Onde  $\sigma$  é a tensão de fluxo,  $\varepsilon$  é a deformação verdadeira e  $d\sigma/d\varepsilon$  a taxa de encruamento. Como mencionado previamente, o refino de grão aumenta grandemente a tensão de fluxo dos materiais metálicos, especialmente nos primeiros estágios da deformação plástica. Por outro lado, foi demonstrado que o encruamento é reduzido em materiais de grão ultrafino. Como consequência dessa combinação a deformação localizada ocorre logo nos estágios iniciais do ensaio de tração, como pode ser entendido pela Equação 3.3 e FIGURA 3.12, resultando no decréscimo do alongamento uniforme e total.

Conclusão importante obtida por TSUJI *et al.* (2002) nesse estudo é que para se aumentar o alongamento uniforme em materiais de grão ultrafino é necessário aumentar a sua taxa de encruamento por meio de algum artifício de engenharia, tal como dispersão de finas partículas de segunda fase em sua matriz. Os autores para concluir frisaram que os materiais de grão ultrafino obtidos por eles não perderam utilidade estritamente falando. Os metais mantiveram elevado alongamento local (a diferença entre alongamento total e alongamento uniforme permaneceu praticamente constante) e também foi possível submeter os materiais a vários passes de colaminação mantendo a sua integridade.

COSTA *et al.* (2005) estudando o processamento de um aço IF através de ARB, como mencionado previamente, submeteu a sua amostra de teste a três ciclos de colaminação, separando em cada passe material para análises metalográficas e ensaios mecânicos. Para um ciclo ficou claro que o tamanho de grão decresce do centro para a subsuperfície ao longo da espessura da tira, apresentando um perfil parabólico e valores de 5,0 e 0,4 $\mu\text{m}$ , respectivamente. Para a amostra laminada em dois passes o tamanho de grão é aproximadamente o mesmo no centro e na região de subsuperfície, contudo maior nas regiões intermediárias. Para a amostra laminada em três ciclos o tamanho de grão é aproximadamente constante ao longo da espessura da tira, apresentando um valor médio de 0,35 $\mu\text{m}$ . Apesar de um forte decréscimo no tamanho de grão ter ocorrido na região central, grãos ultrafinos só foram obtidos nas regiões de subsuperfície. O processo de empilhamento das chapas durante o ARB aloca os grãos ultrafinos obtidos na região de subsuperfície no primeiro passe de colaminação na região central da tira no segundo ciclo. O próximo passe de impõe um aumento na tensão de cisalhamento na superfície da tira e a largura dos grãos em forma de panqueca diminui.

Novamente a tira é cortada e empilhada e os grãos da subsuperfície ultrafinos são transferidos para o seu centro. Os grãos ultrafinos na região central após o segundo passe ficarão a um quarto da espessura da tira logo antes do terceiro passe. No terceiro e último passe mais tensão de cisalhamento é imprimida na superfície da tira e dessa forma grãos ultrafinos são obtidos ao longo de toda a sua espessura.

Similarmente a LEE *et al.* (2002), COSTA *et al.* (2005) observaram que quanto maior a tensão de cisalhamento menor é o tamanho de grão obtido. Esse comportamento é comprovado pela similaridade das curvas de variação do tamanho de grão com a espessura e as curvas de tensão de cisalhamento obtidas por LEE *et al.* (2002), ambas apresentando um perfil parabólico, FIGURA 3.25. Nessa figura a curva “a” corresponde à variação do tamanho de grão e a curva “b” corresponde à tensão de cisalhamento. As linhas tracejadas delimitam as camadas após cada passe de colaminação.

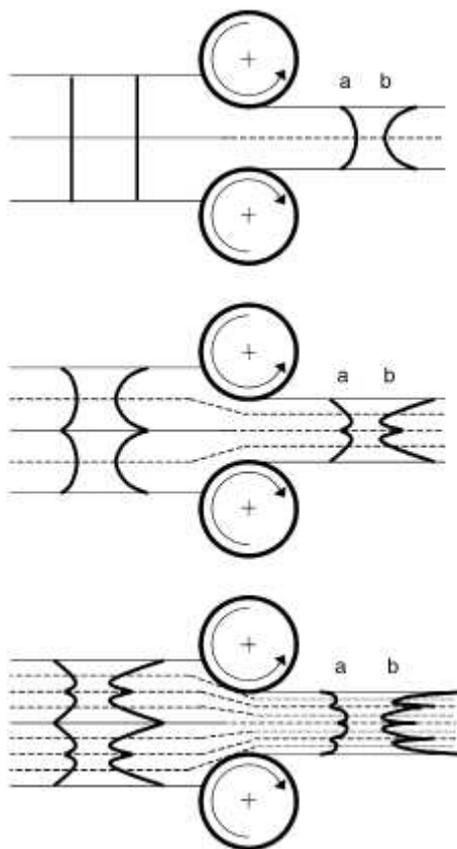


FIGURA 3.25: Ilustração mostrando a evolução do perfil do tamanho de grão (a) e da tensão de cisalhamento (b) ao longo da espessura da tira de aço IF durante o processamento ARB (COSTA *et al.*, 2005).

Para os autores, o perfil parabólico da distribuição do tamanho de grão ao longo da espessura da tira obtido após ARB é devido ao surgimento de tensões de cisalhamento durante o processo. Portanto, uma combinação entre tensão de cisalhamento e a seqüência de empilhamento das tiras durante o ARB é de suma importância para o refino de grãos.

A FIGURA 3.26 mostra a distribuição de dureza e tamanho de grão ao longo da espessura da tira de aço IF após processamento por ARB. Pode se observar, como esperado, que a dureza tem um comportamento inversamente proporcional ao tamanho de grão. O perfil de dureza também apresenta um aspecto parabólico, similar ao da tensão de cisalhamento, reforçando a hipótese que essa tensão é de suma importância no desenvolvimento de grãos ultrafinos em materiais processados por *Accumulative Roll-Bonding*.

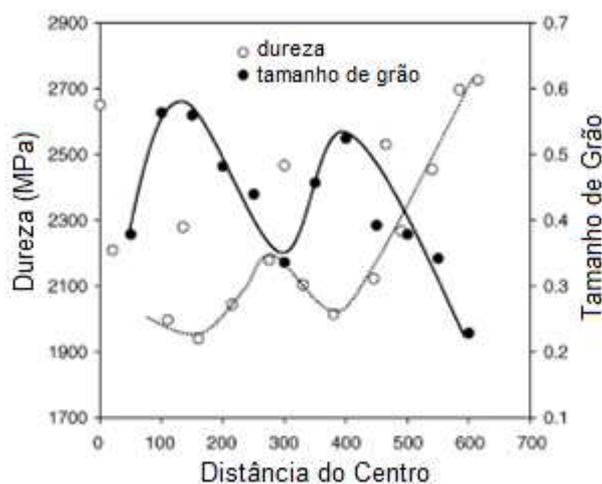


FIGURA 3.26: Perfil de dureza e tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ ) ao longo da espessura de uma tira de aço IF após três ciclos de ARB (COSTA *et al.*, 2005).

A homogeneidade da microestrutura de diversos tipos de materiais metálicos deformados severamente pelo processo ARB foi estudada por LI *et al.* (2006). Foram processados alumínio puro (AA1100), cobre livre de óxidos de alta condutividade, aço inoxidável austenítico 36% Ni e um aço IF ultrabaixo teor de carbono.

Eles foram caracterizados microestrutural e cristalograficamente utilizando a técnica FE-SEM/EBSP (*electron back-scattering pattern analysis in a field-emission type scanning electron microscope*). Os resultados das imagens de EBSP indicaram que os materiais apresentam microestrutura basicamente ultrafina, com aspecto lamelar ao longo da direção de laminação. A fração de contorno de alto ângulo na microestrutura é consideravelmente superior a fração tipicamente presente em materiais laminados convencionalmente, FIGURA 3.27 a 3.30.

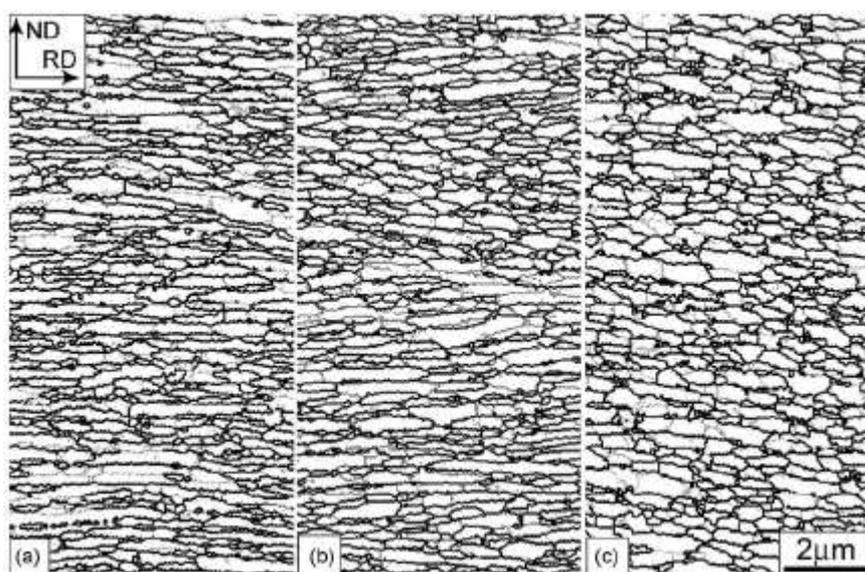


FIGURA 3.27: Mapas de desorientação obtidos através de medidas de EBSP de alumínio puro processado por ARB em seis ciclos a temperatura ambiente. (a) centro, (b)  $\frac{1}{4}$  da espessura e (c) superfície (LI *et al.*, 2006).

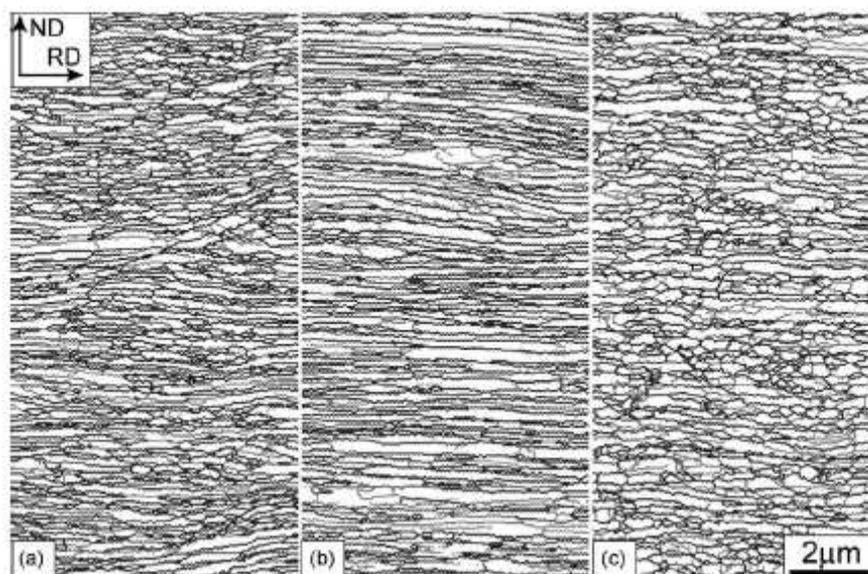


FIGURA 3.28: Mapas de desorientação obtidos através de medidas de EBSD de aço inoxidável austenítico processado por ARB em seis ciclos a 500°C. (a) centro, (b)  $\frac{1}{4}$  da espessura e (c) superfície (LI *et al.*, 2006).

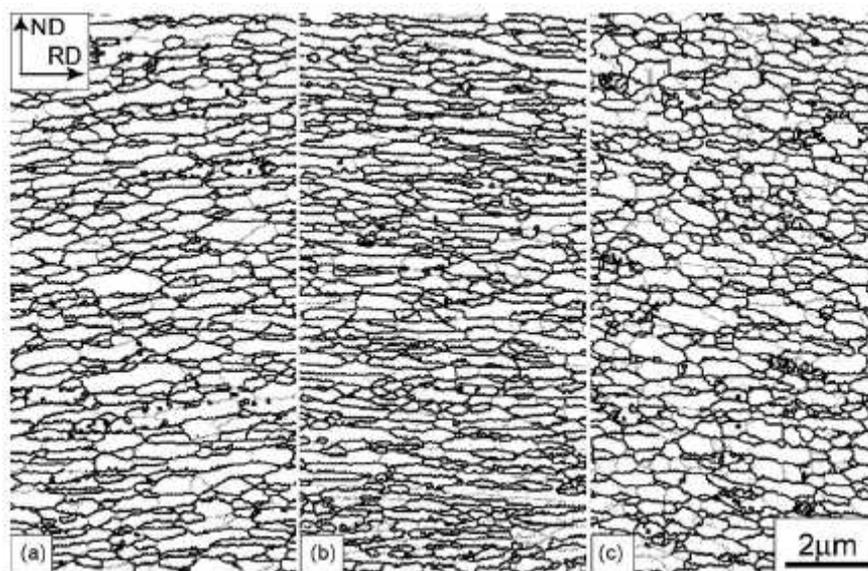


FIGURA 3.29: Mapas de desorientação obtidos através de medidas de EBSD de aço IF processado por ARB em seis ciclos a 500°C. (a) centro, (b)  $\frac{1}{4}$  da espessura e (c) superfície (LI *et al.*, 2006).

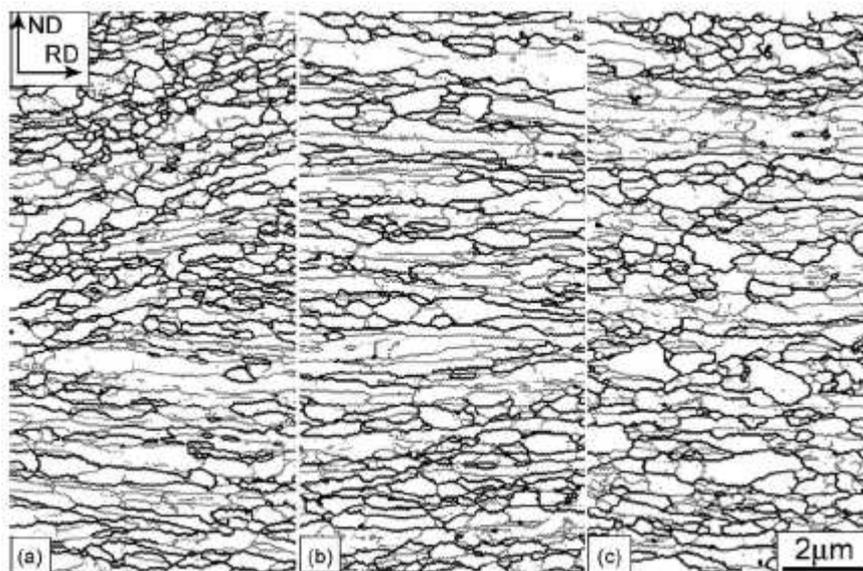


FIGURA 3.30: Mapas de desorientação obtidos através de medidas de EBSD de cobre puro processado por ARB em seis ciclos a temperatura ambiente. (a) centro, (b)  $\frac{1}{4}$  da espessura e (c) superfície (LI *et al.*, 2006).

No caso do alumínio (FIGURA 3.27) a microestrutura é do tipo lamelar na região central e a um quarto da espessura da tira, enquanto na sua superfície o aspecto é mais equiaxial se comparada às microestruturas das posições anteriores. A maioria dos grãos apresenta contornos de alto ângulo, desorientação superior a  $15^\circ$ , sendo a sua distribuição aproximadamente homogênea em cada uma das três posições. O fator geométrico dos grãos (comprimento dividido pela espessura) é de 3,3, 3,1 e 1,9 no centro, no quarto da espessura e na superfície, respectivamente. O valor do fator geométrico é menor na superfície, o que confirma a microestrutura mais equiaxial nessa posição da tira. O aço inoxidável austenítico apresenta uma microestrutura similar a do alumínio puro, entretanto os grãos apresentam menor espessura e são mais retilíneos, especialmente na posição a um quarto da espessura da tira, FIGURA 3.28. O fator geométrico para o aço austenítico é de 3,4, 5,5 e 2,0 no centro, a um quarto da espessura e na superfície, respectivamente. Nessa ultima região os grãos são mais equiaxiais, apresentando homogeneidade em todas as três posições. A microestrutura do aço IF (FIGURA 3.29) é ligeiramente mais grosseira do que a do aço inoxidável austenítico, e os contornos de grãos apresentam maior irregularidade, tendo como fator geométrico os valores de 3,2, 3,5 e 2,0 no centro, a um quarto da espessura da tira e na superfície, respectivamente.

Na superfície da tira de aço IF os grãos também são mais equiaxiais. O cobre apresentou uma microestrutura distinta dos demais materiais. Os grãos ainda são do tipo lamelar, contudo, a sua distribuição de forma ainda é heterogênea independentemente da posição de amostragem. Algumas regiões apresentam grãos com contornos de baixo ângulo aglomerados e outras grãos com contornos de alto ângulo coalescidos, FIGURA 3.30. A TABELA 3.2 sumariza alguns dos principais resultados obtidos por LI *et al.* (2006). Nela estão listados os valores médios da espessura dos grãos com desorientação superior a 2°, o fator geométrico médio ao longo da espessura da tira e a porcentagem de contornos de alto ângulo para cada material processado.

TABELA 3.2: Principais resultados obtidos por LI *et al.* (2006)

Material	Espessura dos Grãos ( $\mu\text{m}$ )	Fator Geométrico	% Contorno de Alto Angulo	Dureza Média (HV)
Alumínio	0,23	3,2	79	88
Aço Inox Austenítico	0,14	6,8	74	268
Aço IF	0,23	3,6	87	267
Cobre	0,23	3,0	54	130

A distribuição de tamanho de grão dos materiais processados através de ARB após seis ciclos de colaminação é homogênea ao longo da espessura das tiras, independentemente do tipo de material ensaiado. Comportamento similar ocorre com a fração de contorno de alto ângulo, que permanece praticamente constante, apesar de haver uma pequena diferença da morfologia dos grãos dependendo da posição ao longo da espessura. Apesar do aço IF e do alumínio ter diferentes estruturas cristalinas, (aço IF cúbica de corpo centrado (CCC), alumínio cúbica de face centrada (CFC)), eles apresentam microestruturas muito semelhantes. Ambos são conhecidos como metais que sofrem recuperação, ao contrário do aço inoxidável austenítico e do cobre, que sofrem recristalização.

A estrutura do aço IF mais equiaxial do que a do aço austenítico é provavelmente atribuída a sua maior facilidade de recuperação. A distribuição de dureza também é homogênea ao longo da espessura da tira para todos os materiais, correspondendo bem com a homogeneidade dos contornos de alto ângulo e da espessura dos grãos.

LI *et al.* (2006) atribuí a microestrutura mais equiaxial nas regiões próximas as superfícies das tiras, dentre outros fatores, como uma consequência direta da elevada tensão de cisalhamento imprimida pelos rolos de laminação na ausência de lubrificação. Devido a essa tensão, a deformação plástica total se torna muito maior próxima à superfície, consequentemente uma microestrutura ultrafina com alta densidade de contornos de alto ângulo é rapidamente formada. Isso significa que a energia de ativação para a recuperação e migração de contorno de grão é maior nas regiões próximas a superfície. Adicionalmente, a geração de calor provocada pela deformação plástica é estimada como sendo maior na superfície. Devido a esses fatores, é esperado que a recuperação e a migração de contornos de grãos sejam acelerados na região da superfície, tornando os grãos mais equiaxiais. O menor espaçamento lamelar e os contornos de grãos mais retilíneos no aço inoxidável austenítico do que nos outros materiais metálicos é esperado devido à recuperação ser mais difícil. Esse aço também apresenta maior ponto de fusão, grande quantidade de elementos de liga e energia de falha de empilhamento mediana.

### 3.3 - Refino de Grão em Aços Carbono Convencionais

Apesar do grande empenho em se aumentar a resistência dos aços carbono, o material de engenharia mais amplamente utilizado na idade moderna, há poucos relatos do processamento desses aços pelos métodos de produção de metais de grão ultrafino aplicando a deformação plástica severa. Os estudos sobre o processamento de aços carbono pelo processo *Accumulative Roll-Bonding*, que é o mais promissor dentre todos do ponto de vista para transposição à escala industrial, são limitados. Essa escassez de trabalhos utilizando aços carbono pode ser atribuída às grandes tensões de trabalho necessárias para deformá-los, o que se torna um gargalo para diversos pesquisadores, devido limitações laboratoriais.

Alternativamente, será apresentado nessa seção resultados do processamento de aços carbono através de outras técnicas, como a deformação por compressão plana.

SONG *et al.* (2005) (B) publicaram interessante trabalho descrevendo a microestrutura e textura cristalográfica de um aço carbono-manganês (0,22%C) de granulação ultrafina produzido através de processamento termomecânico aplicando deformação por compressão plana a morno. A FIGURA 3.31 ilustra as rotas de processamento utilizadas pelos autores. Na rota de processamento para se obter microestrutura ultrafina a amostra foi austenitizada acima da temperatura de equilíbrio de austenita-ferrita ( $Ac_3$ ), 920°C por 3 minutos. Foi aplicado um passe de deformação logarítmica de 0,3 a uma taxa de deformação de  $10s^{-1}$  para se obter austenita completamente recristalizada. Em seguida a amostra foi resfriada até 550°C, temperatura da compressão plana a morno. Depois de 2 minutos de encharque à 550°C, a deformação foi realizada através de 4 passes, com um intervalo entrepasses de 0,5 segundos a taxa de deformação de  $10s^{-1}$ . Cada passe impôs uma deformação logarítmica ( $\epsilon$ ) de 0,4, acumulando uma deformação total de 1,6 ao final do processo. A amostra foi recozida a 550°C por 2 horas após o passe final, FIGURA 3.31(b).

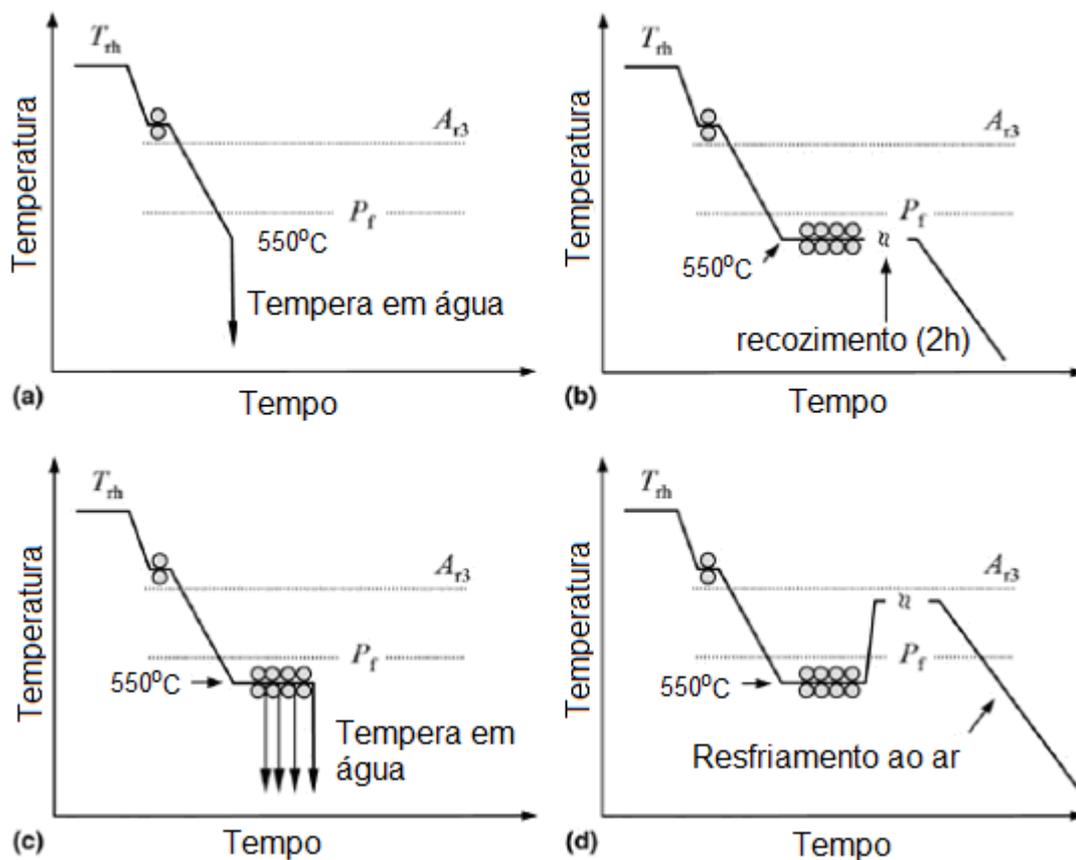


FIGURA 3.31 Ilustração esquemática de rotas de processamento aplicadas por SONG *et al.* (2005) (B); (a) rota convencional; (b) rota para produzir grão ultrafino; (c) rota para investigar evolução microestrutural durante a deformação; (d) rota de recozimento a temperatura elevada após deformação. ( $T_{rh}$ : temperatura de reaquecimento,  $A_{r3}$ : temperatura de transformação austenita-ferrita,  $P_f$ : temperatura final de transformação perlítica).

SONG *et al.* (2005) (B) obtiveram uma microestrutura com grãos de ferrita ligeiramente alongados, com presença de partículas de cementita em seu interior e ao longo dos contornos, FIGURA 3.32. Grande parte das colônias de perlita foram fragmentadas e transformadas em partículas de cementita após os quatro passes de deformação, FIGURA 3.32(b). Diferentes tamanhos de partículas de cementita (setas 1 e 2) e fragmentos de cementita (seta 3) estão heterogeneamente distribuídos na matriz ferrítica. As partículas coalescidas estão alinhadas ao longo dos contornos de grão, seta 1. O tamanho médio de grão ferrítico diminuiu e sua forma se tornou mais equiaxial com o aumento do grau de deformação.

TSUCHIDA *et al.* (2008) obtiveram uma microestrutura com grãos aproximadamente equiaxiais e partículas de cementita depositadas ao longo dos seus contornos, semelhante a microestrutura da FIGURA 3.32 d) obtida por SONG *et al.* (2005), FIGURA 3.33.

ZAHO *et al.* (2007) estudando a distribuição bimodal de tamanho de grão ferrítico em um aço carbono convencional obtida por recozimento após processamento em laminador de perfis apresentaram uma microestrutura em certos aspectos semelhantes as obtidas por de SONG *et al.* (2005) (B), grãos alongados com dispersão de finas partículas de cementita, FIGURA 3.34. Nesse trabalho os autores utilizaram a equação de Hall-Petch para correlacionar o limite de escoamento inferior ao tamanho médio de grão.

Nas FIGURAS 3.32(b), 3.33(a) e 3.34(a)-(c) as partículas de cementita estão disbruibuídas de forma heterogênea, apresentado grande concentração em algumas regiões. Essas regiões de alta densidade de partículas de cementita são importantes, pois elas podem conferir a microestrutura uma distribuição heterogênea de tamanhos de grãos, conferindo ao aço uma característica bimodal, de acordo com o relatado por Zhao *et al.* (2007).

A TABELA 3.3 sumariza o tamanho médio de grão, a fração de contornos de alto ângulo (CGAA) e o fator geométrico em função da deformação aplicada obtidos por SONG *et al.* (2005) (B). Com o aumento da deformação o fator geométrico se aproxima de 1, portanto os grãos se tornam mais equiaxiais. A fração de contornos de grão de alto ângulo reduziu após o segundo passe de deformação, aumentando no terceiro passe e atingindo um patamar.

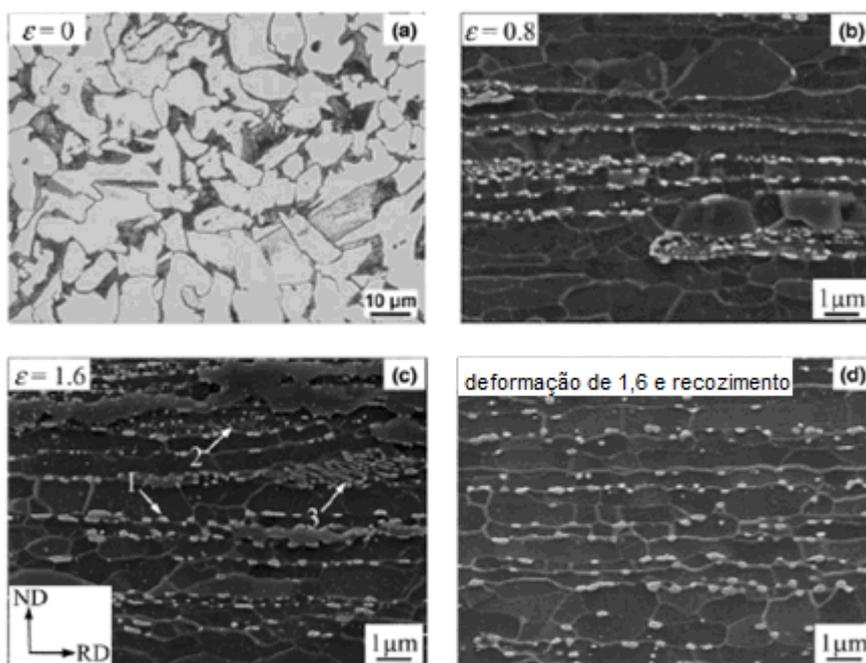


FIGURA 3.32: Evolução microestrutural do aço carbono durante a deformação e recozimento a 550°C. (a) microestrutura inicial; (b) microestrutura após dois passes de deformação; (c) microestrutura após quatro passes de deformação; (d) microestrutura após quatro passes de deformação e recozimento por 2 horas a 550°C, imagens de MEV (SONG *et al.*, 2005 (B)).

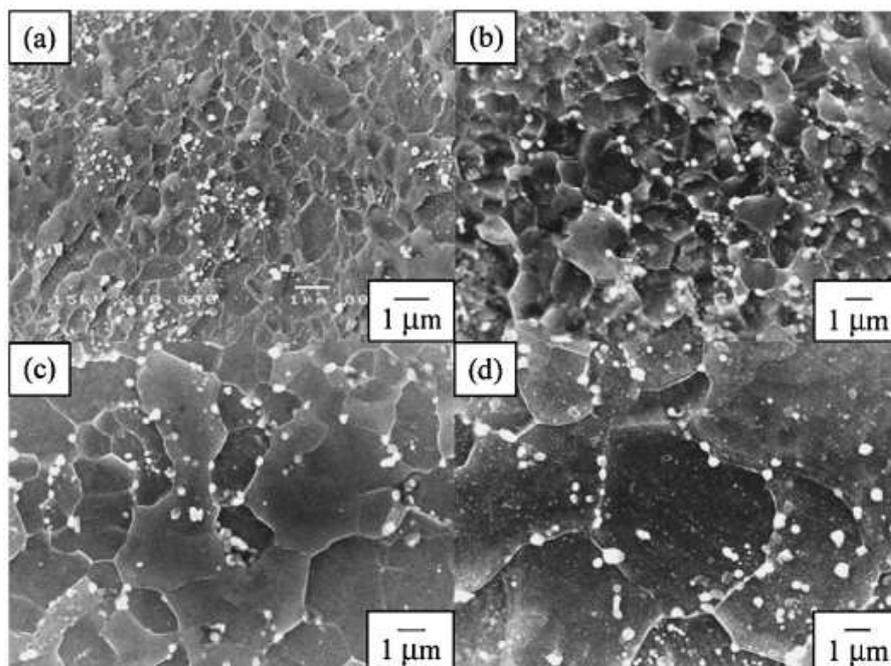


FIGURA 3.33: SEM imagens para aço carbono com diferentes tamanhos de grão. (a) 0,7 μm; (b) 1,8 μm; (c) 3,2 μm; (d) 13,6 μm (TSUCHIDA *et al.*, 2008).

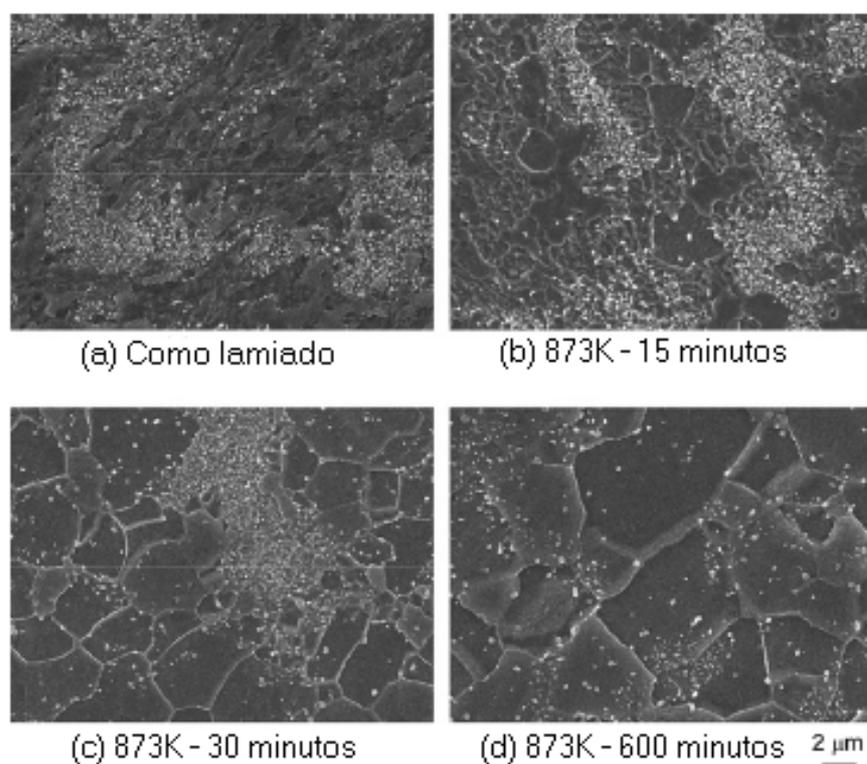


FIGURA 3.34: SEM micrografias da seção transversal de corpos de provas como laminados e recozidos (ZAHO *et al.*, 2007).

TABELA 3.3: Principais resultados obtidos por SONG *et al.* (2005) (B), valores aproximados.

Deformação ( $\epsilon$ )	d ( $\mu\text{m}$ )	% CGAA	Fator Geométrico
0	6,8	-	1
0,4	5,3	85	2,9
0,8	1,3	50	3,4
1,2	1,2	60	3,4
1,6	1,1	61	2,8
1,6 (recozimento)	1,1	63	1,5

Após recozimento da amostra deformada em quatro passes por duas horas a 550°C não houve mudança significativa do tamanho médio de grão, contudo os grãos se tornaram mais equiaxiais. Os fragmentos de cementita foram completamente esferoidizados em partículas globulares e homoganeamente distribuídas na matriz ferrítica, FIGURA 3.32(d). Comportamento similar foi observado por ZAHO *et al.* (2007), eles demonstraram que quando o tempo de recozimento a uma temperatura de 873 K é elevado há um aumento no tamanho médio de grão ferrítico, mudança gradual da forma do grão de alongado para equiaxial e melhor distribuição das partículas de cementita, obtendo se um microestrutura completamente homogênea aplicando um tempo de recozimento de 600 minutos, FIGURA 3.34(b)-(d).

Segundo SONG *et al.* (2005) (B), o surgimento de uma estrutura mais equiaxial após elevada deformação plástica e o aumento da fração de contornos de grão de alto ângulo pode ser atribuída a uma recuperação pronunciada da ferrita. Durante o processamento, o aumento do grau de deformação leva a um alinhamento das lamelas de cementita da perlita e em ultimo estágio ao alinhamento das partículas de cementita, FIGURA 3.32(c).

A FIGURA 3.35 mostra o efeito da deformação na evolução microestrutural, na forma de desenho esquemático e imagens de MEV. Depois de pequena deformação plástica os grãos de ferrita se tornam alongados, as lamelas de cementita da perlita giram perpendicularmente a direção de compressão e ao mesmo tempo parte dessas lamelas se fragmentam em finas partículas, que se aglomeram ao longo do contorno de grão, FIGURA 3.35(a) e (b). Após elevada deformação plástica, grandes partículas de cementita são coalescidas ao longo dos contornos de grãos, com algumas permanecendo finamente dispersas em seu interior.

Essas partículas impedem que os contornos de grão migrem na direção de compressão, atuando como obstáculos, fazendo que os grãos adquiram a forma alongada. Grande parte dos grãos ferríticos apresentam estrutura de subgrãos em seu interior, o que constitui importante mecanismo no processo de refino de grão, FIGURA 3.35(c).

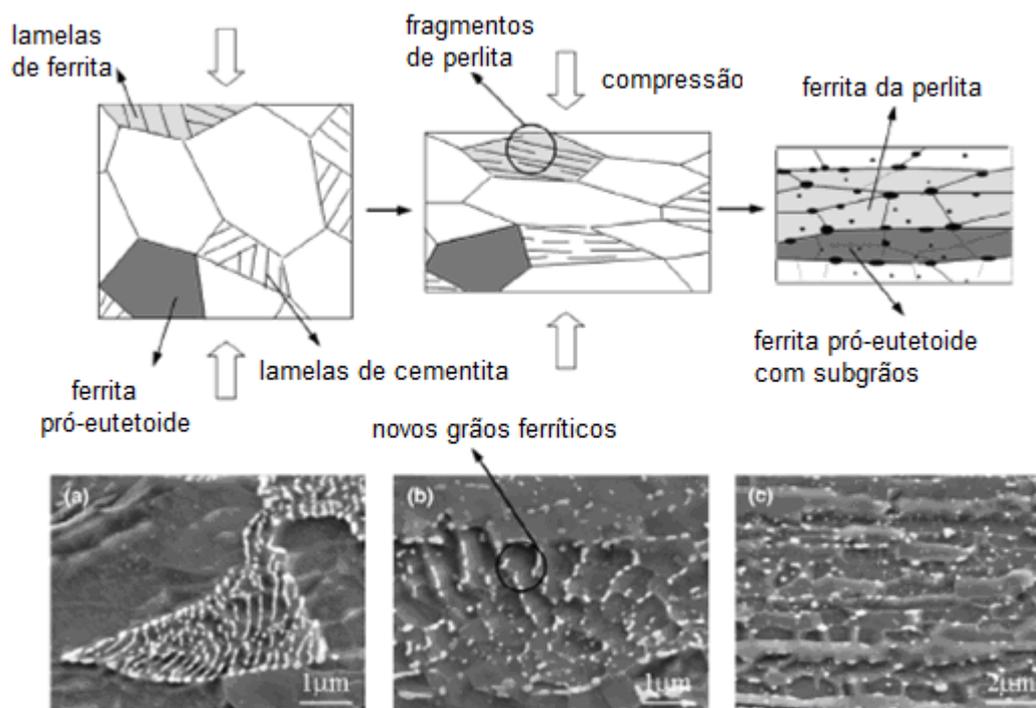


FIGURA 3.35: Desenho esquemático e imagens de MEV da evolução microestrutural durante a deformação plana de aço carbono (SONG *et al.*, 2005 (B)).

O processo de esferoidização durante a deformação plástica envolve a quebra das lamelas de cementita da perlita em finos fragmentos, sendo seguido pelo colapso desses fragmentos de forma competitiva. Fragmentos de cementita localizados nos contornos de grãos possuem maior velocidade de crescimento. Os contornos atuam como caminhos de maior mobilidade para a difusão de átomos de carbono, especialmente a esferoidização ocorre mais rapidamente nos pontos triplos de contorno de grão, onde a área de contato é maior e há mais caminhos para difusão. A taxa de esferoidização da cementita pode ser aumentada por um fator de seis vezes através de deformação plástica se comparada ao estado recozido.

A deformação plástica aumenta a concentração de lacunas do reticulado cristalino a um valor acima da concentração de equilíbrio, o que aumenta a taxa de difusão de átomos de carbono, contribuindo para maior velocidade de esferoidização. A maior densidade de deslocações e a maior fração de contornos de grão também podem contribuir para o aumento da velocidade de esferoidização da cementita. Apesar do grau de esferoidização aumentar com o incremento da deformação as partículas de cementita somente se tornaram homoganeamente distribuídas após a etapa de recozimento, FIGURA 3.32(d).

Ainda são observadas partículas finas de cementita dentro dos grãos de ferrita mesmo após o recozimento a 700°C. De acordo SONG *et al.* (2005) (B), durante a deformação essas partículas podem exercer forte força de ancoramento das deslocações individuais, gerando uma estrutura de deslocações ao seu redor, o que facilitaria a formação de novos contornos de grãos. Essas partículas de cementita ainda são responsáveis pela estabilidade da microestrutura a temperatura elevadas, mantendo o tamanho de grão invariável mesmo após o recozimento, TABELA 3.3. Dessa forma, os autores concluem que a formação e crescimento de grãos são controlados pelos átomos de carbono em solução sólida e pelas finas partículas de cementita.

Há uma pequena diferença entre o tamanho médio de grão entre as regiões de grande concentração de partículas de cementita ( $d_H$ ) e as regiões com menor concentração ( $d_N$ ), devido o maior ancoramento dos contornos de grãos nessas regiões de maior concentração impedindo o seu crescimento, mesmo após o recozimento em algumas faixas de temperatura e tempo. No trabalho de ZAHO *et al.* (2007) essa diferença foi da ordem de 0,5  $\mu\text{m}$ . Quando a amostra é recozida essa diferença se torna mais significativa, conforme demonstrado na FIGURA 3.36 compilada do trabalho dos autores mencionados anteriormente. Para uma temperatura de recozimento de 600°C K por um tempo de 60 minutos a diferença de tamanho médio de grão entre as regiões de baixa concentração de partículas de cementita e as regiões de alta concentração é superior a 4  $\mu\text{m}$ .

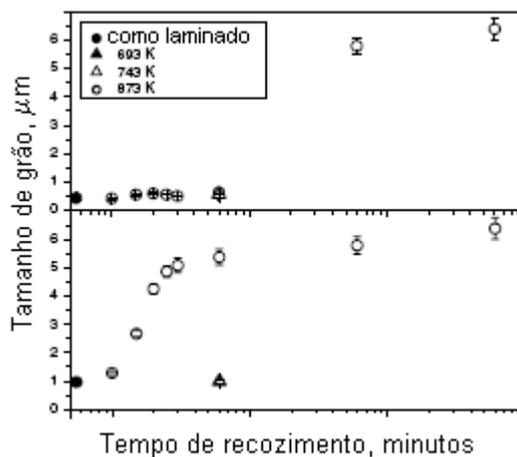


FIGURA 3.36: Tamanho médio de grão ferrítico para regiões de alta concentração de partículas de cementita ( $d_H$ ) e regiões de baixa concentração ( $d_N$ ) (ZAHO *et al.*, 2007).

Em trabalho paralelo estudando as propriedades mecânicas do mesmo aço 0,2%C-Mn exemplificado acima, SONG *et al.* (2005) (C) observaram que a redução do tamanho de grão de um tamanho inicial de 6,8 para 1,3 $\mu\text{m}$  após a deformação por compressão plana eleva o limite de escoamento do aço de um fator de aproximadamente 50%. Esse aumento do limite de escoamento é acompanhado da redução do alongamento total em aproximadamente 40% e um acréscimo na deformação de Lüders de 39%, FIGURA 3.37.

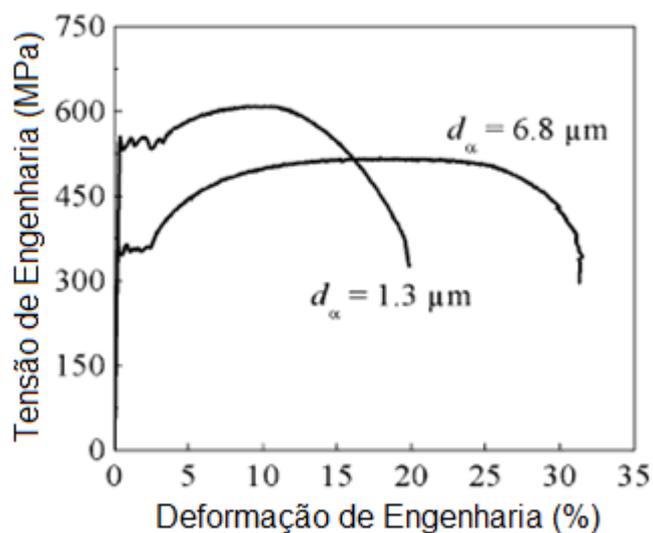


FIGURA 3.37: Comparação da curva tensão-deformação de engenharia para um aço carbono com diferentes tamanhos de grão (SONG *et al.*, 2005 (C)).

Um dos fatores que possivelmente limitariam o uso de materiais de grão ultrafino em aplicações industriais é a sua baixa ductilidade, problema descrito pela grande maioria dos pesquisadores que vem se dedicando aos estudos desse tipo de material. SONG *et al.* (2005) (C) obtiveram em seus estudos alongamento total de 20% para o aço carbono deformado por compressão plana. Esse bom valor foi atribuído a presença de partículas de cementita finamente dispersas na matriz ferrítica, o que pode ter aumentado a taxa de encruamento. Segundo os autores, uma distribuição homogênea de finas partículas de cementita efetivamente aumentam a capacidade de encruamento do aço através da promoção do acúmulo de deslocamentos ao redor dessas partículas durante a deformação plástica. Como já discutido, a queda de ductilidade dos materiais metálicos de grão ultrafino é atribuída a uma precoce instabilidade plástica, isso é, o aparecimento do pescoço logo nos estágios iniciais do regime plástico de deformação no ensaio de tração. Sabe-se que o pescoço surge quando a tensão verdadeira de fluxo plástico se iguala a taxa de encruamento ( $d\sigma/d\varepsilon$ , inclinação da curva tensão-deformação), a deformação uniforme cessa e inicia a deformação localizada. Como já referido anteriormente a redução do tamanho de grão aumenta grandemente a tensão de fluxo do aço, principalmente nos estágios iniciais do regime plástico. Por outro lado, esse mesmo refino de grão reduz consideravelmente a capacidade do aço de encruar.

Assim a tensão de fluxo se iguala a taxa de encruamento logo nos estágios iniciais da deformação plástica, ocorrendo a formação de pescoço, limitando o alongamento uniforme e total do aço. Portanto, aumentar a capacidade de encruamento dos materiais metálicos demonstra ser a chave para se obter uma ductilidade adequada em materiais de grão ultrafino, como conseguiram SONG *et al.* (2005) (C) através da presença das finas partículas de cementita dispersas na microestrutura ferrítica.

SONG *et al.* (2005) (C) também demonstram que a temperatura de transição dúctil-frágil reduz com o refino de grão ferrítico, FIGURA 3.16. O perfil da energia absorvida em função da temperatura de impacto muda suavemente na transição do regime frágil para o regime dúctil no aço de granulação ultrafina quando comparado ao aço de granulação convencional.

NAGAI (2001) estudando o processamento de um aço 0,15% C-Si-Mn através da laminação em um laminador de perfis e barras obtiveram um alongamento total de 20%, igual ao valor encontrado por SONG *et al.* (2005) (C), eles também demonstraram que a temperatura de transição dúctil-frágil também reduz com o refino de grão para o aço estudado.

Em um terceiro trabalho SONG *et al.* (2005) (A) estudaram a influencia da concentração de manganês na microestrutura e propriedades mecânicas do mesmo aço 0,2C%-Mn de granulação ultrafina processados previamente por compressão plana. Com o aumento da concentração de manganês de 0,74% para 1,52% em massa o tamanho médio de grão ferrítico reduziu de 1,3 para 0,8 $\mu$ m e sua forma se tornou mais equiaxial. Paralelamente a concentração de contornos de grãos de alto ângulo aumentou de 64 para 73%. Comportamento parecido teve o limite de escoamento e resistência, que tiveram seus valores aumentados em 80MPa. O manganês favorece o refino de grão através da formação de partículas de cementita mais finas e homoganeamente dispersas e do abaixamento da temperatura de transformação perlítica. Nesse trabalho é interessante ressaltar que a ductilidade do aço não foi degradada pelo refino de grão adicional promovido pela maior concentração de manganês. Isso pode ser atribuído ao aumento da taxa de encruamento ocasionado pela finas partículas de cementita dispersas na matriz ferrítica, atuando como obstáculos ao movimento das deslocções.

Todos os resultados e conclusões obtidos por SONG *et al.* (2005) (A)-(C) devem ser analisados e discutidos com ressalvas. Apesar de seus resultados serem promissores e seus direcionamentos importantes para o aprimoramento da ductilidade de materiais metálicos de grão ultrafino deve ser ressaltado que no seu trabalho o aço carbono manganês apresentou um tamanho médio de grão de  $1,3\mu\text{m}$ . Esse valor está consideravelmente acima dos tipicamente obtidos por rotas de deformação plástica severa, como no processo *Accumulative Roll Bonding* (ARB), onde TSUJI *et al.* (1999) obtiveram um tamanho médio de grão inferior a  $0,5\mu\text{m}$  processando um aço IF em 5 ciclos de colaminação a  $500^\circ\text{C}$ .

NARAYANA *et al.* (2008) em sua revisão bibliográfica sintetizam alguns resultados similares aos de SONG *et al.* (2005) (C) para o processamento isotérmico de um aço  $0,16\%C\text{-Mn}$  em passes múltiplos a  $500^\circ\text{C}$  e deformação equivalente total de 3,8. Após deformação plástica severa a microestrutura apresentou grãos ultrafinos de ferrita, tamanho médio de  $1\mu\text{m}$ , com finas partículas de cementita homogeneamente dispersas. Esses pesquisadores frisam que grandes quantidades de finas partículas de cementita são benéficas para a formação de uma estrutura ferrítica ultrafina, pois elas ancoram os contornos de grãos impedindo a sua migração. Segundo eles essas finas partículas estabilizam os grãos ultrafinos impedindo o seu crescimento e atuam elevando a temperatura de recristalização do aço. Os autores também observaram que a fração de contornos de alto ângulo sofreu uma drástica redução na deformação logarítmica inicial de 0,7. A fração de contornos de alto ângulo aumentou progressivamente com o grau de deformação plástica acumulada, atingindo o valor máximo para uma deformação total de 3,8, superior a fração de contornos de alto ângulo na condição inicial, prévia ao processamento. A fração de contornos de baixo ângulo apresentou um comportamento inverso ao da fração de contorno de grão de alto ângulo. Aumentou após a deformação logarítmica inicial de 0,7 e em seguida caiu progressivamente com o incremento do grau de deformação, estabilizando na deformação logarítmica de 3,0, FIGURA 3.38. O limite de escoamento e limite de resistência sofreram grande aumento na deformação de 0,7, e continuaram a aumentar linearmente com o grau de deformação. Comportamento contrário apresentou a temperatura de transição dúctil-frágil. Ela sofreu grande decréscimo na deformação acumulada de 0,7, em seguida aumentou e estabilizou após atingir deformação total de 1,5.

Para os autores, o grande aumento inicial do limite de escoamento, do limite de resistência, e a grande queda da temperatura de transição dúctil-frágil (TTDF) são conseqüências direta do aumento da fração de contornos de baixo ângulo. Não foram formados novos grãos para uma deformação de 0,7 e sim contornos de grão de baixo ângulo. Portanto, o aumento do limite de escoamento e de resistência e a queda na TTDF seriam conseqüências diretas do encruamento do aço, formação de contornos de baixo ângulo.

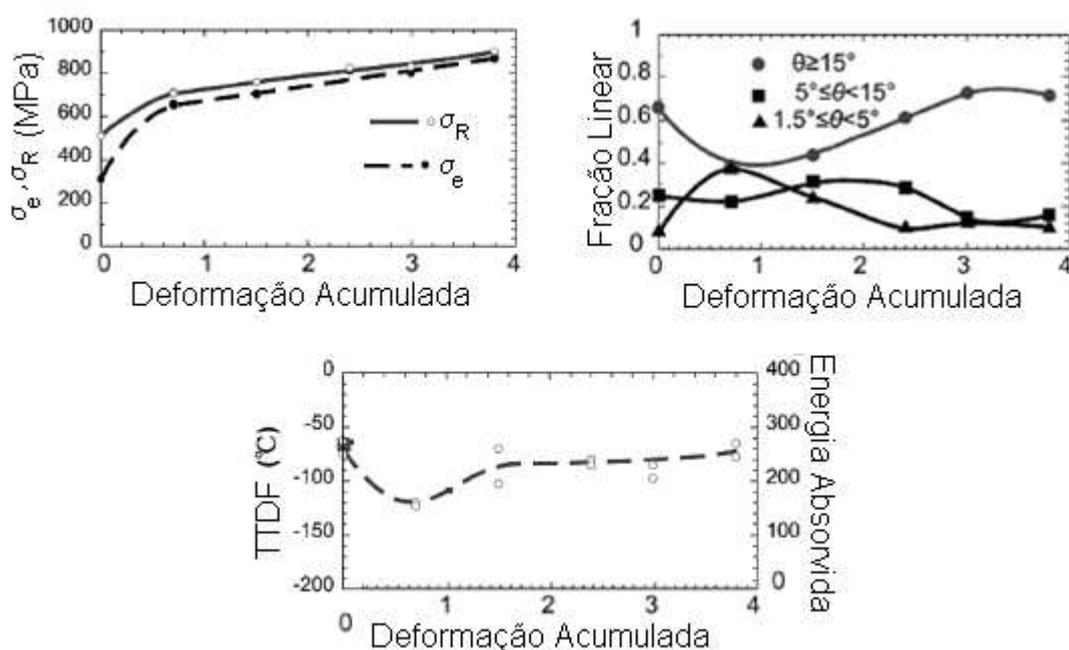


FIGURA 3.38: Correlação das características de contorno de grão com a deformação acumulada para um aço 0,16%C-Mn (NARAYANA *et al.*, 2008).

NARAYANA *et al.* (2008) apresentaram alguns gráficos interessantes correlacionando a ductilidade de aços C-1,5%Mn de grão ultrafino com a variação da concentração de carbono, FIGURA 3.39. O aço com uma concentração de carbono de apenas 0,02% em massa apresentou um alongamento total de apenas 5% e limite de escoamento de 700MPa, sem deformação uniforme. Isso indica que logo após o início do regime plástico o aço começa a deformar de forma instável, ou seja, há formação de pescoço, deformação localizada. Como visto anteriormente, a deformação plástica instável inicia quando a taxa de encruamento se iguala a tensão de fluxo.

Devido a uma pequena taxa de encruamento provocado pelo refino de grão a deformação localizada ocorre logo nos estágios iniciais do ensaio de tração e o aço apresenta uma deformação total reduzida e deformação uniforme nula. De acordo com a FIGURA 3.39(a) o alongamento total, o alongamento uniforme, o limite de escoamento e a tensão de fratura aumentam com a elevação do teor de carbono no aço, sendo que o limite de resistência passa a ser visivelmente perceptível para uma concentração de carbono de 0,45%. A taxa de encruamento ( $d\sigma/d\varepsilon$ ) também aumenta progressivamente com a concentração de carbono, FIGURA 3.39(b).

NAGAI (2001) demonstrou que o alongamento total de um aço carbono de grão ultrafino aumenta consideravelmente com o aumento do teor de carbono, concordando com o aumento da taxa de encruamento com o teor de carbono demonstrado na FIGURA 3.39 (b).

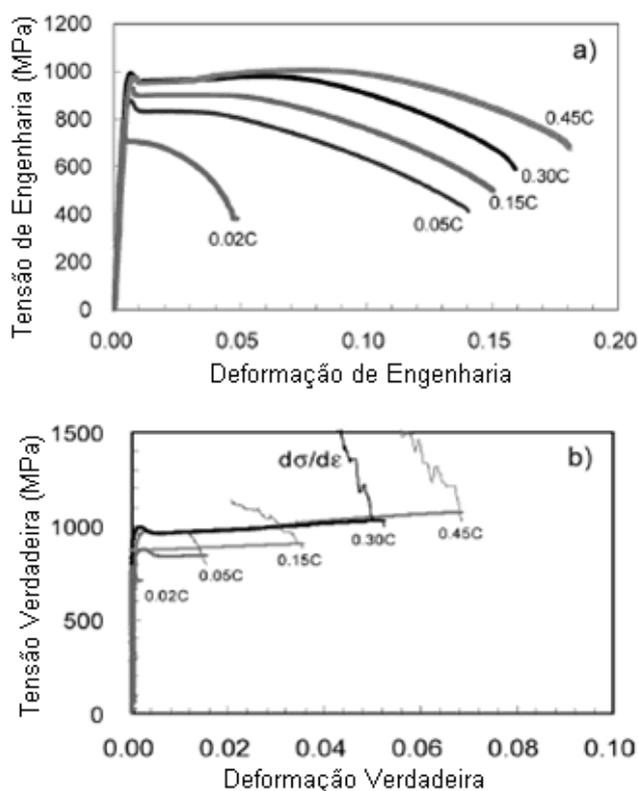


FIGURA 3.39: Curvas tensão-deformação de engenharia para aços carbono a diversas concentrações (a); Curvas tensão-deformação verdadeiras e taxa de encruamento ( $d\sigma/d\varepsilon$ ) a diversas concentrações de carbono (b) (NARAYANA *et al.*,2008).

SONG *et al.* (2005) (E) investigaram a variação da taxa de encruamento de aços carbono com o aumento do teor de carbono. Eles utilizaram aços com 0,15, 0,20 e 0,30% de carbono, processados conforme demonstrado na FIGURA 3.31 b). O aumento do teor de carbono de 0,15% para 0,30% altera a topologia espacial das partículas de cementita. No aço com 0,15% elas se localizam principalmente nos contornos de grãos, já no aço com 0,30% de carbono elas se distribuem nos contornos de grãos e dentro dos grãos, de forma mais homogênea. O tamanho de grão das partículas de cementita altera de 180nm no aço com 0,15% C para 160 nm no aço com 0,30% C. Os grão ferríticos se tornam menores e mais equiaxiais com o aumento do teor de carbono. O tamanho de grão ferrítico médio é de 1,4, 1,3 e 1,1  $\mu\text{m}$  para o aço com 0,15, 0,20 e 0,30% de carbono, respectivamente. O limite de escoamento e limite de resistência aumentam com o teor de carbono, o alongamento uniforme permanece praticamente constante e a deformação de Lüders diminui. O mais importante do trabalho dos autores nesse artigo foi demonstrar que a taxa de encruamento aumenta com a concentração em massa de carbono, conforme observado na FIGURA 3.40, concordando com o demonstrado por NARAYANA *et al.* (2008) na FIGURA 3.39.

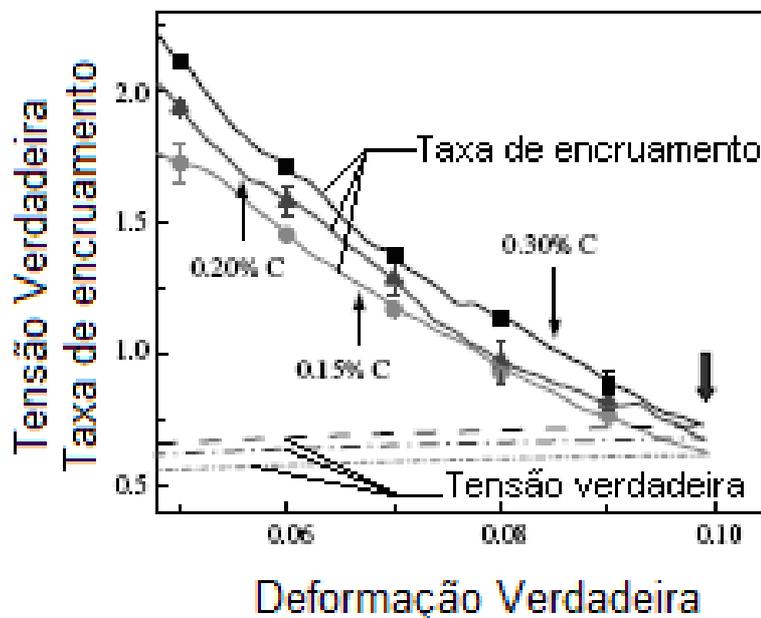


FIGURA 3.40: Mudança na taxa de encruamento ( $d\sigma/d\varepsilon$ ) e na tensão verdadeira em função da deformação verdadeira para aços com 0,15, 0,20 e 0,30% C (SONG *et al.*, 2005 (E))

Todos esses aspectos são atribuídos ao aumento da fração de partículas de cementita dispersas na microestrutura ferrítica, corroborando as diversas afirmativas feitas nesse texto que a presença dessas finas partículas concorre a favor para o aumento da taxa de encruamento, através atuação do mecanismo de Orowan, e conseqüentemente a elevação do alongamento uniforme e alongamento total.

### 3.4 - Ensaio de Torção

#### 3.4.1 - Simulação de Laminação por Ensaio de Torção

Ensaio de torção são comumente utilizados na simulação de programações de laminação. Devido à facilidade de se variar e controlar a velocidade de rotação da máquina de torção e conseqüentemente o torque aplicado ao corpo de prova, os testes podem ser realizados a uma ampla faixa de taxas de deformação. Ao contrário dos ensaios de tração e compressão uniaxial, na torção é possível se atingir elevadas deformações, já que não há a presença dos fenômenos de formação de pescoço e barrilamento.

Uma máquina de ensaios de torção pode ser hidráulica (“máquina mole”) ou mecânica (“máquina dura”). No geral elas consistem basicamente de um eixo fixo e um eixo móvel acoplados a uma garra onde é afixado o corpo de prova. Algumas máquinas possuem um forno acoplado ou uma resistência elétrica envolta ao corpo de prova para a realização de ensaios a quente. Uma célula de carga (célula de torque) faz a leitura automática do torque aplicado ao corpo de prova e da sua deformação angular. As máquinas modernas são operadas por softwares que permitem uma precisa programação dos ensaios, fornecendo ao usuário uma tabela com os valores de torque e deformação angular convertidos a tensão e deformação equivalentes. A TABELA 3.4 apresenta um exemplo de resultados do ensaio de um aço baixo carbono testado a 500<sup>0</sup>C a uma taxa de deformação de 0,1s<sup>-1</sup>.

TABELA 3.4: Resultados típicos de ensaio de torção fornecidos por máquinas operadas por software.

Tempo	Torque	Radianos	Deformação	Tensão
s	N-m	rad	rad	MPa
654,25	1,56	0,00	0,00	43,25
654,37	9,68	0,11	0,01	268,73
654,52	9,83	0,24	0,03	272,80
654,58	10,78	0,30	0,03	299,37
654,70	10,90	0,41	0,04	302,48
654,85	10,93	0,54	0,06	303,44
654,94	10,91	0,60	0,07	302,96
655,06	11,79	0,70	0,08	327,38
655,18	11,39	0,84	0,09	316,13
655,27	10,59	0,91	0,10	294,10
655,36	11,32	1,00	0,11	314,21
656,48	11,03	2,02	0,22	306,07
657,53	10,28	3,02	0,33	285,49
658,64	10,98	4,04	0,44	304,88
659,69	9,91	5,03	0,55	275,19
660,80	10,59	6,02	0,65	294,10
662,24	10,39	7,37	0,80	288,36

O trabalho de CHO *et al.* (2001) é um exemplo didático da simulação de laminação a quente por ensaios de torção. Nesse trabalho os autores estudaram as características de recristalização estática, dinâmica e metadinâmica de um aço carbono microligado ao nióbio. As curvas da FIGURA 3.41 são curvas tensão-deformação de alguns dos resultados de torção simulando a recristalização estática. Essas curvas foram obtidas de corpos de prova ensaiados a 1000°C, usando uma taxa de deformação constante de 0,5s<sup>-1</sup>, deformação equivalente de 0,3 entre passes e intervalos variando de 0,5 a 500 segundos. Dessas figuras observa-se que quando o intervalo entre passes é pequeno pouco amaciamento acontece, tempo de 0,5 e 3,0 segundos. O fenômeno de recristalização é geralmente denominado amaciamento. Devido ao pequeno amaciamento, a fração da curva correspondente ao segundo passe de torção apresenta um pequeno encruamento. Quando o intervalo entre passes é aumentado, mecanismos de amaciamento como recristalização estática ou recristalização metadinâmica passam a ser operantes, reduzindo a densidade de deslocamentos, intervalo entre passes de 10, 50, 100 e 500 segundos.

Portanto, se o intervalo entre o primeiro e segundo passe de torção é grande o suficiente para permitir que os mecanismos de amaciamento desfaçam a estrutura de deslocamentos formada durante o primeiro passe, a curva correspondente ao segundo passe irá se comportar similarmente a primeira curva. Quanto maior o intervalo entre passes maior será a fração recristalizada ou amaciada.

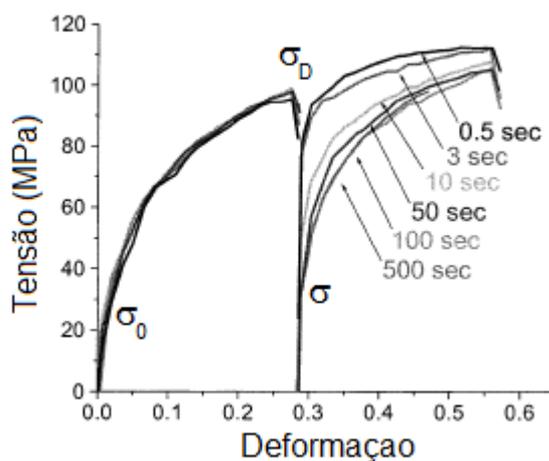


FIGURA 3.41: Curvas tensão-deformação para um aço carbono microligado ao nióbio obtidas de ensaios de torção a  $1000^{\circ}\text{C}$  e taxa de deformação de  $0,5\text{s}^{-1}$  (CHO *et al.*, 2001).

A fração amaciada ou recristalizada ( $X_R$ ) após a simulação da laminação pode ser calcula pela seguinte equação:

$$X_R = \frac{(\sigma_D - \sigma)}{(\sigma_D - \sigma_0)} \quad \text{Eq. 3.4}$$

$\sigma_0$  e  $\sigma_D$  são geralmente calculados traçando uma reta tangente na deformação correspondente a 0,002, a interseção dessa reta com as curvas de fluxo irá fornecer os valores das tensões.

Os valores de fração amaciada são comumente apresentados em uma curva em função do intervalo entre passes. Na FIGURA 3.42 estão plotadas a fração amaciada em função do intervalo entre passes para diversas taxas de deformação, resultados também obtidos por CHO et al. (2001).

A fração amaciada aumenta com a taxa de deformação para um determinado intervalo entre passes. As curvas apresentam um aspecto sigmoidal. O aumento da taxa de deformação aumenta a velocidade de recristalização. Para uma fração amaciada de 40% o intervalo entre passes deve ser de aproximadamente 2, 8 e 25 segundos para as taxas de deformação de  $5\text{s}^{-1}$ ,  $0,5\text{s}^{-1}$  e  $0,05\text{s}^{-1}$ , respectivamente.

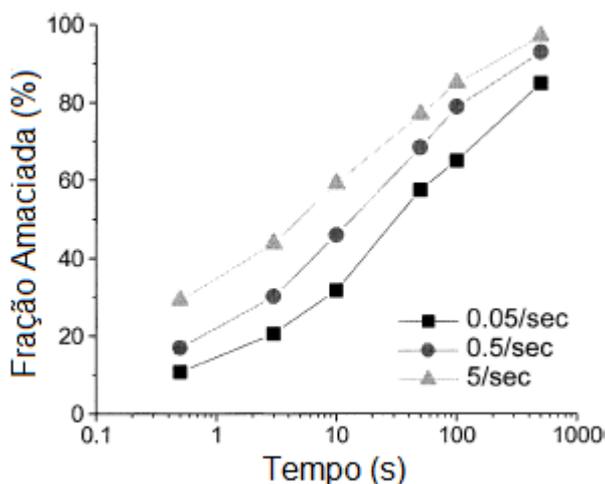


FIGURA 3.42: Efeito da taxa de deformação na fração amaciada de um aço carbono microligado ao nióbio a  $950^{\circ}\text{C}$  (CHO et al., 2001).

Curvas tensão-deformação obtidas em ensaios de torção são utilizadas para simular a recristalização dinâmica. A FIGURA 3.43 mostra as curvas tensão-deformação para um aço carbono microligado ao nióbio. A FIGURA 3.43(a) mostra o efeito da taxa de deformação na tensão de fluxo plástico a  $950^{\circ}\text{C}$ . O pico presente nas curvas em todas as taxas de deformação indicam que a recristalização dinâmica é efetiva.

No início da deformação plástica do aço ocorre o aumento da sua densidade de deslocações e a tensão de fluxo plástico aumenta continuamente atingindo um valor máximo, nesse ponto, o amaciamento se torna mais intenso e a tensão de fluxo reduz até atingir um patamar.

A FIGURA 3.43(b) mostra o efeito da temperatura na tensão de fluxo para uma taxa de deformação constante de  $1\text{s}^{-1}$ .

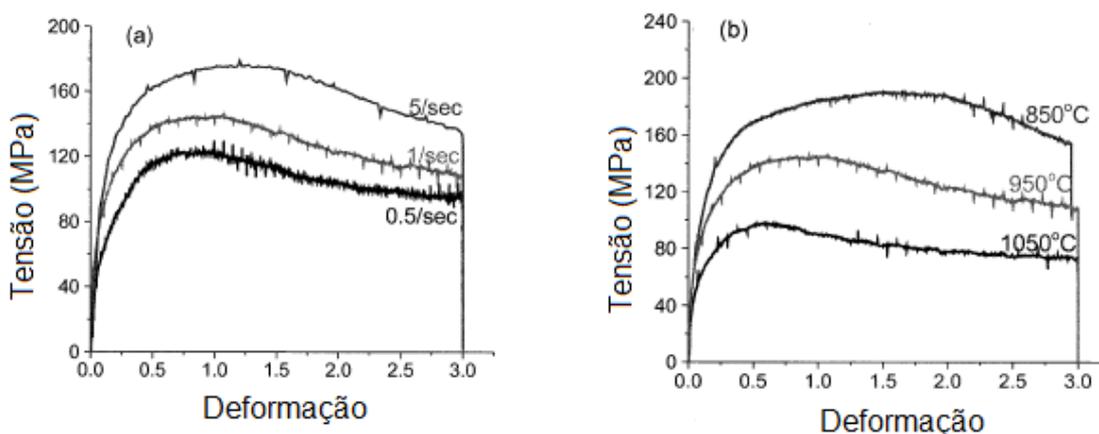


FIGURA 3.43: Curvas tensão-deformação para um aço carbono microligado ao nióbio obtidas por ensaios de torção. (a) em função da taxa de deformação a  $950^{\circ}\text{C}$ ; (b) em função da temperatura a uma taxa de deformação constante de  $1\text{s}^{-1}$  (CHO *et al.*, 2001).

EGHBALI *et al.* (2007) também desenvolveram um trabalho interessante estudando o amaciamento dinâmico da ferrita em um aço carbono utilizando ensaios de torção. Os ensaios foram conduzidos a temperatura de  $810^{\circ}\text{C}$ , região de estabilidade ferrita-austenita ( $\alpha+\gamma$ ), aplicando taxa de deformação de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ . Eles observaram que com o aumento da deformação até o valor de aproximadamente 2 o tamanho médio de grão ferrítico e a fração de contornos de grãos de alto ângulo rapidamente diminuem, sendo que a fração de contornos de baixo ângulo aumenta. Contudo, esses parâmetros permaneceram praticamente inalterados nas deformações superiores a 2. Os autores explicam que o mecanismo de amaciamento dinâmico observado durante a deformação plástica severa da ferrita pode ser explicado em termos de recuperação

dinâmica e recristalização dinâmica contínua. Recristalização dinâmica contínua é a contínua transformação dos contornos de grãos de baixo ângulo a contornos de grãos de alto ângulo com o aumento do grau de deformação plástica.

Alguns pesquisadores utilizam materiais modelos para simular a laminação a quente de aços através de ensaios de torção na temperatura ambiente. Tal procedimento visa evitar os gradientes térmicos a temperaturas elevadas. Esses gradientes podem influenciar nas análises dos resultados, pois o exato estado do aço se torna uma variável desconhecida. Materiais como chumbo, alumínio e resinas a base de petróleo são utilizados para esse propósito.

O chumbo, por exemplo, tem um encruamento parecido com o do aço, apresentando recristalização dinâmica a elevadas deformações e recristalização estática a temperatura ambiente. Cada material possui vantagens e desvantagens para um tipo específico de simulação. Um exemplo de simulação de laminação por ensaios de torção utilizando o chumbo para modelar o comportamento de aço é apresentado no trabalho de WONG *et al.* (1995). Nesse estudo os autores compararam os resultados de simulação obtidos por compressão plana e ensaios de torção. Eles concluíram que chumbo puro comercial é capaz de modelar a deformação a quente de aços. A tensão de escoamento média do chumbo comercial puro em passe único, duplo e em cinco passes de laminação é adequadamente simulada por ensaios de torção e compressão plana. Segundo os pesquisadores os resultados podem ser utilizados para simular as propriedades mecânicas produzidas por uma dada programação de laminação.

### **3.4.2 - Ensaios de Torção e a Produção de Metais de Grãos Ultrafinos**

Até o momento não há relatos na literatura internacional da utilização de ensaios de torção para a simulação do processo *Accumulative Roll-Bonding*. Contudo, a utilização desses ensaios para estudar os mecanismos de refino de grão através de processamentos termomecânicos em aços carbono é prática difundida há alguns anos.

AZEVEDO *et al.* (2005) utilizaram ensaios de torção a morno para estudar os efeitos dos parâmetros de processamentos termomecânicos na formação de grãos ultrafinos de ferrita através da sua transformação induzida por deformação e recristalização em um aço C-Mn e um aço microligado ao Nb-Ti. Os autores estimaram um tamanho de grão mínimo de aproximadamente  $1\mu\text{m}$  nas melhores condições de processamento. Eles concluem que o refino de grão implica na melhoria de propriedades mecânicas e que a composição química dos aços tem um efeito secundário no processo de refino quando comparada aos efeitos dos parâmetros de processamento termomecânico.

EGHBALI (2007) e ABDOLLAH e EGHBALI (2007) também são bons exemplos da aplicação dos ensaios de torção para estudar os mecanismos de refino de grãos em aço carbono. Eles investigaram os mecanismos de refino de grão durante a deformação a morno de um aço baixo carbono microligado ao nióbio. Os ensaios foram realizados na região de estabilidade ferrita-austenita ( $\sigma+\gamma$ ) a diversas taxas de deformação. Os autores afirmam que nos primeiros estágios da deformação plástica são formados contornos de grãos de baixo ângulo dentro dos grãos ferríticos. Com a continuidade da deformação, a desorientação desses sub-grãos aumenta continuamente, conseqüência da absorção de deslocações móveis dentro dos contornos, até que esses subgrãos se tornam contornos de alto ângulo. Para eles, ocorre um tipo de transformação dinâmica induzida pela deformação dos contornos de grãos de baixo ângulo a contornos de grãos de alto ângulo. Eles vão mais além e afirmam que a recristalização dinâmica contínua é responsável pelo processo de refino de grão da ferrita durante a deformação a morno.

BELADI *et al.* (2004) estudaram o efeito dos parâmetros de processamento termomecânico na deformação crítica necessária para a formação de grãos ultrafinos em um aço C-Mn-V através de ensaios de torção na região  $A_{e3}-A_{r3}$ . Os autores demonstraram que há duas deformações críticas: a primeira é para iniciar a transformação dinâmica da austenita em ferrita induzida por deformação plástica enquanto a segunda corresponde a formação de grãos ultrafinos na microestrutura final. Com a aplicação da torção eles puderam variar o efeito de diversos parâmetros na deformação crítica necessária para a formação de grãos ultrafinos, como a temperatura de deformação, tamanho prévio de grão austenítico, taxa de deformação e taxa de resfriamento após a deformação. Apesar da estreita janela de processamento o ensaio de torção permitiu um preciso controle dos parâmetros

citados, o que seria mais difícil de ser atingido usando um laminador experimental ou até mesmo de escala industrial.

### 3.5 - Referências Bibliográficas

ABDOLLAH, A. Z. and EGHBALI, B. Mechanism of Ferrite Grain Refinement During Warm Deformation of a Low Carbon Nb-Microalloyed Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 457, pp. 219-225, 2007.

AZEVEDO, G., BARBOSA, R., PERELOMA, E. V. and SANTOS, D. B. Development of an Ultrafine Grained Ferrite in a Low C-Mn and Nb-Ti Microalloyed Steels After Warm and Intercritical Annealing. *Materials Science and Engineering A*, v. 402 pp. 98-108, 2005.

AZUSHIMA, A., KOPP, R., KORHONEN, A., YANG, D.Y., MICARI, F., LAHOTI, G.D., GROCHE, P., YANAGIMOTO, J., TSUJI, N., ROSOCHOWSKI, A. and YANAGIDA, A. Severe Plastic Deformation (SPD) Processes for Metals. *Manufacturing Technology*, v. 57, p. 716-735, 2008.

BELADI, H., KELLY, G.L., SHOKOUHI, A. and HODGSON, P.D. Effect of Thermomechanical Parameters on the Critical Strain for Ultrafine Ferrite Formation Through Hot Torsion Testing. *Materials Science and Engineering A*, v. 367, p. 152-161, 2004.

BERGWERF, R. *Ultrafine-Grained Ferritic Steels; A Literature Review to Their Formation, Production and Properties*. Delft: Delft University of Technology, Department of Materials Science and Engineering, 2007. 92p.

CHO, S. H., KANG, K. B. and JONAS, J. J. The Dynamic, Static and Metadynamic Recrystallization of a Nb-Microalloyed Steel. *ISIJ International*, v. 41, pp. 63-69, 2001.

COSTA, A. L. M., REIS, A. C. C., KESTENS, L. and ANDRADE, M. S. Ultra Grain Refinement and Hardening of IF-Steel During Accumulative Roll-Bonding. *Materials Science & Engineering A*, v. 406, p. 279-285, 2005.

DIETER, G.E. *Mechanical Metallurgy*. 3.ed. Boston: McGraw-Hill, 1986. 751p. Materials Science and Engineering Series.

EGHBALI, B. EBSD Study on the Formation of Fine Ferrite Grains in Plain Carbon Steel During Warm Deformation. *Materials Letters*, v. 61, pp. 4006-4010, 2007.

EGHBALI, B., ABDOLLAH, A. Z. and HODGSON, P. D. Dynamic Softening of Ferrite During Large Strain Warm Deformation of a Plain-Carbon Steel. *Materials Science & Engineering A*, v. 462, pp. 259-263, 2007.

FUKUDA, Y., OH-ISHI K., HORITA Z. and LANGDON T. G. Processing of a Low-Carbon Steel by Equal-Channel Angular Pressing. *Acta Materialia*, v. 50, pp. 1359-1368, 2002.

HAN, B. Q. and YUE, S. Processing of Ultrafine Ferrite Steels. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 136, pp. 100-104, 2003

HUNG, P. C., SUN, P. L., YU, C. Y., KAO, P. W. and CHANG, C. P. Inhomogenous Tensile Deformation in Ultrafine-Grained Aluminum. *Scripta Materialia*, v. 53, p. 647-652, 2005.

IVANISENKO, Y., LOJKOWSKI, W., VALIEV, R. Z., FECHT, H.-J. The Mechanism of Formation of Nanostructure and Dissolution of Cementite in a Pearlitic Steel During High Pressure Torsion. *Acta Materialia*, v. 51, pp. 5555-5570, 2003.

KRALLICS, G. and LENARD, J. G. An examination of the Accumulative Roll-Bonding Process. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 152, p. 154-161, 2004.

KRAUSS, G. *Steel; processing, structure and performance*. 2005ed. Ohio: ASM International, 2005. 602p.

LEE, S. H., SAITO, Y., TSUJI, N., UTSUNOMIYA, H. and SAKAI, T. Role of Shear Strain in Ultragrain Refinement by Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. *Scripta Materialia*, v. 46, p. 281-285, 2002.

LI, B. L., TSUJI, N. and KAMIKAWA, N. Microstructure Homogeneity in Various Metallic Materials Heavily Deformed by Accumulative Roll-Bonding. *Materials Science & Engineering A*, v. 423, p. 331-342, 2006.

NAGAI, K. Ultrafine Grained Steel With Dispersed Cementite Particles. *Journal of Materials Science Technology*, v. 117, p. 329-332, 2001.

NARAYANA MURTY, S. V. S. and TORIZUKA, S. Microstructure-Mechanical Properties Correlation in Ultrafine Grained Steels Processed by Large Strain Warm Deformation. *ISIJ International*, v. 48, n. 8, pp. 1088-1095, 2008.

OKITSU, Y., TAKATA, N. and TSUJI, N. A New Route to Fabricate Ultrafine-Grained Structures in Carbon Steels Without Severe Plastic Deformation. *Scripta Materialia*, v. 60, pp. 76-79, 2009.

SAITO, Y., UTSUNOMIYA H., TSUJI, N. and 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.

SEGAL, V. M. Equal Channel Angular Extrusion: From Macromechanics to Structure Formation. *Materials Science and Engineering A*, v. 271, pp. 322-333, 1999.

SHIN, D. H., KIM, I., KIM, J. and PARK, K. T. Grain Refinement Mechanism During Equal-Channel Angular Pressing of a Low-Carbon Steel. *Acta Materialia*, v. 49, pp. 1285-1292, 2001.

SHIN, D.H and PARK, K.T. Ultrafine Grained Steels Processed by Equal Channel Angular Pressing. *Materials Science and Engineering A*, v. 410-411, p. 299-302, 2005.

(A) SONG, R., PONGE, D. and RAABE, D. Influence of Mn Content on the Microstructure and Mechanical Properties of Ultrafine Grained C-Mn Steel. *ISIJ International*, v. 45, n. 11, pp. 1721-1726, 2005.

(B) SONG, R., PONGE, D., RAABE, D. and KASPAR, R. Microstructure and Crystallographic Texture of an Ultrafine Grained C-Mn Steel and their Evolution During Warm Deformation and Annealing. *Acta Materialia*, v. 53, pp. 845-858, 2005.

(C) SONG, R., PONGE, D. and RAABE, D. Mechanical Properties of an Ultrafine Grained C-Mn Steel Processed by Warm Deformation and Annealing. *Acta Materialia*, v. 53, pp. 4881-4892, 2005.

(D) SONG, R., PONGE, D., RAABE, D., SPEER, J. G. and MATLOCK, D. K. Overview of Processing, Microstructure and Mechanical Properties of Ultrafine Grained BCC Steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 441, pp. 1-17, 2006.

(E) SONG, R., PONGE, D. and RAABE, D. Improvement of the Work Hardening Rate of Ultrafine Grained steels Through Second Phase Particles. *Scripta Materialia*, v. 52, p. 1075-1080, 2005.

THEODORE, Y. and LOWE, T. C. Observations and Issues on Mechanisms of Grain Refinement During ECAP Process. *Materials Science and Engineering A*, v. 291, pp. 46-53, 2000.

TSUCHIDA, N., MASUDA, H., HARADA, Y., FUKAURA, K., TOMOTA Y. and NAGAI, K. Effect of Ferrite Grain Size on Tensile Deformation Behavior of a Ferrite-Cementite Low Carbon Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 488, pp. 446-452, 2008.

TSUJI, N., SAITO, Y., UTSUNOMIYA, H. and TANIGAWA, S. Ultra-Fine Grained Bulk Steel Produced By Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. *Scripta Materialia*, v. 40, n. 7, p. 795-800, 1999.

TSUJI, N., ITO, Y., SAITO, Y. and MINAMINO Y. Strength and Ductility of Ultrafine Grained Aluminum and Iron Produced by ARB and Annealing. *Scripta Materialia*, v. 47, pp. 893-899, 2002.

TSUJI, N., SAITO, Y., LEE, S. H. and MINAMINO, Y. ARB (Accumulative Roll-Bonding) and Other New Techniques to Produce Bulk Ultrafine Grained Materials. *Advanced Engineering Materials*, v. 5, p. 338-344, 2003.

TSUJI, N., KAMIKAWA, N., UEJI, R., TAKATA, N., KOYAMA, H. and TERADA, D. Managing Both Strength and Ductility in Ultrafine Grained Steels, *ISIJ International*, v. 48, pp. 1114-1121, 2008.

VERHOEVEN, J. D. *Fundamentals of Physical Metallurgy*. 1.ed. New York: John Wiley & Sons, 1975. 567p.

YU, C.Y., KAO, P.W. and CHANG, C.P. Transition of Tensile Deformation Behaviors in Ultrafine-Grained Aluminum. *Acta Materialia*, v. 53, p. 4019-4028, 2005.

WONG, S. F., HODGSON, P. D. and THOMSON, P. F. Comparison of Torsion and Plane-Strain Compression for Predicting Mean Yield Strength in Single and Multiple Pass Flat Rolling Using Lead to Model Hot Steel. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 53, pp. 601-616, 1995.

ZHAO, M. C., YIN, F., HANAMURA, T., NAGAI, K. and ATRENS, A. Relationship Between Yield Strength and Grain Size for a Bimodal Structural Ultrafine-Grained Ferrite/Cementite Steel. *Scripta Materialia*, v. 57, p. 857-860, 2007.

## CAPÍTULO 4

### METODOLOGIA GERAL

#### 4.1 - Materiais

Os ensaios mecânicos, as análises metalográficas qualitativas e quantitativas e a redação do texto da tese e artigos para publicação se dividem em duas etapas principais: a primeira contempla a realização de experimentos para corroborar a eficácia dos ensaios de torção para simular a colaminação acumulativa (processo *Accumulative Roll-Bonding*) e a segunda aborda o estudo de diferentes qualidades de aços.

Na primeira etapa foi estudado um aço baixo teor de carbono do tipo SAE-1010 e na segunda foram investigados um aço médio teor de carbono do tipo SAE-1045 e um aço inoxidável austenítico do tipo AISI-304. Os aços SAE-1045 e AISI-304 foram adquiridos junto ao mercado varejista. O aço SAE-1010 foi cedido pela ArcelorMittal Aços Longos (Belgo Mineira). A TABELA 4.1 apresenta a composição química conforme especificada por norma para esses aços (STEEL HEAT TREATMENT AND HANDBOOK, 2006).

TABELA 4.1: Composição química especificada por norma dos aços estudados (SAE INTERNATIONAL, 2001).

Elemento (%)*	Aço		
	SAE-1010	SAE-1045	AISI-304
C	0,08 - 0,13	0,42 - 0,50	0,08
Mn	0,30 - 0,60	0,60 - 0,90	2,00
P	0,04	0,04	0,045
S	0,05	0,05	0,03
Si	-	-	1,00
Cr	-	-	18,0 - 20,0
Ni	-	-	8,0 - 10,5
N	-	-	0,10

\*os valores únicos são máximos

## **4.2 - Torção**

### **4.2.1 - Homogeneização da Microestrutura**

Para garantir que a microestrutura inicial dos corpos de prova eram idênticas e homogêneas foram realizados tratamentos térmico de recozimento pleno em cada um deles antes do início de cada ensaio.

Os aços carbono SAE-1010 e SAE-1045 foram aquecidos a uma taxa constante de  $3^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$  até a temperatura de  $900^{\circ}\text{C}$ , utilizando um tempo de encharque de 5 minutos. Depois do encharque os corpos de prova foram deixados esfriar dentro do forno, com a potência desligada, até a temperatura ambiente. Todo o processo de aquecimento, encharque e resfriamento foi realizado em atmosfera controlada de gás argônio para prevenir a oxidação dos corpos de prova. O recozimento do aço inoxidável austenítico seguiu uma rota semelhante ao aplicada nos aços carbono, diferindo na utilização de uma temperatura e tempo de encharque de  $1000^{\circ}\text{C}$  e 60 minutos respectivamente.

O forno utilizado no recozimento dos corpos de prova é do tipo radiante. Ele envolve todo o corpo de prova e uma parte das garras da máquina de torção, proporcionando um aquecimento rápido e uniforme. O forno é construído em alumínio e refrigerado a água. O aquecimento é feito por radiação infravermelha proveniente de lâmpadas halógenas com filamentos de tungstênio. O forno é controlado por um controlador de temperatura que não permite oscilação superior a  $3^{\circ}\text{C}$ .

### 4.2.2 - Ensaio

Nos ensaios de torção foram utilizados corpos de prova cilíndricos de 17mm de comprimento útil e 6,4mm de diâmetro útil. Todos os ensaios foram realizados a uma taxa de deformação fixa de  $10^{-1}s^{-1}$ . A FIGURA 4.1 apresenta o desenho de engenharia para a usinagem dos corpos de prova de torção utilizados nos experimentos.

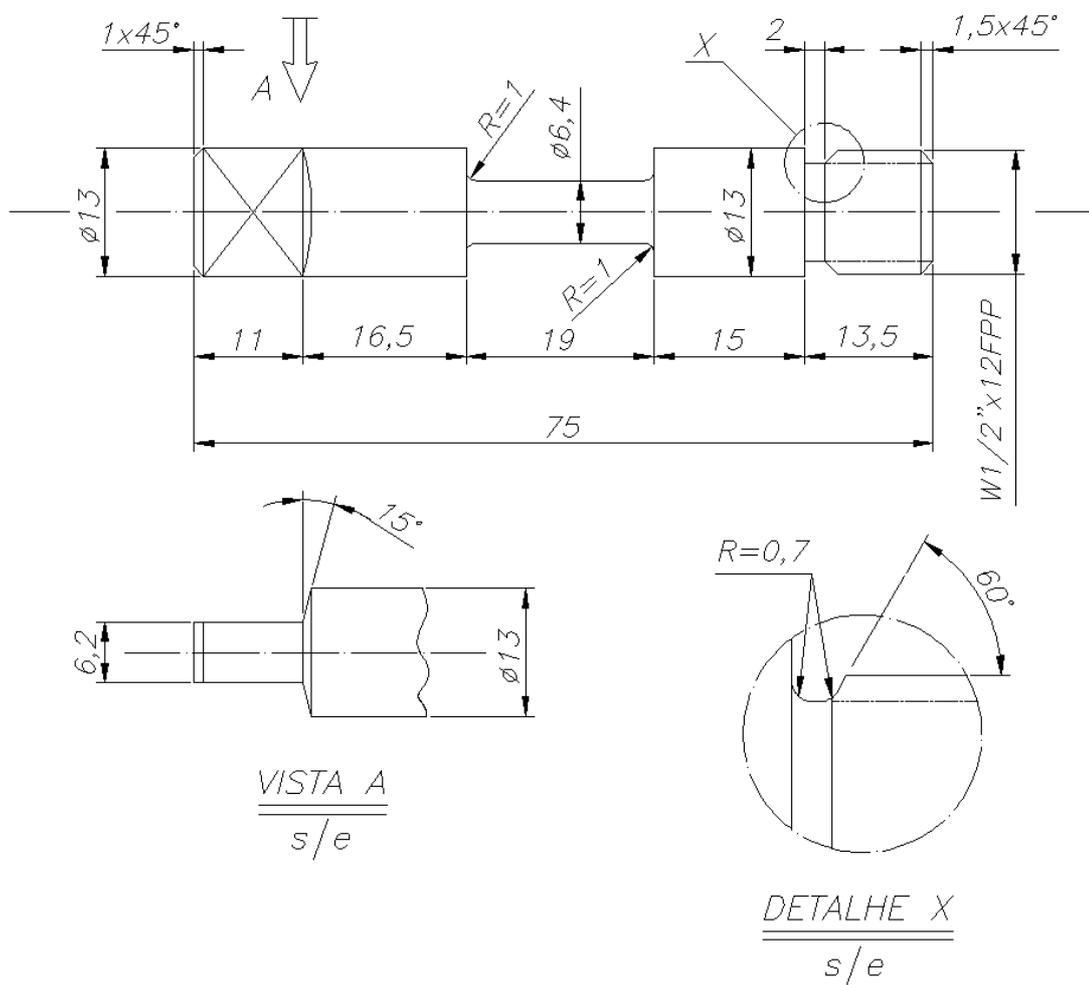


FIGURA 4.1: Desenho de engenharia do corpo de prova utilizado nos ensaios de torção (dimensões em mm).

Os corpos de prova foram aquecidos até a temperatura de ensaio utilizando uma taxa de aquecimento fixa de  $3^{\circ}\text{C}\text{s}^{-1}$  e atmosfera controlada de gás argônio, que foi mantida durante toda a realização do ensaio. Depois de atingida a temperatura de ensaio foi aplicado um tempo de encharque de 5 minutos para homogeneização. Foram realizados ensaios nas temperaturas de 500, 550, 600, 650 e 700°C em todos os aços. Para a simulação do processamento por *Accumulative Roll-Bonding* as amostras foram submetidas a cinco passes de torção, com deformação equivalente de 0,8 por passe, totalizando uma deformação acumulada de 4,0 ao final do quinto passe. Após cada passe os corpos de prova foram deixados resfriar dentro do forno até a temperatura ambiente com a potência desligada. O forno utilizado é o mesmo descrito no item 4.2.1. O diagrama esquemático da programação dos ensaios está representado na FIGURA 4.2. Foram aplicadas também deformações intermediárias com o objetivo de se investigar a evolução do tamanho médio de grão com o grau de deformação acumulada, esses ensaios foram conduzidos na temperatura de 500°C.

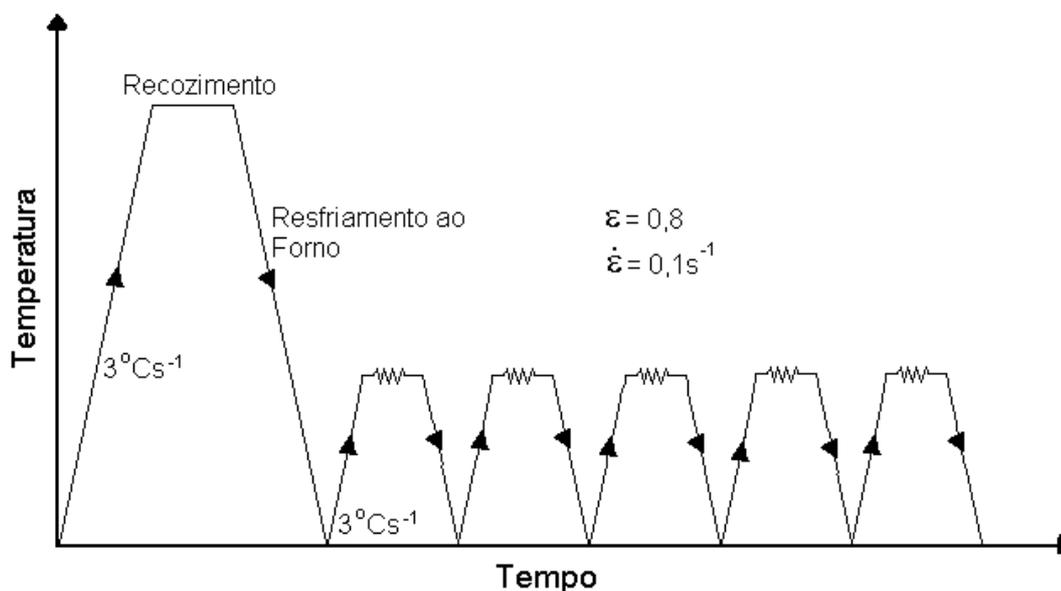


FIGURA 4.2: Diagrama esquemático da programação dos ensaios.

Adicionalmente, foram realizados ensaios permitindo que os corpos de prova deformassem até a sua fratura em uma amostra de aço SAE-1010 na condição de recozida e em outra amostra processada simulando o processo *Accumulative Roll-Bonding*, ou seja, com microestrutura ultra-fina. Esses ensaios foram conduzidos a temperatura ambiente.

A máquina de torção utilizada nos experimentos é da marca MTS, uma máquina servo-hidráulica com uma célula de carga com capacidade máxima de torque de 250Nm. Essa máquina é interfaceada a um microcomputador. A programação dos ensaios é realizada através do software TestStarII<sup>®</sup>, que faz a operação automática da máquina e a coleta de dados convertendo os parâmetros de torque e deformação angular em tensão e deformação equivalentes. Maiores detalhes sobre ensaios de torção podem ser obtidos na seção 3.4.

### **4.3 - Caracterização Microestrutural**

#### **4.3.1 - Microscopia**

As análises metalográficas foram conduzidas em corpos de prova submetidos a apenas ao tratamento térmico de recozimento e corpos de prova ensaiados nas temperaturas de 500, 550, 600, 650 e 700°C com uma deformação acumulada de 4,0. Também foram realizadas análises nas deformações intermediárias para se estudar a evolução do refino de grão com o grau de deformação total.

Nas análises microestruturais foi utilizado o comprimento útil dos corpos de prova. O comprimento útil dos corpos de prova foi seccionado mecanicamente próximo ao seu raio de concordância. Para àquelas amostras que apresentaram fratura escolheu-se uma das extremidades fraturadas aleatoriamente. O comprimento útil dos corpos de prova foi embutido a quente com resina de baquelite, de modo que o seu eixo longitudinal ficasse paralelo a superfície do embutimento.

As amostras embutidas foram lixadas mecanicamente com lixas d'água de 100, 240, 320, 400, 600 e 1000 mesh, procurando retirar o mínimo de material possível do diâmetro do comprimento útil. Esse cuidado é importante porque no ensaio de torção a deformação plástica é máxima na região adjacente a superfície. Após o lixamento as amostras foram polidas utilizando pasta de diamante de 3, 2 e 1 $\mu$ m.

As amostras de aço carbono foram atacadas com solução de nital 2% por tempos variando de 8 a 20 segundos. As amostras de aço inoxidável foram atacadas com uma solução de água régia. No geral, as amostras ensaiadas a temperaturas mais baixas necessitaram de um tempo menor de ataque.

As análises em microscopia eletrônica de varredura foram realizadas utilizando as amostras preparadas para a microscopia óptica. Foi utilizado um microscópio da marca JEOL modelo 6360LV.

#### **4.3.2 - Determinação do Tamanho Médio de Grão**

O tamanho médio de grão ferrítico dos aços carbono e austenítico do aço inoxidável foi determinado fazendo análise de imagens das micrografias obtidas através de microscopia eletrônica de varredura. Para esse fim, foi empregando o software de tratamento de imagens ImagePro<sup>®</sup>. O método consiste em selecionar os grãos com o software, que por sua vez estima a sua área e em seguida esse valor de área é utilizado para determinar o diâmetro do grão. Para cada amostra foram analisados um total de 200 grãos, limitando o desvio experimental a no máximo 10%. O tamanho médio de grão foi estimado em uma amostra de cada aço no estado recozido e após o refino de grão nas temperaturas de 500, 550, 600, 650 e 700°C.

#### **4.4 - Microdureza**

Foram realizadas medidas de microdureza Vickers utilizando as mesmas amostras preparadas para a microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura. As análises foram realizadas aleatoriamente, aplicando carga de penetração de 0,5kgf, por um tempo de 30 segundos. Foram realizadas um total de 10 medidas para cada amostra. Seções tangenciais ao comprimento longitudinal dos corpos de prova foram selecionadas para as análises de microdureza.

#### **4.5 - Referências Bibliográficas**

STEEL HEAT TREATMENT HANDBOOK; steel heat treatment, metallurgy and technologies. Edited by TOTTEN, G. E. Taylor & Francis Group, London, 2006, 820p.

SAE INTERNATIONAL. J403; chemical compositions of SAE carbon steels. 2001, 9p.

## CAPÍTULO 5

### SÍMULAÇÃO DO PROCESSO ARB POR ENSAIOS DE TORÇÃO

#### 5.1 - Introdução

Nós últimos anos observou-se um crescente interesse das universidades, centros de pesquisa e indústria no desenvolvimento e aperfeiçoamento de novas rotas para a produção de materiais metálicos com granulação ultrafina. Esse crescente interesse é atribuído à inerente e exclusiva propriedade do refino de grão de aumentar simultaneamente a resistência mecânica e a tenacidade à fratura dos metais.

Os métodos de produção de metais de grãos ultrafinos se dividem em dois grandes grupos: os métodos baseados em tratamentos termomecânicos avançados e os métodos baseados na deformação plástica severa. Os tratamentos termomecânicos avançados combinam as transformações de fase em estado sólido com a aplicação de deformações controladas para se obter o refino de grão. Os métodos baseados na deformação plástica severa se utilizam da aplicação de grandes deformações a frio ou a morno para se obter o refino de grão.

As principais técnicas de produção de metais de grãos ultrafinos por deformação plástica severa são: *equal channel angular pressing*, *high pressure torsion* e *accumulative roll-bonding* (ARB). O processo ARB é o que apresenta maior possibilidade de transposição para a escala industrial. Essa técnica consiste da aplicação de elevadas deformações a chapas ou tiras de metais através de sucessivas colaminações, a frio ou a morno, sob altas condições fricção, ou seja, sem lubrificação.

O refino de grão no processo ARB é atribuído a recuperação dinâmica e a recristalização dinâmica contínua. Na grande maioria dos trabalhos científicos a respeito do processo ARB são utilizados metais e ligas de baixo limite de escoamento, como o alumínio, cobre e aço livre de intersticiais. Tal limitação pode ser atribuída à dificuldade de se alcançar cargas de laminações elevadas o suficiente em escala laboratorial para se deformar materiais mais resistentes como os aços carbono e os

aços inoxidáveis. Assim, o desenvolvimento de uma metodologia capaz de simular a colaminação acumulativa se tornou imprescindível para a investigação e desenvolvimento do processamento de materiais tão importantes quanto os aços. Os ensaios de torção são candidatos promissores na simulação do processo ARB. Eles vêm sendo utilizados na simulação da laminação a quente de aços carbono e aços inoxidáveis com grande aceitação a várias décadas. Esse estudo visa corroborar a eficácia dos ensaios de torção também na simulação do processo de colaminação acumulativa.

## 5.2 - Metodologia

Na simulação do processo ARB foi empregado um aço carbono convencional SAE-1010, denominado de agora em diante como aço 1010. Essa composição química foi escolhida porque na literatura são poucos os relatos de desenvolvimento de metais de grão ultrafino com teor de carbono em torno de 0,1% e também há evidências de que a cementita aumenta a ductilidade desses metais.

Foram confeccionados corpos de prova (CP) de torção conforme desenho da FIGURA 4.1 do CAPÍTULO 4. Esses corpos de prova receberam um tratamento térmico de recozimento objetivando homogeneizar a microestrutura à 900°C por 5 minutos em um forno radiativo com controle preciso de temperatura. Os ensaios de torção foram realizados em uma máquina hidráulica MTS com célula de carga de 250Nm de capacidade máxima e interface TestStarII® com um forno radiativo acoplado as garras fixadoras dos CP em uma atmosfera inerte de gás argônio. Os corpos de prova foram aquecidos até a temperatura de ensaio utilizando uma taxa de aquecimento de 3°C.s<sup>-1</sup>, submetidos a um encharque de 5 minutos e resfriados até a temperatura ambiente dentro do forno após cada passe. Esse procedimento foi repetido em todos os passes. Diferentes corpos de prova foram ensaiados à temperatura de 500°C, recebendo uma deformação verdadeira de 0,8 por passe, totalizando 5 passes e deformação equivalente acumulada de 4,0 a uma taxa de deformação de 10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>. Foram realizados ensaios complementares aplicando deformação total de 0,8, 1,6 e 5,6 para avaliar a evolução microestrutural com o grau de deformação e o efeito da deformação no tamanho médio de grão ferrítico.

Os corpos de prova ensaiados foram preparados para análise metalográfica através dos métodos tradicionais. As análises foram realizadas em seções tangências ao comprimento útil dos corpos de prova. O ataque químico foi realizado com uma solução de nital 2% e tempo de ataque de 8 segundos. Análises foram feitas utilizando microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O tamanho médio de grão foi obtido utilizando o software para tratamento de imagens ImagenPro® e uma contagem mínima de 200 grãos. Ensaios de microdureza Vickers foram realizados utilizando carga de penetração de 0,5Kgf.

## **5.3 - Resultados**

### **5.3.1 - Ensaio de Torção**

Na FIGURA 5.1 estão plotadas as curvas tensão-deformação equivalentes obtidas a partir do ensaio de torção realizado em uma amostra de aço carbono SAE 1010 ensaiada na temperatura de 500°C e taxa de deformação de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ . As oscilações da tensão de deformação nas curvas são devido a interferências no sistema de captação de dados da máquina de ensaios, contudo não interferiram no andamento dos experimentos e análise dos resultados.

Com exceção do primeiro e terceiro passe de deformação, em todos os demais a tensão máxima atingida em cada ensaio foi de aproximadamente 400MPa logo nos estágios iniciais, decaindo progressivamente e atingindo o valor aproximado de 390MPa ao término dos ensaios. O aspecto diferente da curva do primeiro passe de torção é devido ao encruamento inicial que a amostra sofre durante a deformação plástica.

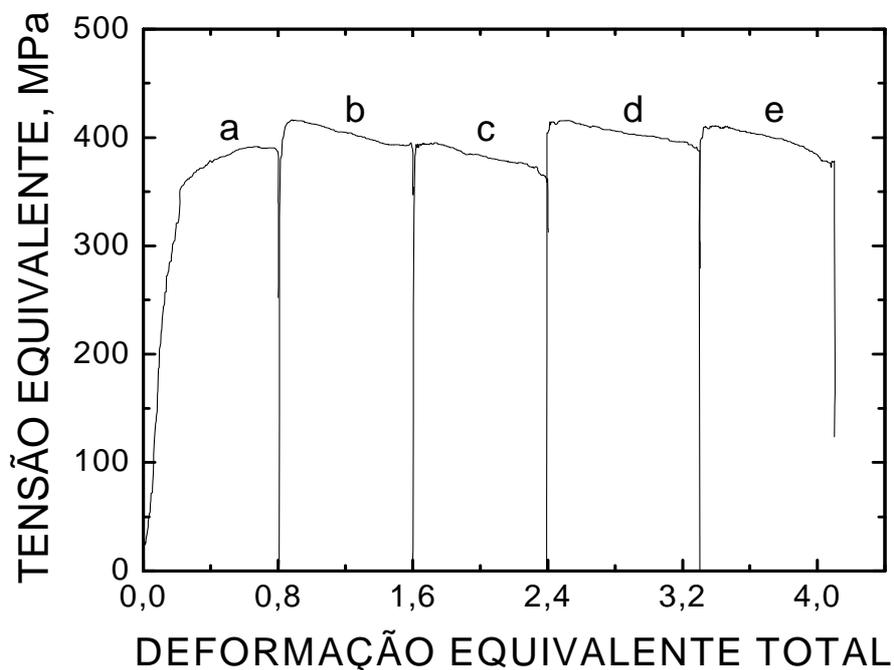


FIGURA 5.1: Curvas tensão deformação logarítmica para o aço SAE 1010 ensaiado por torção a 500°C e taxa de deformação de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ .

Curvas de corpos de prova ensaiados por torção até a fratura estão plotadas na FIGURA 5.2. Uma das curvas se refere a uma amostra de aço 1010 deformada até a ruptura no estado recozido a 900°C por um tempo de 5 minutos. A outra é do corpo de prova ensaiado simulando o processo *Accumulative Roll-Bonding* em uma temperatura de 500°C, taxa de deformação de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$  e deformação logarítmica total de 4 (5 passes de torção, correspondendo a cinco ciclos de processamento ARB) ensaiado até a ruptura a temperatura ambiente. Considerando uma deformação equivalente de 0,002, a tensão de fluxo plástico para o corpo de prova no estado recozido é de 350MPa e de 600MPa para o corpo de prova processado simulando o processo ARB. O corpo de prova no estado recozido rompeu na deformação de 3,9 e tensão de ruptura de 700MPa e o ensaiado simulando ARB atingiu deformação total de 1,3 e tensão de ruptura de 750MPa. É importante observar que as duas amostras apresentaram encruamento durante o ensaio, mesmo a processada simulando ARB sofreu um pequeno encruamento.

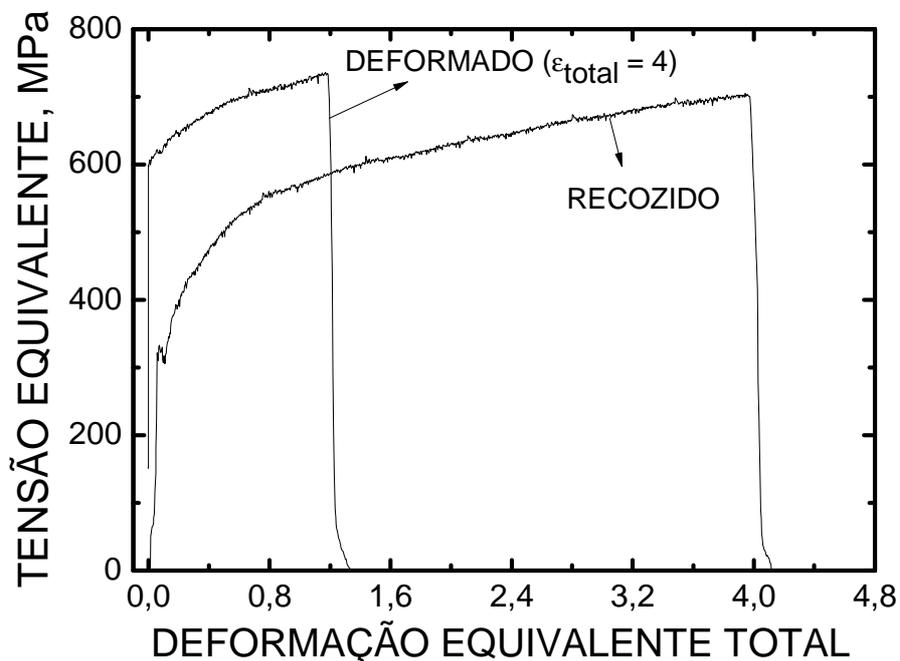


FIGURA 5.2: Comparação das curvas tensão-deformação para o aço 1010 deformado até fratura no estado recozido e após simulação de ARB em 4 passes de torção a 500°C, deformação total de 4 e taxa de deformação de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$  na temperatura ambiente.

### 5.3.2 - Análise Microestrutural

A microestrutura do aço na condição de recozido a 900°C por um tempo de 5 minutos para homogeneização da microestrutura consiste de grãos equiaxiais de ferrita e perlita, com tamanho médio de grão ferrítico de 13,7 $\mu\text{m}$ , FIGURA 5.3(a). Após os ensaios de torção a 500°C não é mais possível distinguir os grãos com o uso de microscopia óptica, FIGURA 5.3(b), nessa imagem só é possível notar algumas linhas escuras que provavelmente são lamelas de cementita da perlita alinhadas durante a deformação e que de certa forma se assemelham as imagens obtidas para aços severamente deformados a morno, como apresentado no trabalho de SONG *et al.* (2005), referenciado na seção 3.4, estudando a evolução microestrutural de aço C-Mn severamente deformado por compressão plana.

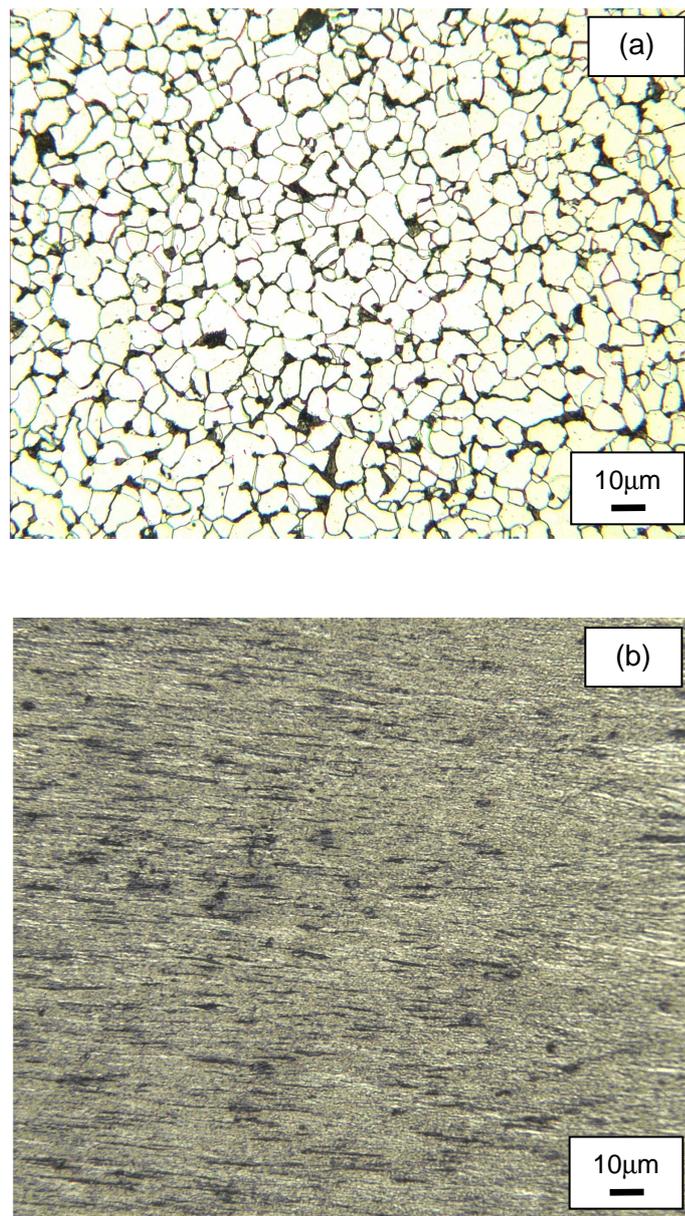


FIGURA 5.3: Microscopia óptica do aço 1010. (a) como recozido; (b) após ensaios de torção a 500°C,  $\epsilon_{\text{total}} = 4,0$ .

Na FIGURA 5.4 está a imagem obtida com microscopia eletrônica de varredura para o aço 1010, ensaiado por torção a 500°C, aplicando taxa de deformação de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$  e deformação logarítmica total de 4,0.

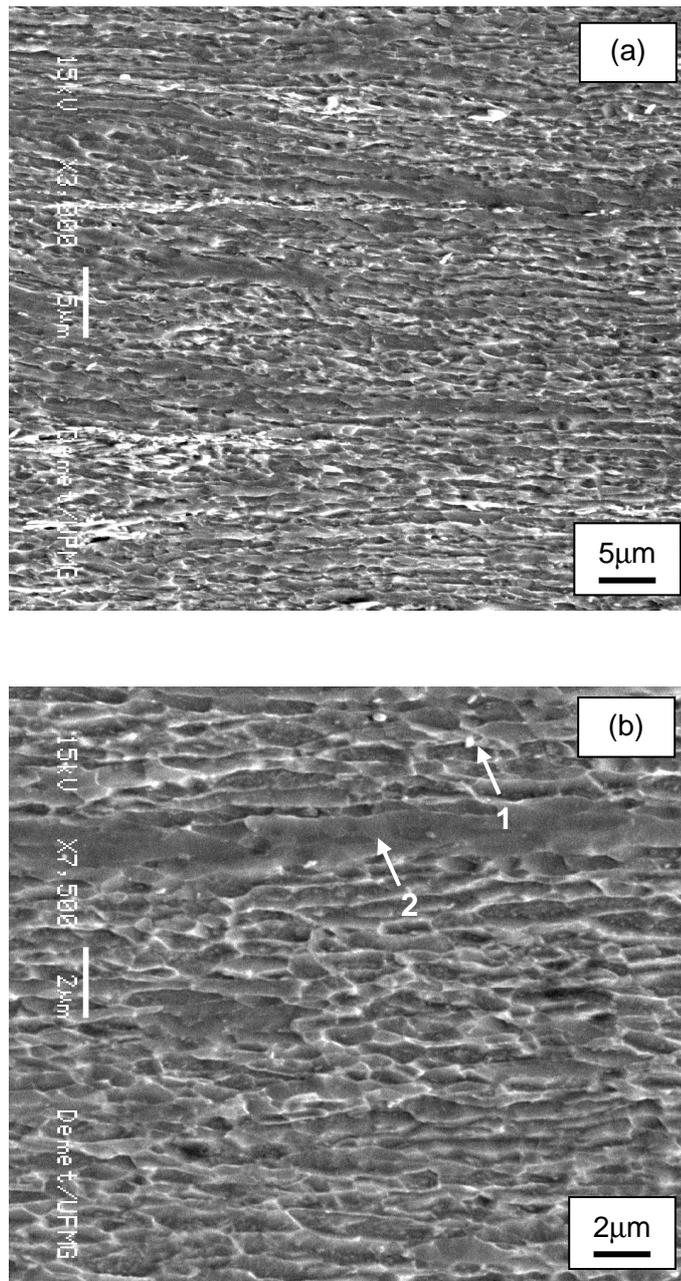


FIGURA 5.4: Microscopia eletrônica de varredura do aço 1010 após ensaios de torção a 500°C,  $\epsilon_{\text{total}} = 4,0$ . (a) aumento de 3000x; (b) aumento 7.500x.

O tamanho médio de grão ferrítico obtido após os ensaios de torção é de  $0,43\mu\text{m}$  com desvio padrão de  $0,05$ . Devido à baixa resolução das imagens não foi possível aplicar o método do intercepto linear, dessa forma o tamanho de grão foi determinado através de análises de imagens aplicando um software metalográfico destinado a esse fim. As análises consistiram em utilizar imagens de MEV com aumento elevado (acima de  $5000\times$ ) e determinar a área de cada grão utilizando o software, esses valores de área superficial foram convertidos para diâmetro médio dos grãos.

A grande deformação acumulada durante os ensaios de torção tornou o ataque das amostras difícil, mesmo após inúmeras tentativas com tempo de ataques inferiores a 15 segundos as imagens ficaram com baixa nitidez. Algumas lamelas fragmentadas de cementita da perlita inicial são claramente visíveis na FIGURA 5.4(a), alinhadas na mesma direção dos grãos ferríticos (estrias claras). Os grãos ferríticos estão ligeiramente alongados na direção de deformação, sendo que alguns são aproximadamente equiaxiais. Na FIGURA 5.4(b) há algumas partículas de cementita esferoidizadas no interior de alguns grãos (seta 1) e a presença de alguns grãos alongados coalescidos (seta 2), com alguns traços tênues em seu interior que podem ser contornos de baixo ângulo.

Foram realizados ensaios de torção complementares aplicando deformação logarítmica total de  $0,8$ ,  $1,6$  e  $5,6$  (1, 2 e 7 passes de deformação) para avaliar a evolução microestrutural e os mecanismos de refino de grão, FIGURA 5.5(a) e (b), e o efeito da deformação total acumulada no tamanho médio de grão ferrítico, FIGURA 5.5(c).

Na FIGURA 5.5(a) é facilmente visível a presença de subcontornos de grãos dentro dos grãos ferríticos, linhas claras, o início do alongamento desses grãos e o alinhamento e fragmentação da perlita. Na região delimitada pela circunferência na FIGURA 5.5(b) é possível ainda ver a presença de alguns contornos mais claros que podem ser contornos de baixo ângulo no interior de um grande grão ferrítico alongado. Após deformação de  $0,8$  o tamanho médio de grão ferrítico sofre apenas uma discreta redução em relação ao tamanho de grão da amostra no estado recozida. A FIGURA 5.6 sumariza a redução de tamanho médio de grão com a deformação logarítmica acumulada.

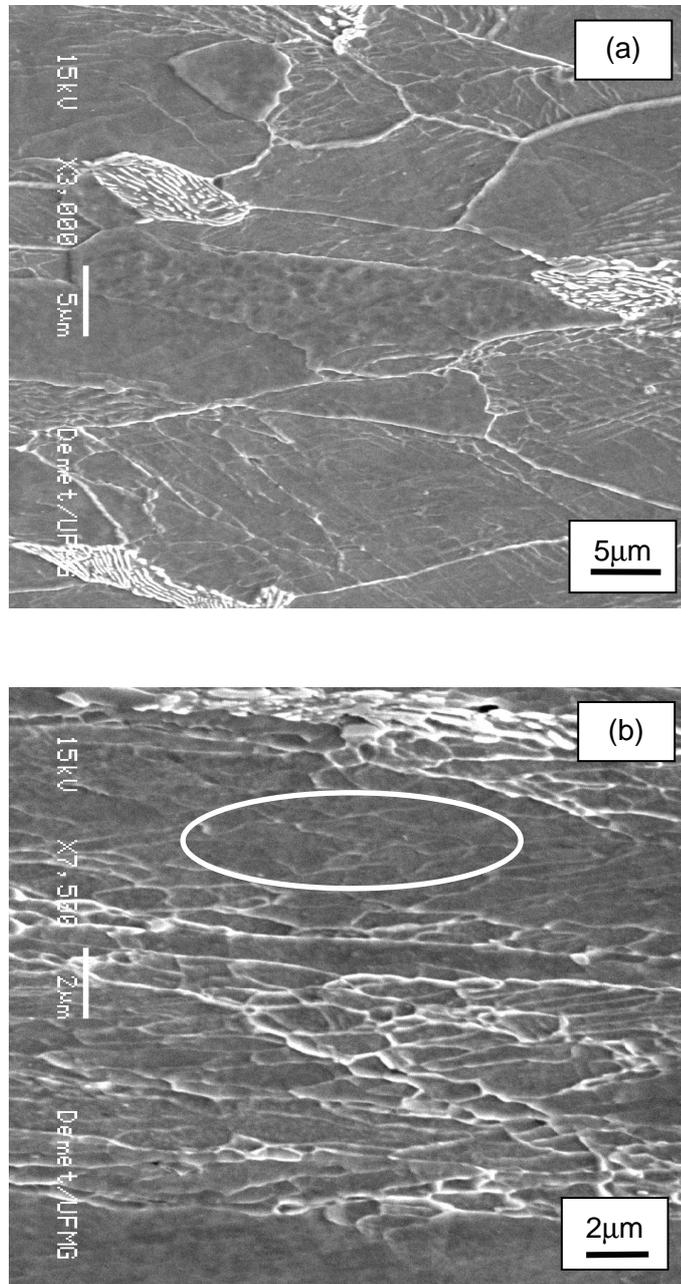


FIGURA 5.5: Evolução microestrutural com o grau de deformação a 500°C e taxa de deformação de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ . (a)  $\epsilon = 0,8$ ; (b)  $\epsilon = 1,6$ ; (c)  $\epsilon = 5,6$ .

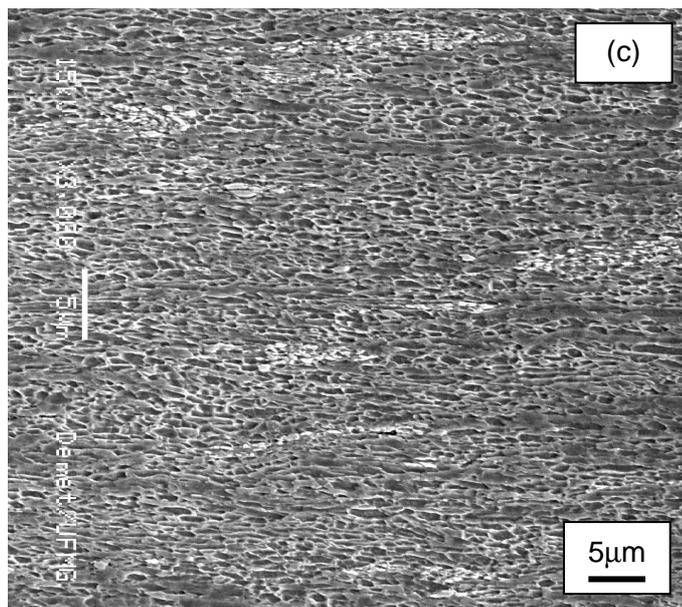


FIGURA 5.5: continuação.

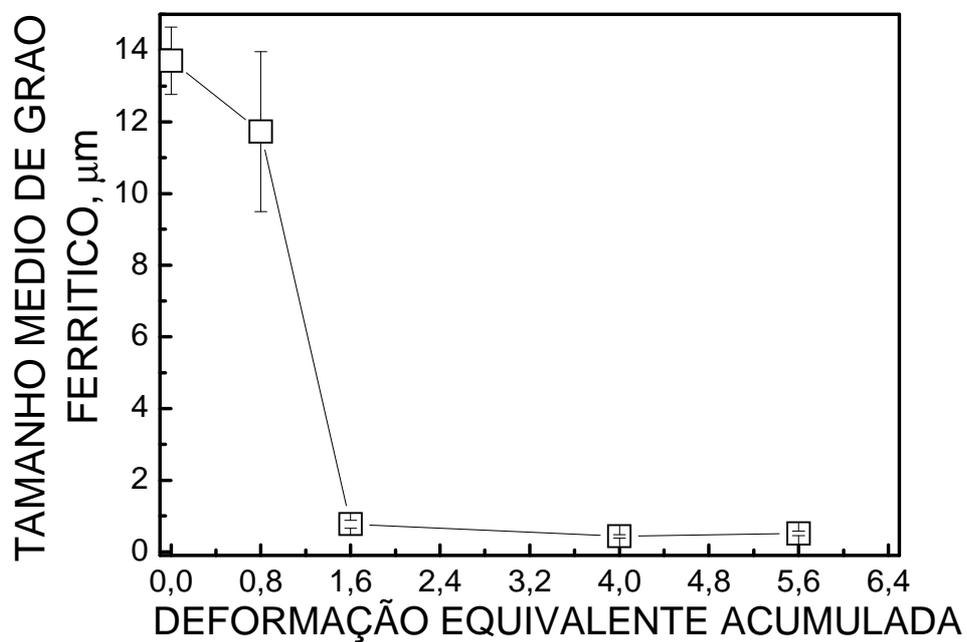


FIGURA 5.6: Evolução do tamanho médio de grão ferrítico para o aço 1010 com o grau de deformação em ensaio de torção a taxa de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$  a  $500^{\circ}\text{C}$ .

## 5.4 - Discussão

### 5.4.1 - Comportamento em Torção

As curvas tensão deformação em torção do aço 1010 são características de materiais metálicos que sofrem recuperação dinâmica durante a deformação plástica. O ferro  $\alpha$  (estrutura cristalina cúbica de corpo centrado) possui uma alta energia de falha de empilhamento, logo as suas deslocações tem grande facilidade de sofrer escorregamento cruzado termicamente ativado e poligonização, ou seja, elas tendem a se arranjar de forma mais organizada, formando uma espécie de estrutura celular. A curva (a) da FIGURA 5.1 corresponde ao primeiro passe de deformação de um total de 5 a 500°C. Nessa curva o aço sofre encruamento até o momento de interrupção do ensaio. A tensão inicial de fluxo do segundo passe (curva b) é aproximadamente igual a tensão no momento da interrupção do ensaio no primeiro passe, atingindo um valor máximo logo no início do escoamento e decrescendo continuamente até o término do ensaio. Todas as demais curvas, (c), (d) e (e) apresentaram o mesmo comportamento que a curva (b). Essa pequena redução no módulo de tensão de fluxo plástico é devido a recuperação dinâmica que ocorre durante os ensaios, essa recuperação é favorecida pela moderada temperatura de 500°C mantida ao longo da torção. Como esperado, não ocorre recristalização estática durante o resfriamento do corpo de prova após cada passe de torção e da mesma forma não se observou recristalização dinâmica no decorrer dos ensaios.

### 5.4.2 - Microestrutura e Mecanismos de Refino de Grão

Os estudos de aços carbono processados pelo processo *Accumulative Roll-Bonding* são escassos, talvez consequência de limitações de se atingir as cargas de trabalho necessárias para deformar esse material nos laminadores dos laboratórios. Sendo assim, as microestruturas obtidas para um aço *Interstitial Free* (IF) processado pelo processo ARB serão utilizadas para se comparar as imagens obtidas para o aço 1010 após a simulação de ARB por ensaios de torção.

Um dos raros trabalhos dissertando a respeito do processamento de um aço carbono por ARB foi desenvolvido por TSUJI *et al.* (2008). Nesse trabalho os autores fazem uma revisão da ductilidade de materiais processados por ARB e submetem um aço 0,14%C-Mn a seis ciclos de colaminação na temperatura ambiente. Após a colaminação as amostras foram recozidas entre as temperaturas  $A_1$  e  $A_3$  (região de estabilidade  $\alpha$  e  $\gamma$ ) e temperadas em solução de salmoura para se obter uma aço *Dual Phase* ( $\alpha$  + martensita).

A FIGURA 5.7(b) é uma imagem de microscopia eletrônica de transmissão (MET) do aço carbono processado por TSUJI *et al.* (2008) para comparação qualitativa do aspecto geral da microestrutura do aço SAE 1010 obtida por microscopia óptica (MO) após simulação de ARB, FIGURA 5.7(a). Apesar das técnicas de microscopia serem completamente diferentes o objetivo é demonstrar que o aço processado pelos pesquisadores japoneses e o estudado nesse trabalho apresentam estrutura lamelar semelhantes, com estrias escuras, perlita fragmentada, e estrias claras, grão ferríticos alongados.

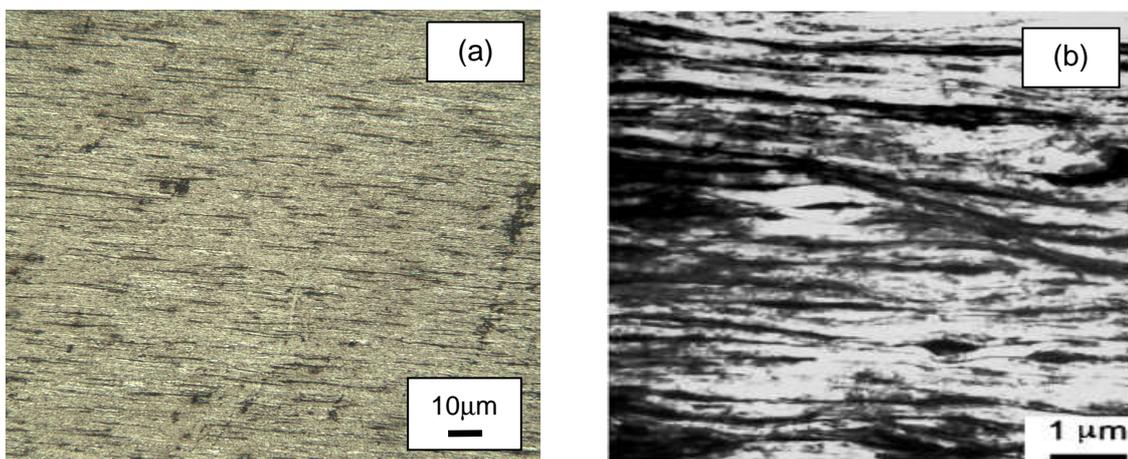


FIGURA 5.7: Comparação da microestrutura do aço 1010 após simulação de ARB (MO) (a) e do aço 0,14%C-Mn processado por TSUJI *et al.* (2008) em seis ciclos de ARB (MET) (b).

A imagem por microscopia eletrônica de varredura (MEV) do aço 1010 após simulação de processamento ARB é semelhante à imagem de EBSP obtida por LI *et al.* (2006) processando um aço IF por ARB a 500°C e seis ciclos de colaminação, deformação total de 4,8. Aqui novamente o objetivo é fazer uma comparação qualitativa, em virtude das técnicas de microscopia aplicadas serem distintas. Nas duas imagens, FIGURA 5.8(a) (MEV aço 1010) e FIGURA 5.8(b) (EBSP aço IF) os grãos ferríticos são alongados, com alguns completamente equiaxiais, sendo o tamanho médio de grão semelhante. Os contornos bem delineados nas duas imagens são basicamente contornos de grão de alto ângulo, com algumas linhas tênues em seu interior que são atribuídas a contornos de grão de baixo ângulo.

Do ponto de vista microestrutural, a simulação de ARB por ensaios de torção é satisfatória. Os grãos obtidos são morfologicamente semelhantes aos obtidos por outros pesquisadores trabalhando com processamento ARB, isso é uma indicação de que os mecanismos essenciais de refino de grão são basicamente os mesmos.

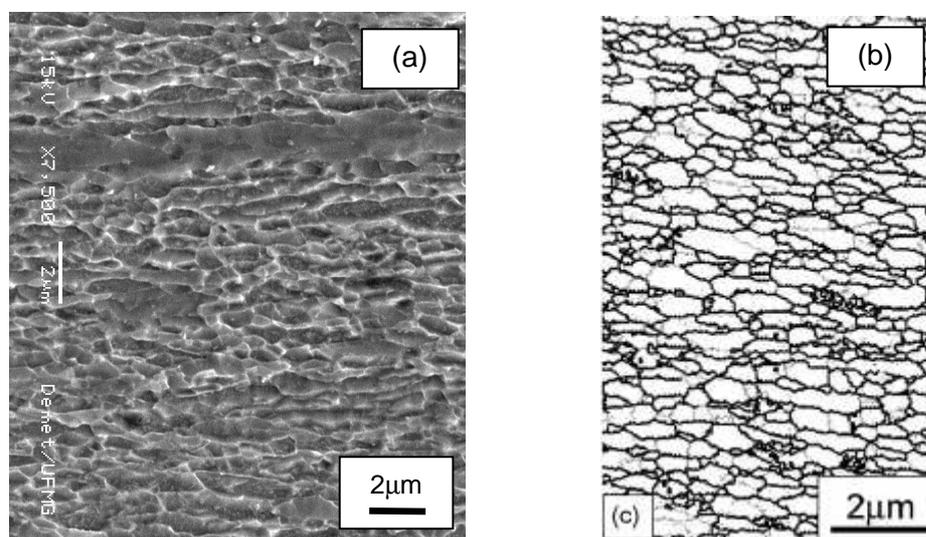


FIGURA 5.8: Comparação da microestrutura do aço 1010 após simulação de ARB (MEV) (a) e do aço IF processado por LI *et al.* (2006) em seis ciclos de ARB (EBSP) (b).

Para a maioria dos pesquisadores de metais de grão ultrafino obtidos por rota de deformação plástica severa, os grãos ultrafinos são formados pela subdivisão dos grãos originais em subgrãos nos primeiros estágios da deformação, e a recuperação e migração desses subgrãos para se formar contornos de alto ângulo nos estágios seguintes da deformação plástica. Especificamente no processamento ARB, LEE *et al.* (2002) demonstraram que a tensão de cisalhamento é de suma importância para formação de grãos ultrafinos.

Após o primeiro passe de torção no aço 1010, correspondendo ao primeiro passe de colaminação no processamento ARB, ocorreu a formação de contornos de baixo ângulo no interior dos grãos ferríticos originais, FIGURA 5.5(a). A redução do tamanho médio de grão é suave, podendo ser zero se considero o desvio experimental superior, FIGURA 5.6. Portanto, o primeiro passe de torção apenas promove a formação de subgrãos e só a partir do segundo passe o tamanho de grão é efetivamente reduzido. Esse aspecto é consistente com a curva (a) da FIGURA 5.1 que corresponde ao primeiro passe de torção, onde o aço encrua sem recuperar até o término do ensaio.

De acordo com a imagem da FIGURA 5.5(b) os subcontornos de grão são gradativamente transformados em contornos de alto ângulo, nesse ponto já são visíveis os grãos submicrométricos de ferrita. A curva (b) da FIGURA 5.1 indica que a partir do segundo passe de torção o aço sofre recuperação no andamento do ensaio, correspondendo com a presença dos primeiros grãos ultrafinos após deformação logarítmica de 1,6. Pode-se inferir que do primeiro para o segundo passe o processo de recuperação aliado a uma possível migração de subcontornos atuam conjuntamente na formação de grãos finos, processo conhecido como recristalização dinâmica contínua.

De acordo com a FIGURA 5.6, o tamanho médio de grão é grandemente reduzido após segundo passe de torção, deformação equivalente acumulada de 1,6. Após o quinto e sétimo passes, deformações acumuladas de 4,0 e 5,6 respectivamente, não ocorreu refino significativo de grão, a curva atinge um patamar. Considerações a respeito da influência das partículas de cementita no refino de grão serão feitas nos capítulos seguintes desse trabalho.

Foi realizado um ensaio adicional de torção aplicando deformação total de 5,6 (7 passes), objetivando avaliar o efeito do grau de deformação no tamanho médio de grão ferrítico. O tamanho de grão é aproximadamente igual ao da amostra deformada em cinco passes ( $\epsilon_{total} = 4,0$ ), FIGURA 5.6. São necessárias algumas medidas e ensaios complementares para confirmar esse resultado, porém, talvez, a maior contribuição de um maior grau de deformação seja no aumento da fração de contornos de alto ângulo.

No ensaio de torção de um sólido de geometria cilíndrica a tensão de cisalhamento varia linearmente ao longo do seu raio, sendo zero no centro e máxima na superfície. Conseqüência direta disso é que o tamanho médio de grão de um corpo de prova deformado por torção varia ao longo do raio da sua seção útil, apresentando os menores valores na região da superfície. Segundo LEE *et al.* (2002) e COSTA *et al.* (2005) a tensão de cisalhamento no processamento por *Accumulative Roll-Bonding* afeta grandemente o processo de refino de grão. A região onde a tensão de cisalhamento é máxima, superfície das tiras em contato com os rolos do laminador, o refino de grão é mais efetivo, com o tamanho médio de grão aumentando em direção ao centro da espessura das tiras.

Da mesma forma que no processamento por ARB, o refino de grão nos corpos de prova ensaiados por torção parece ser devido ao processo da subdivisão dos grãos originais em subcontornos e a transformação contínua desses subgrãos em grãos através de processos de recuperação dinâmica, rotação desses subgrãos para formar contornos de alto ângulo auxiliada pela deformação plástica e migração de curta distância.

#### **5.4.3 - Propriedades Mecânicas**

De acordo com a FIGURA 5.2, a tensão necessária para iniciar a deformação plástica do aço 1010 na condição de ensaio simulando o processo ARB é consideravelmente superior a tensão para início do fluxo plástico na amostra na condição de apenas recozida, 171% superior. Apesar da amostra ensaiada simulando o processo ARB ter rompido a uma deformação inferior ao da amostra na condição de apenas recozida há indício que a sua ductilidade pode ser significativa quando

ensaiada por tração uniaxial devido a presença de encruamento. Esse encruamento pode ser atribuído a presença de partículas esferoidizadas de cementita que atuam como obstáculos e fontes multiplicadoras de deslocamentos. Todos esses aspectos serão discutidos em maiores detalhes nos próximos capítulos.

A FIGURA 5.9 exibe a evolução da microdureza do aço 1010 em função da deformação equivalente acumulada para ensaios de torção realizados a 500°C e o aço na condição de apenas recozido.

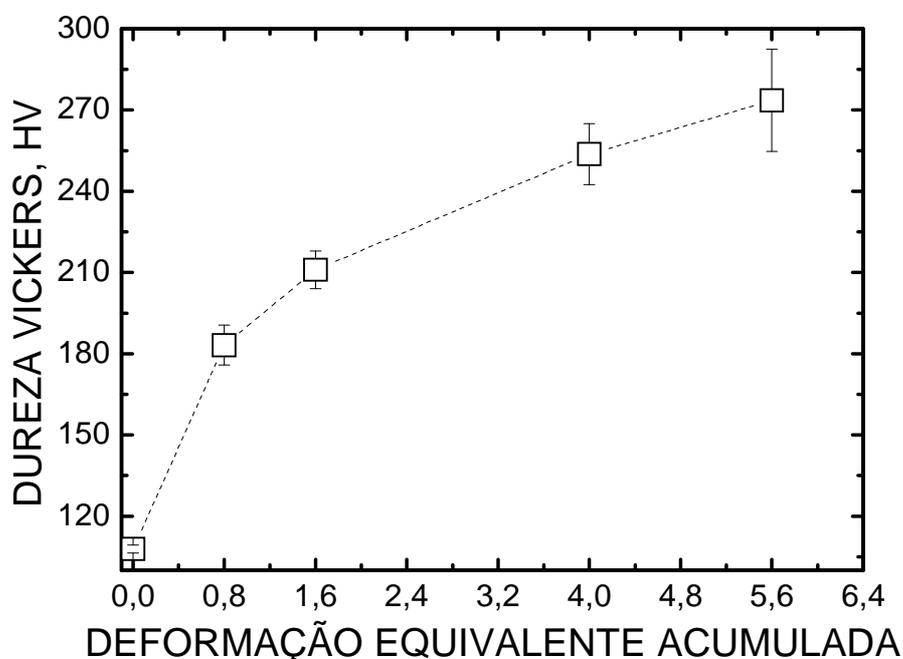


FIGURA 5.9: Evolução da microdureza do aço 1010 com o grau de deformação plástica para CP's ensaiados a 500°C.

Apesar da pequena redução do tamanho médio de grão após o primeiro passe de deformação (FIGURA 5.6), a microdureza do aço 1010 sofreu um aumento significativo. Ele passou de aproximadamente 110HV na condição como recozido para aproximadamente 180HV depois de deformado de 0,8. Esse aumento expressivo da microdureza Vickers pode estar associado ao surgimento de contornos de grãos de baixo ângulo já no primeiro passe de torção.

Após o segundo passe de torção a microdureza teve um aumento modesto, atingindo o valor aproximado de 200HV, mesmo o refino de grão tendo sido muito pronunciado. A microdureza aumenta continuamente com o grau de deformação plástica. Esse aumento contínuo da microdureza com a deformação acumulada pode ter ligação direta com o aumento da fração de contornos de grãos de alto ângulo, uma vez que de acordo com a FIGURA 5.6 o tamanho médio de grão permanece praticamente inalterado. Essa curva é idêntica a curva de dureza Vickers obtida por KRALLICS E LENARD (2004) estudando o processamento de um aço IF por ARB. Eles demonstraram que a dureza do aço IF aumenta com o número de ciclos de processamento, e correlacionaram essa dureza com o número de camadas após cada ciclo (FIGURA 3.15, seção 3.2.3.1). CHERUKURI *et al.* (2005) também obtiveram um perfil de dureza semelhante ao da FIGURA 5.9 processando alumínio puro através do processo ARB na temperatura ambiente.

A FIGURA 5.10 apresenta o gráfico da microdureza do aço 1010 em função do inverso da raiz quadrada do tamanho médio de grão ferrítico. Como observado, não é possível traçar uma curva reta através dos dados experimentais, isso é devido ao do refino de grão após deformação equivalente total de 4 ter sido muito pequeno e mesmo assim ter ocorrido um aumento significativo de dureza. Dessa forma, os dados experimentais não são adequadamente modelados pela equação de Hall-Petch. Por outro lado, se for considerado os desvios experimentais das medições de dureza, seria obtida uma reta passando pelos pontos experimentais de forma razoável.

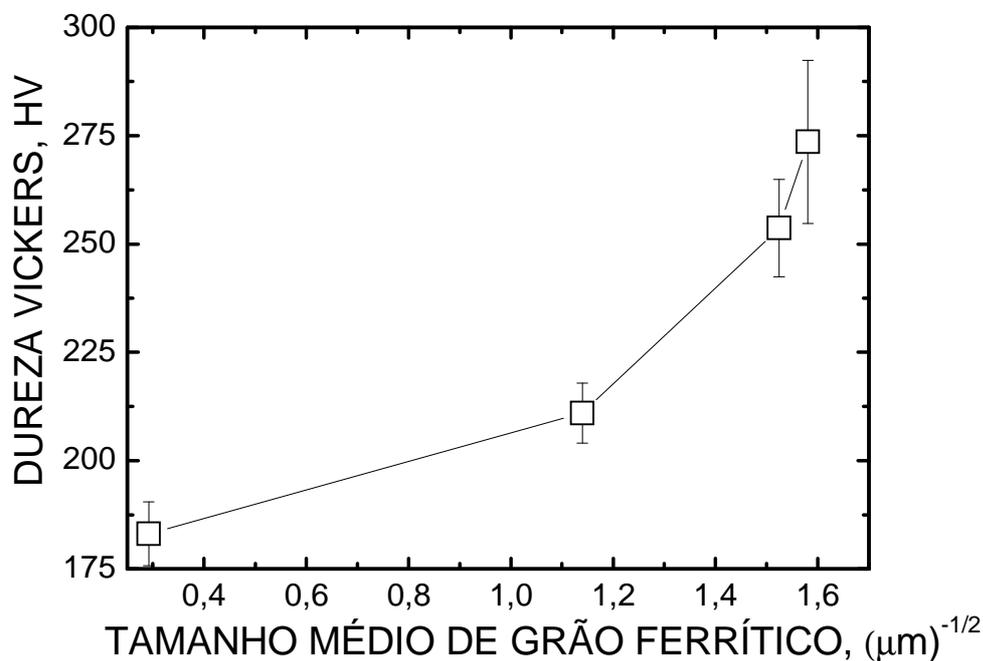


FIGURA 5.10: Modelamento da microdureza do aço 1010 em função do tamanho médio de grão ferrítico utilizando a equação de Hall-Petch.

## 5.5 - Conclusões

A colaminação acumulativa de um aço carbono SAE-1010 foi simulada através de ensaios de torção a morno. Foram realizados ensaios a temperatura de 500°C, taxa de deformação constante de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$  e deformação equivalente total de 0,8, 1,6, 4,0 e 5,6. O tamanho médio de grão ferrítico mínimo alcançado foi de 0,43 $\mu\text{m}$ . A microestrutura do aço 1010 consiste de grãos alongados, semelhante às microestruturas obtidas em metais processados através do processo *Accumulative Roll-Bonding*. O refino de grão do aço carbono estudado é atribuído a recuperação dinâmica e a recristalização dinâmica contínua da ferrita durante a deformação plástica, mecanismo de refino de grão semelhante ao do processo *Accumulative Roll-Bonding*. Ensaios de torção demonstraram ser promissoras ferramentas na simulação da colaminação acumulativa.

## 5.6 - Referências Bibliográficas

CHERUKURI, B., NEDKOVA, T. S., SRINIVASAN, R. A Comparison of the Properties of SPD-Processed AA 6061 by Equal-Channel Angular Pressing, Multi-Axial Compressions/Forgings and Accumulative Roll Bonding. *Materials Science and Engineering A*, v. 410-411, pp. 394-397, 2005.

COSTA, A. L. M., REIS, A. C. C., KESTENS, L. and ANDRADE, M. S. Ultra Grain Refinement and Hardening of IF-Steel During Accumulative Roll-Bonding. *Materials Science & Engineering A*, v. 406, p. 279-285, 2005.

KRALLICS, G. and LENARD, J. G. An examination of the Accumulative Roll-Bonding Process. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 152, p. 154-161, 2004.

LEE, S. H., SAITO, Y., TSUJI, N., UTSUNOMIYA, H. and SAKAI, T. Role of Shear Strain in Ultragrain Refinement by Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. *Scripta Materialia*, v. 46, p. 281-285, 2002.

LI, B. L., TSUJI, N. and KAMIKAWA, N. Microstructure Homogeneity in Various Metallic Materials Heavily Deformed by Accumulative Roll-Bonding. *Materials Science & Engineering A*, v. 423, p. 331-342, 2006.

TSUJI, N., KAMIKAWA, N., UEJI, R., TAKATA, N., KOYAMA, H. and TERADA, D. Managing Both Strength and Ductility in Ultrafine Grained Steels. *ISIJ International*, v. 48, pp. 1114-1121, 2008.

## CAPÍTULO 6

### EFEITO DO AUMENTO DA CONCENTRAÇÃO DE CARBONO NO REFINO DE GRÃO

#### 6.1 - Introdução

O refino de grão é um dos mais importantes mecanismos de endurecimento dos metais, e o único capaz de aumentar tanto a resistência mecânica quanto a tenacidade ao mesmo tempo. Devido a essa característica, o refino de grão até a escala submicrométrica se tornou um assunto amplamente estudado nas duas últimas décadas por diversos grupos de pesquisa espalhados pelo globo. Esses estudos ganharam mais intensidade após o desenvolvimento dos processos de produção de metais de grãos ultrafinos através da deformação plástica severa e do aperfeiçoamento dos processos termomecânicos (SONG *et al.*, 2006).

Apesar das perspectivas positivas de aplicações industriais para os metais com grãos ultrafinos, alguns problemas envolvendo a sua produção e propriedades mecânicas precisam ser superados, entre eles: a) os metais de grão ultrafinos apresentam ductilidade reduzida, muitas vezes abaixo dos 10% de alongamento total em tração uniaxial; b) dificuldade de transposição da escala laboratorial para a industrial (BERGWERF, 2007; HAN e YUE, 2003; AZUSHIMA *et al.*, 2008)

Acredita-se que a dificuldade de implantação da escala laboratorial para a industrial possa ser sanada com a utilização do processo *Accumulative Roll-Bonding* (ARB), visto como um dos mais promissores dentre todos os processos de produção de metais de grãos ultrafinos através da deformação plástica severa (SAITO *et al.*, 1998; TSUJI *et al.*, 1999; SAITO *et al.*, 1999).

A ductilidade dos metais de grãos ultrafinos pode ser aumentada utilizando os preceitos básicos da metalurgia física: processamento  $\Rightarrow$  estrutura  $\Rightarrow$  propriedades. Com o objetivo de alcançar essa finalidade, alguns metalurgistas têm adicionado partículas de segunda fase na microestrutura ultrafina, outros têm utilizado mecanismos inovadores como o efeito TRIP e TWIP e alguns têm utilizado microestruturas complexas, como os aços *Dual-Phase* (MORRIS, 2008; NARAYANA MURTY e TORIZUKA, 2008; NAOKI *et al.*, 2009; TSUJI *et al.*, 2008; SONG *et al.*, 2005 (B); OKITSU *et al.*, 2009; SONG *et al.*, 2005 (D); NAGAI, 2001; SHIN e PARK, 2005; DINI *et al.*, 2010). Todos esses mecanismos têm como principal efeito o aumento da taxa de encruamento, o que retarda a instabilidade plástica e conseqüentemente eleva a deformação uniforme e total (de acordo com o critério de Considère a deformação plástica localizada se inicia quando a tensão de fluxo ( $\sigma$ ) se iguala a taxa de encruamento ( $d\sigma/d\epsilon$ )).

Os aços carbono convencionais tem características que os tornam interessantes para o refino de grão: eles possuem baixo custo de produção por não possuir elementos de liga na sua composição química e poder serem fabricados por processos de conformação mecânica convencionais; são amplamente produzidos em todo o mundo; possuem dois constituintes em sua microestrutura, a ferrita e a perlita (lamelas de ferrita + cementita), sendo que as lamelas de cementita podem sofrer fragmentação e esferoidização durante o processamento, adicionando a matriz ferrita uma segunda fase dispersa que pode contribuir para uma maior ductilidade.

NARAYANA MURTY e TORIZUKA (2008) e SONG *et al.* (2005) (D) demonstraram que é possível obter uma ductilidade razoável em aços carbono após o refino de grão. Para eles a presença de partículas de cementita na matriz ferrítica contribui para o aumento de ductilidade através do acúmulo de deslocções ao redor dessas partículas, o mecanismo de Orowan.

Apesar das boas perspectivas para a produção de aço carbono de grãos ultrafinos, ainda há poucas publicações quando comparado a outros metais como alumínio e aço IF. Mais raros ainda são os trabalhos sobre o processamento de aço carbono através do processo ARB. Uma das maneiras bem estabelecidas de simular processos de laminação em escala laboratorial é através de ensaios de torção, que permitem um controle preciso de temperatura, de taxa de deformação, intervalo interpasse e

permitem a aplicação de grandes deformações acumuladas sem alteração geométrica do corpo de prova. No CAPÍTULO 5 foi demonstrado que os ensaios de torção podem simular o processo ARB satisfatoriamente.

Nesse capítulo foram utilizados ensaios de torção a morno para simular a co-laminação acumulativa a fim de se produzir metais de grãos ultrafinos. O objetivo principal é estudar o efeito da variação da concentração de carbono no refino de grão e propriedades mecânicas de um aço carbono convencional produzido através do processo ARB.

## 6.2 - Metodologia

Foram utilizados nesse estudo dois aços carbono de designação SAE-1010 e SAE-1045, denominados de agora em diante simplesmente como aço 1010 e aço 1045, com composição química especificada apresentada na TABELA 01.

TABELA 6.1: Composição química (porcentagem em massa) do aço 1010 e aço 1045 (SAE INTERNATIONAL, 2001).

Aço / Elemento (%)	C	Mn	P	S
SAE-1010	0,08 - 0,13	0,30 - 0,60	0,04	0,05
SAE-1045	0,42 - 0,50	0,60 - 0,90	0,04	0,05

Foram usinados corpos de prova (CP) de torção conforme as dimensões e formas ilustradas na FIGURA 4.1 do CAPÍTULO 4. Esses corpos de prova foram tratados termicamente a 900°C por 5 minutos, com o objetivo de homogeneizar a microestrutura inicial antes dos ensaios. Os testes foram realizados em uma máquina servo-hidráulica da marca MTS dotada célula de torque de 250Nm de capacidade máxima e interface operacional TestStarII®. Um forno radiativo de lâmpadas halógenas de tungstênio, com sistema para inertização da atmosfera com gás argônio, foi utilizado para a realização do tratamento térmico inicial e a manutenção da temperatura durante os ensaios.

Os CPs foram aquecidos até a temperatura de ensaio utilizando uma taxa de aquecimento de  $3^{\circ}\text{Cs}^{-1}$ , submetidos a encharque por 5 minutos e resfriados até a temperatura ambiente dentro do forno após cada passe, FIGURA 4.2 do CAPÍTULO 4. Esse procedimento foi repetido em todos os passes. Diferentes CP foram ensaiados à temperatura de  $500^{\circ}\text{C}$ , recebendo uma deformação verdadeira de 0,8 por passe, taxa de deformação constante empregada de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ . Foram atingidas deformações equivalentes acumuladas de 0,8, 1,6, 2,4, 4,0 e 5, 6 no caso do aço 1010 e 0,8, 1,6 e 2,0 no caso do aço 1045. Os corpos de prova do aço 1045 romperam durante o terceiro passe de torção, dessa forma a deformação acumulada foi inferior do que a do aço 1010.

Os comprimentos úteis dos CP ensaiados foram preparados para análise metalográfica através de métodos tradicionais. O ataque químico foi realizado com nital 2% e tempo de ataque de 8 segundos. Análises foram conduzidas utilizando microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) em seções tangenciais próxima as superfícies. O tamanho médio de grão foi obtido utilizando o software para tratamento de imagens ImagenPro<sup>®</sup>, com uma contagem mínima de 200 grãos, permitindo um erro experimental inferior a 10%. Ensaio de microdureza Vickers foram realizados utilizando carga de penetração de 0,5kgf, e tempo de penetração de 30 segundos.

## **6.3 - Resultados**

### **6.3.1 - Ensaio de Torção**

A FIGURA 6.1 um exemplo de curvas tensão-deformação equivalente para o aço 1010 e aço 1045 obtidas em ensaios de torção à temperatura de  $500^{\circ}\text{C}$  e taxa de deformação aplicada de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ . O CP do aço 1045 rompeu durante o terceiro passe, totalizando uma deformação equivalente de aproximadamente 2. Os CP do aço 1010 não romperam mesmo em uma deformação acumulada superior a 4. Esse rompimento precoce do aço 1045 pode ser atribuído a elevada porcentagem de cementita na microestrutura. As oscilações nas curvas são devido a instabilidades no sistema de captação de dados da máquina de ensaios, não interferindo diretamente na análise

dos resultados. A tensão de fluxo máxima atingida durante os ensaios foi de aproximadamente 400MPa para o aço 1010 e 730MPa para o aço 1045.

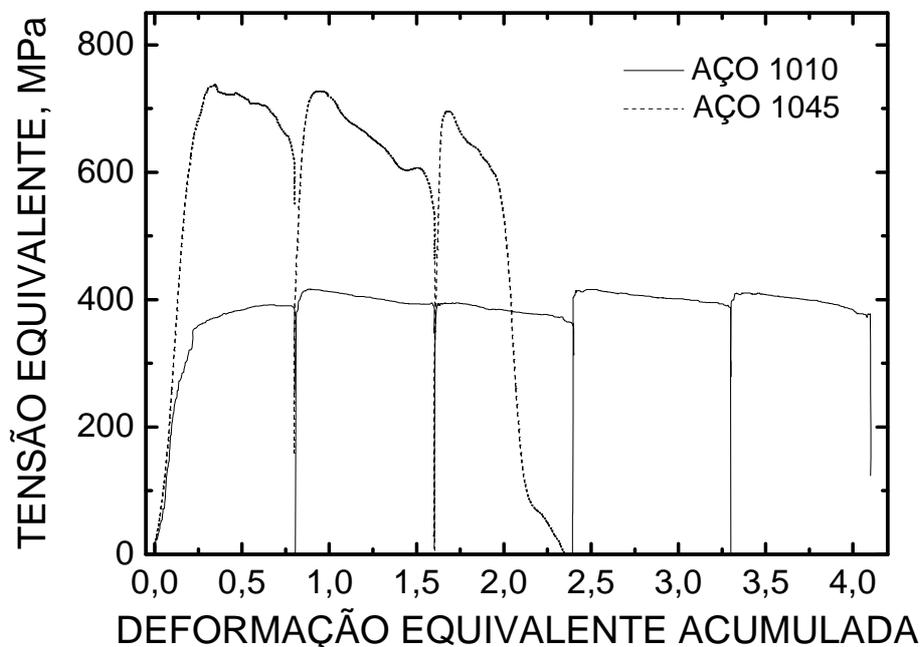


FIGURA 6.1: Curvas tensão-deformação equivalente para o aço 1010 e aço 1045 ensaiados a 500°C e taxa de deformação de  $10^{-1} \text{s}^{-1}$ .

### 6.3.2 - Análise Microestrutural

A FIGURA 6.2(a) e (b) apresenta a microestrutura óptica do aço 1010 e aço 1045 no estado recozido, respectivamente. A microestrutura do aço 1010 é composta de uma matriz ferrítica com colônias dispersas de perlita, já a microestrutura do aço 1045 é composta de colônias de perlita fina envolvidas por uma rede de ferrita. A FIGURA 6.2(c) e (d) apresenta a microestrutura óptica do aço 1010 e aço 1045 após ensaios de torção a 500°C para uma deformação equivalente acumulada de 4,0 e 2,0, respectivamente. Nela não é mais possível distinguir as colônias iniciais de perlita e nem a rede de ferrita, apenas o alongamento e alinhamento desses constituintes na direção de deformação plástica.

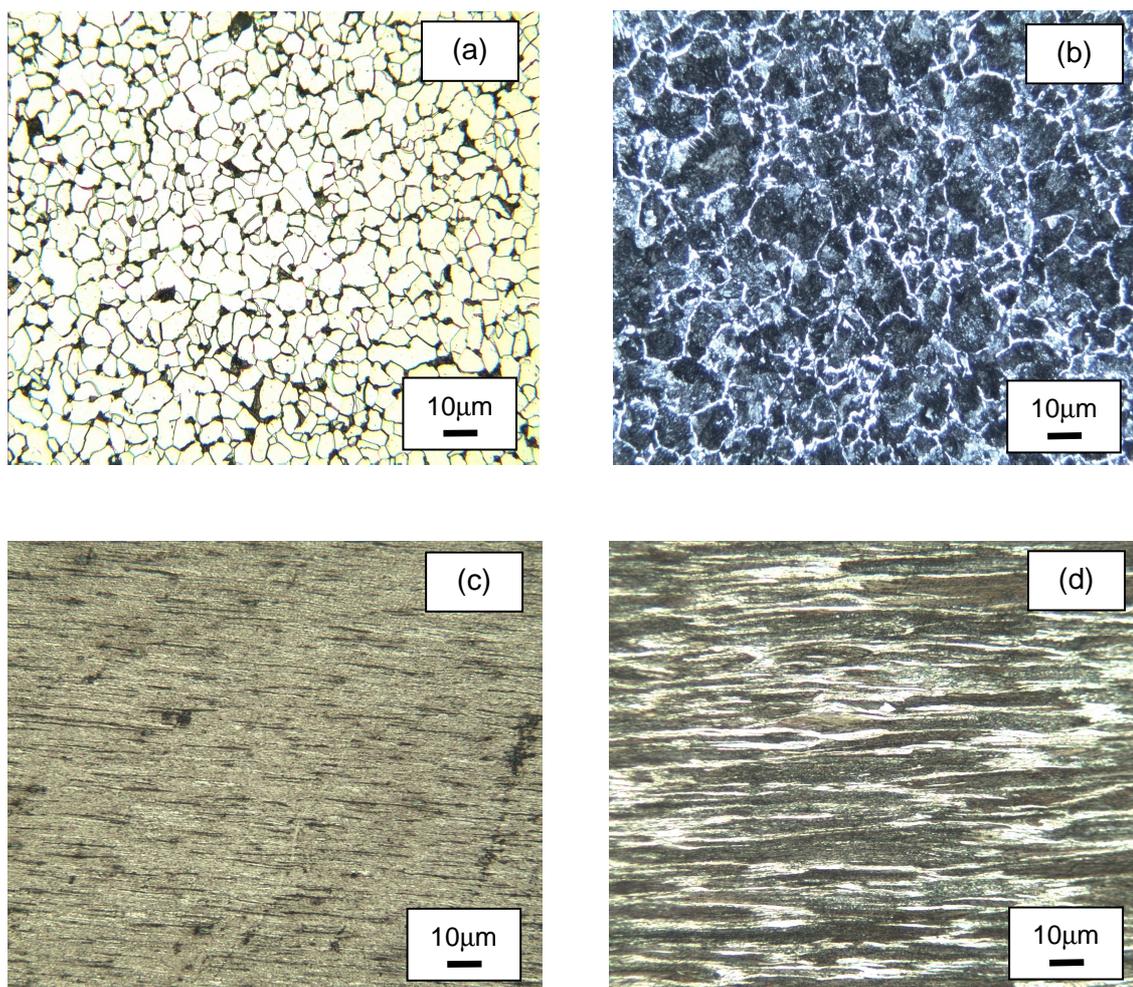


FIGURA 6.2: Microscopia óptica do aço 1010 e aço 1045 no estado recozido (a) e (b) e após ensaios de torção a 500°C (c) e (d), respectivamente.

A FIGURA 6.3 apresenta as imagens de MEV da evolução microestrutural do aço 1010 e aço 1045 com a deformação plástica acumulada. As imagens do aço 1045, FIGURA 6.3(a), (d) e (e), correspondendo a deformações acumuladas de 0,8, 1,6 e 2,0 possuem aspecto semelhante, nelas não é possível distinguir grãos, apenas as lamelas de cementita provenientes das colônias de perlita fragmentadas e alinhadas após a deformação plástica (faixas claras) e a ferrita que envolvia essas colônias alongadas e alinhadas na mesma direção (faixas escuras). No caso do aço 1010, após um passe de torção, FIGURA 6.3(B), os grãos ferrítico ainda são desenvolvidos, contudo é possível notar que eles possuem um formato menos equiaxial do que os grãos iniciais, com algumas linhas em seu interior que podem ser contornos de baixo ângulo. Com o aumento da deformação acumulada, FIGURA 6.3 (d) e (f), os grãos

reduzem de tamanho continuamente, e se tornam mais achatados. Em deformações elevadas não há mais a presença de colônias de perlita.

A FIGURA 6.4 mostra a evolução do tamanho médio de grão ferrítico em função da deformação plástica equivalente acumulada. O tamanho médio de grão ferrítico dos dois aços reduz continuamente com o aumento da deformação para os dois aços estudados. O aço 1045 apresenta menor tamanho de grão em todas as deformações.

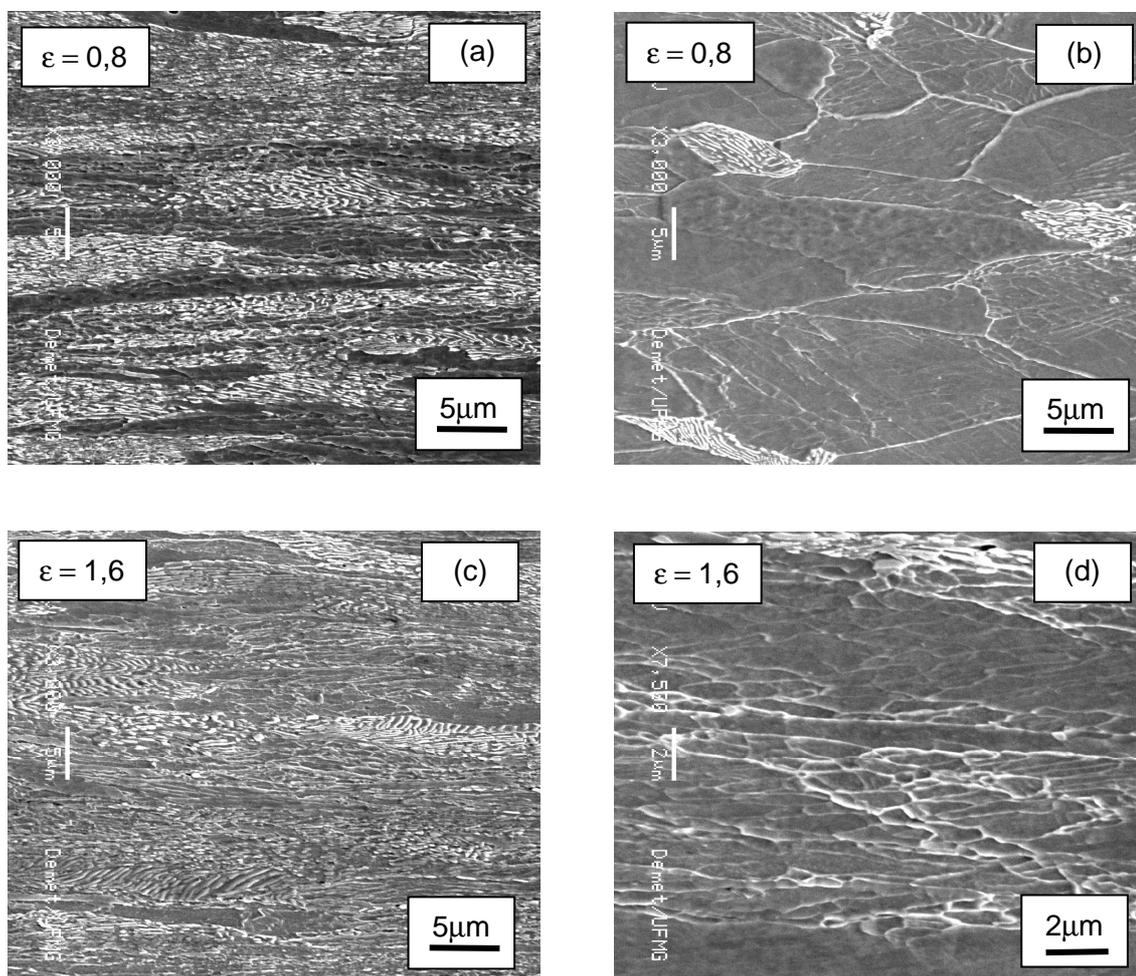


FIGURA 6.3: Evolução microestrutural do aço 1045 (a), (c) e (e) e aço 1010 (b), (d) e (f) com a deformação acumulada nos ensaios de torção a 500°C, imagens de MEV.

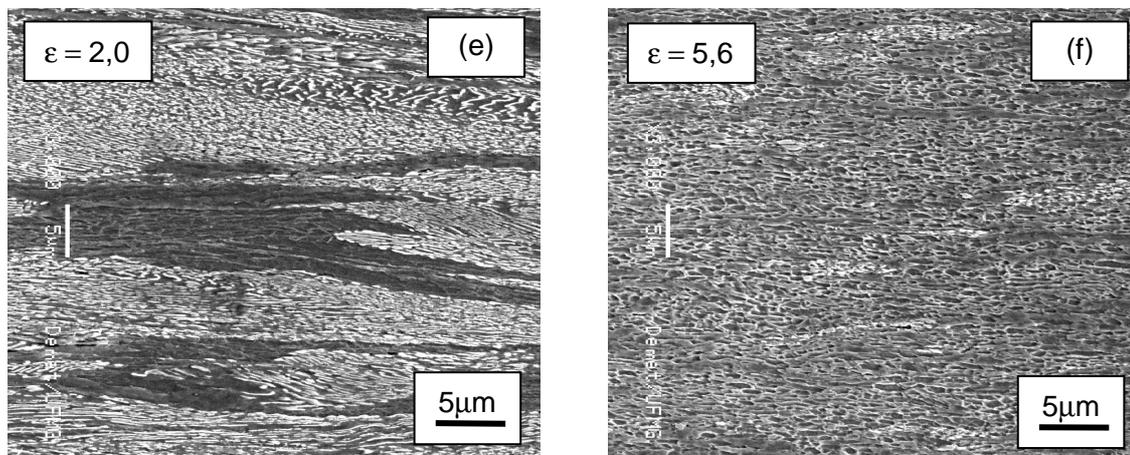


FIGURA 6.3: continuação.

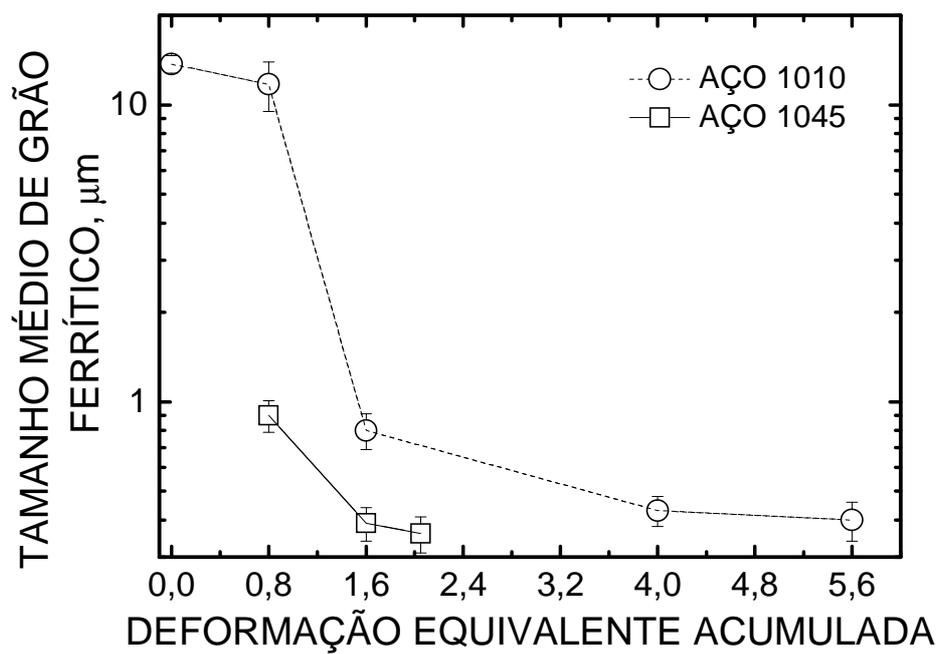


FIGURA 6.4: Comportamento do tamanho médio de grão ferrítico do aço 1010 e aço 1045 com o aumento da deformação equivalente acumulada.

A FIGURA 6.5 mostra o perfil de dureza em função da deformação plástica equivalente acumulada. Após o primeiro passe de torção o aumento de dureza é pronunciado, passando de 218HV para a condição como recozido, para 303 HV após o refino de grão no caso do aço 1045 e de 107 para 183 HV no caso do aço 1010 após primeiro passe de torção.

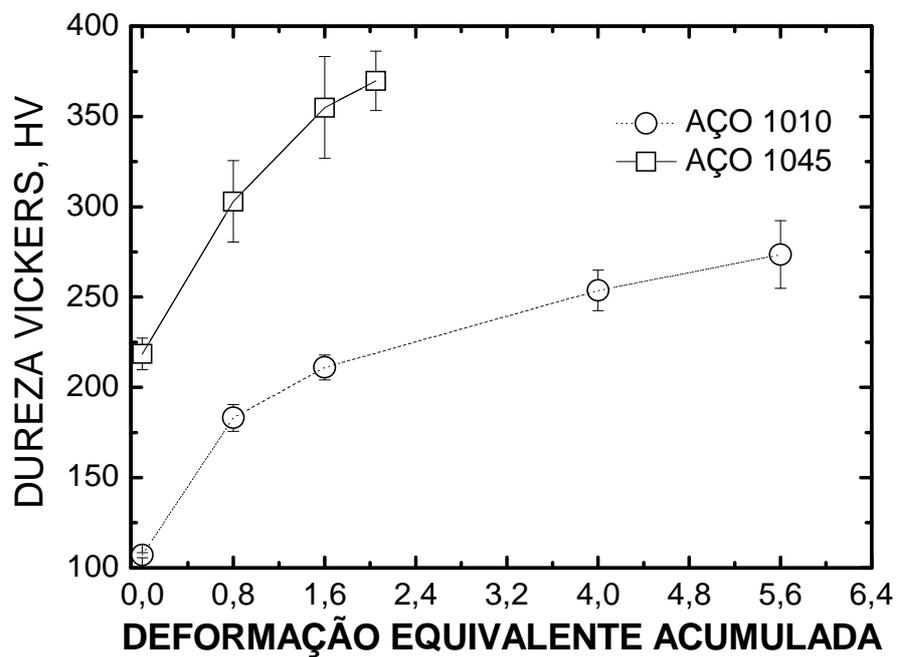


FIGURA 6.5: Variação da dureza Vickers do aço 1010 e aço 1045 com a deformação equivalente acumulada.

## 6.4 - Discussão

### 6.4.1 - Comportamento em Torção

As curvas tensão-deformação equivalente do aço 1010 e aço 1045 são típicas de metais que sofrem amaciamento dinâmico durante a deformação (DONGSHENG *et al.*, 1997; CAHN e HAASEN, 1996). As curvas correspondentes ao aço 1045, FIGURA 6.1, demonstram que a tensão de fluxo plástico atinge um valor máximo no início da deformação e reduz continuamente ao longo do ensaio, até atingir um valor aproximadamente constante. Aparentemente não ocorre recristalização estática no intervalo interpasse, a tensão inicial de fluxo de uma dada curva é aproximadamente igual à tensão final da curva anterior no momento de encerramento da carga. As curvas tensão deformação do aço 1045 possuem um pico menos acentuado do que as curvas do aço 1010, nelas a tensão de fluxo praticamente permanecem constante ao longo de todo o ensaio.

A FIGURA 6.6 apresenta duas curvas tensão-deformação selecionadas da FIGURA 6.1 para uma melhor visualização. A curva do aço 1010 se assemelha a curva de austenita após sofrer recristalização dinâmica, já a curva correspondente ao aço 1045 se assemelha a curva de aços inoxidáveis ferríticos que sofrem recristalização dinâmica (TSUJI *et al.*, 1997). Apesar dessa semelhança não é possível estabelecer o amaciamento sofrido pelos dois aços com a recristalização dinâmica, pois é bem estabelecido na literatura que esse fenômeno ocorre em metais de baixa energia de falha de empilhamento, onde a recuperação dinâmica é menos intensa e há força motriz suficiente para que ocorra a nucleação de novos grãos. O pico de tensão existente nas curvas correspondentes ao aço 1045 pode estar associado ao processo de fragmentação e esferoidização da cementita que ocorreu durante a deformação plástica, esferoidização dinâmica. É bem estabelecido na literatura que a deformação plástica acelera a taxa de esferoidização da cementita dos aços carbono, devido a um aumento da taxa de difusão de carbono proporcionado pela elevação da concentração de defeitos cristalinos, deslocamentos e lacunas (HE *et al.*, 2012; ZHAO *et al.*, 2006). Desse modo, a cinética de esferoidização da cementita no aço 1045 poderia ser lenta no estágio inicial formando o pico de tensão e à medida que a deformação tem progresso essa cinética aumenta e ocorre uma redução da tensão de fluxo. Como a concentração de carbono no aço 1010 é menor esse efeito é discreto. As curvas

tensão-deformação obtidas por ZHANG *et al.* (2006) estudando os mecanismos de esferoidização em um aço de elevado teor de carbono são similares a apresentadas nesse estudo, elas apresentam um pico de tensão e atingem um estado estacionário no decorrer do ensaio de compressão.

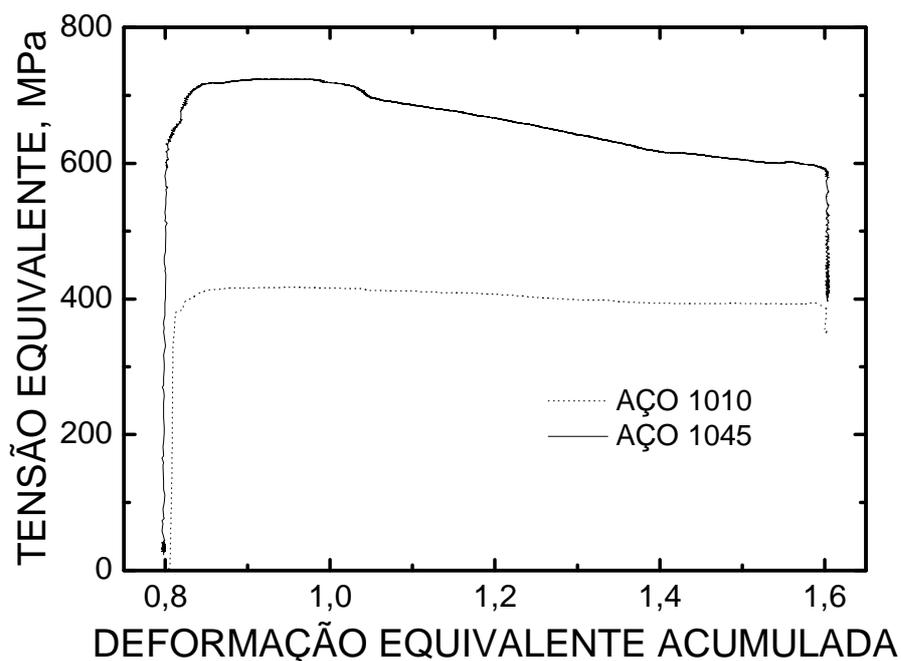


FIGURA 6.6: Curva tensão-deformação para o aço 1010 e aço 1045 ensaiados por torção a 500°C, deformação acumulada de 1,6.

#### 6.4.2 - Microestrutura e Mecanismos de Refino de Grão

Os dois aços estudados nesse trabalho apresentam uma microestrutura típica de metais deformados severamente e encruados, grãos achatados, alongados na direção de deformação e com estrutura interna de deslocações (MEYERS e CHAWLA, 2009). Aparentemente não há evidências de nucleação e crescimento de novos grãos nas microestruturas presentes na FIGURA 6.3.

Para a maioria dos pesquisadores de metais de grão ultrafino obtidos por rota de deformação plástica severa, os grãos ultrafinos são formados pela subdivisão dos grãos originais em subgrãos nos primeiros estágios da deformação, e a recuperação e migração de curta distância desses subgrãos para se formar contornos de alto ângulo nos estágios seguintes da deformação (BERGWERF, 2007). Esse mecanismo é conhecido como recristalização dinâmica contínua e tem como principais características: a) as curvas tensão deformação exibem um pico único e pequeno, seguido por um estágio suave de amaciamento e um estágio estacionário, onde a tensão de fluxo e os aspectos microestruturais independem da deformação acumulada; b) O tamanho dos cristalitos (estrutura mista formada por contorno de baixo ângulo e contorno de alto ângulo) decresce significativamente em deformações baixas a moderadas e sem seguida atingem um valor estacionário; c) Contornos de baixo ângulo são formados em baixas deformações e se transformam em contornos de alto ângulo em deformações moderadas e d) se forma uma textura de deformação em deformações elevadas (GOURDET and MONTHEILLET, 2003; KAIBYSHEV *et al.*, 2005). Apesar de ocorrer migração de contorno de grão de curta distância nesse tipo de amaciamento, ela não é tão intensa como a que se observa na recristalização dinâmica.

O aço 1010 e aço 1045 estudados aqui apresentam algumas das características da recristalização dinâmica contínua descrita no parágrafo anterior. ABDOLLAH-ZADEH e EGHBALI (2007) e EGHBALI (2010) estudaram o refino de grão em aço baixo carbono através de ensaios de torção na região bifásica ( $\alpha + \gamma$ ), até uma deformação equivalente acumulada de 2. Eles concluíram que o refino de grão é devido à recristalização dinâmica contínua da ferrita, contudo, diferentemente do exposto nesse texto, as micrografias obtidas por eles em análise de EBSD e microscopia óptica apresentam grãos de formato aproximadamente equiaxial. Os autores também demonstraram através da distribuição de desorientação entre grãos que é considerável a fração dos contornos de baixo ângulo que são transformados em contornos de alto com o aumento da deformação plástica. SHIN *et al.* (2001), SONG *et al.* (2005) (A) e SHIN e PARK (2005) também demonstraram que um aço carbono processado através de compressão plana e ECAP também tem o seu tamanho médio de grão reduzido através da recristalização dinâmica contínua da ferrita.

Os resultados apresentados nesse texto dão suporte à hipótese de que o refino de grão dos aços estudados é devido à recristalização dinâmica contínua da ferrita, mas assistida pela recuperação dinâmica, que demonstra ter um papel importante devido o aspecto encruado da microestrutura e ao formato das curvas tensão-deformação.

De acordo com as imagens da FIGURA 6.3 a temperatura de ensaio de 500°C não foi suficiente para promover a esferoidização completa das lamelas de cementita no aço 1045. De acordo com a mesma figura, no aço 1010 a cementita se encontra em processo de esferoidização mais avançado, mesmo para uma deformação acumulada de apenas 1,6, mas ainda assim a sua distribuição é heterogênea na matriz ferrítica. De acordo com os trabalhos de TSUCHIDA *et al.* (2008) e NARAYANA MURTY e TORIZUKA (2008) é possível obter uma microestrutura final completamente esferoidizada conforme o método de processamento empregado. Uma microestrutura esferoidizada pode ser benéfica para melhoria da ductilidade, pois amenizaria a fragilidade intrínseca da cementita.

O processo de esferoidização da cementita durante a deformação plástica envolve a fragmentação das lamelas da perlita, a mudança de forma desses fragmentos e o seu coalescimento. Segundo CHATTOPADHYAY e SELLARS (1982), a taxa de esferoidização de cementita é aumentada consideravelmente através da deformação plástica quando comparado ao estado recozido. Para eles, todos os estágios de esferoidização durante a deformação plástica são controlados pelo coeficiente de difusão de carbono, que é interpretado em termos de mecanismos de difusão concorrentes de complexos de carbono e lacunas. A deformação a morno eleva a concentração de lacunas acima da concentração de equilíbrio bem como a densidade de deslocamentos, essa maior concentração de lacunas e de deslocamentos acelera o processo de difusão e a taxa de esferoidização. ZHANG *et al.* (2006) adicionalmente concluem que a deformação plástica além de aumentar a taxa de esferoidização pelo aumento da concentração de defeitos, ela também atua aumentando a mobilidade dos átomos de carbono. HAUSEROVÁ *et al.* (2011) demonstraram também que a deformação plástica age acelerando a taxa de esferoidização de um aço carbono SAE-1045 quando deformado abaixo da temperatura crítica Ac1, e as partículas de cementita formadas por sua vez contribuem refinando os grãos ferríticos.

As partículas de cementita localizadas ao longo dos contornos de grão também podem ser mais desenvolvidas devido à difusão ser mais acelerada através desses contornos. De fato, NAM e BAE (1999) demonstraram que durante o revenimento da martensita de um aço carbono SAE-1045 o processo de coalescimento das partículas de cementita localizadas nos contornos de grão é fortemente influenciado pela difusão de átomos de carbono ao longo desses contornos e ao longo de deslocações.

A esferoidização do aço 1045 estudado nesse trabalho pode não ter sido completa devido a baixa temperatura de processamento, 500°C, muito abaixo da temperatura de transformação Ac1. Uma temperatura de deformação mais elevada poderia contribuir para maior mobilidade dos átomos de carbono através dos contornos de grãos, deslocações e dentro dos grãos ferríticos, aumentando a taxa de difusão e acelerando o processo de esferoidização com o auxílio da deformação plástica.

Apesar de ocorrer esferoidização apenas parcial no aço 1045, o tamanho médio de grão obtido é inferior ao obtido no processamento do aço 1010 em todas as deformações acumuladas. É importante observar que o tamanho médio de grão ferrítico do aço 1045 atingiu a região submicrométrica já no primeiro passe de torção, deformação acumulada de 0,8. O aço 1010 atingiu essa região após dois passes de torção. A maior concentração de lamelas fragmentadas de cementita no aço 1045 parece restringir o crescimento de grão, mesmo sem haver aglomeração dessas partículas ao longo desses contornos.

Partículas finas de cementita dispersas dentro da matriz ferrítica podem contribuir para um menor tamanho de grão. Essas partículas podem atuar como âncoras para as deslocações. Isso pode ajudar na formação de novos subgrãos através do acumulado de deslocações geometricamente necessárias ao redor dessas partículas. Esse comportamento pode contribuir para a recristalização dinâmica contínua. Nessa perspectiva, a formação de novos grãos e o seu crescimento seria controlado pelo tamanho e concentração de partículas de cementita, e conseqüentemente o espaçamento entre essas partículas determinaria o tamanho dos subgrãos e grãos. O aço 1045 por possuir maior fração de perlita em sua microestrutura possui maior fração de partículas de cementita, o que contribuí para que o tamanho médio de grão seja menor para todas as deformações acumuladas do que no aço 1010. SONG *et al.* (2005) (C) demonstraram que o tamanho médio de grão ferrítico é reduzido com a

elevação da concentração de carbono, contribuindo também para uma microestrutura mais equiaxial e uma distribuição mais homogênea de partículas de cementita.

Uma dispersão homogênea de finas partículas de segunda fase de um modo geral age contribuindo para um menor tamanho de grão, resultados promissores têm sido alcançados para outros metais e ligas, como alumínio e cobre (GHOLINIA *et al.*, 2002; APPS *et al.*, 2003; NAOKI *et al.*, 2009).

### 6.4.3 - Propriedades Mecânicas

Devido às dimensões reduzidas dos corpos de prova empregados nos ensaios de torção, não foi possível realizar ensaios de tração para avaliação do limite de escoamento, limite de resistência e alongamento. Utilizando uma equação proposta por PICKERING (1978) para estimar o limite de escoamento de aços C-Mn-Si com limite de escoamento por volta de 300MPa é possível avaliar o quanto o aço 1010 e aço 1045 poderiam ter seu limite de escoamento elevado após o refino de grão, Equação 6.1. Essa equação foi obtida para aços baixo carbono com tamanho médio de grão superior a 10 $\mu$ m, mas aqui será extrapolada para aços com tamanho médio de grão inferior a 1 $\mu$ m.

$$\sigma_e = 15,4(3,5 + 2,1[Mn + 5,4[Si]] + 23[N] + 1,13d^{-1/2}) \quad \text{Eq. 6.1}$$

da equação acima obtem-se:

$$\Delta\sigma_e = 15,4 \times 1,13(d_p^{-1/2} - d_0^{-1/2}) \quad \text{Eq. 6.2}$$

onde  $d_0$  é o tamanho de grão inicial e  $d_p$  é o tamanho de grão após processamento ou refino de grão.

Utilizando a Equação 6.1 e considerando o tamanho de grão mínimo obtido para os dois aços após refino de grão haveria um aumento do limite de escoamento ( $\Delta\sigma_e$ ) de aproximadamente 689 e 758 MPa para o aço 1010 e aço 1045 respectivamente. Essas estimativas demonstram que a resistência ao escoamento de um aço carbono pode mais que dobrar após o refino de grão até a região submicrométrica. Levando em conta o elevado teor de carbono do aço 1045 comparado ao aço 1010, o seu limite de escoamento poderia ser superior a 1 GPa, comparável ao limite de escoamento dos aços de resistência ultra elevada (ZHU e Li, 2010).

A FIGURA 6.5 mostra que a dureza do aço 1045 no estado como recozido é aproximadamente 100HV superior do que a dureza do aço 1010 devido ao seu maior teor de carbono. Após o primeiro passe de torção ocorre um aumento acentuado da dureza, que pode ser atribuído principalmente ao refino de grão no caso do aço 1045 e a formação de subestrutura de deslocações (encruamento) com uma pequena parcela de contribuição de redução do tamanho de grão no caso do aço 1010. A partir do segundo passe de torção o aumento de dureza do aço 1045 é mais acentuado, reflexo da maior redução do tamanho médio de grão quando comparado ao aço 1010. A maior concentração de partículas de cementita no aço 1045 parece contribuir para um menor tamanho de grão em todas as deformações acumuladas.

Alguns estudos têm demonstrado que a taxa de encruamento de aços carbono convencionais com microestrutura ultrafina pode ser significativamente elevada com o aumento da fração de partículas de cementita dispersas na microestrutura (NAGAI, 2001; OHMORI *et al.*, 2004; SONG *et al.*, 2005 (C); TORIZUKA *et al.*, 2006; NARAYANA MURTY e TORIZUKA, 2008). Independentemente da rota de processamento empregada todos esses autores observaram que com o aumento da concentração de carbono ocorre um aumento considerável da ductilidade a frio dos aços estudados.

As partículas de cementita aumentam a taxa de encruamento através do acúmulo e geração de deslocações geometricamente necessárias ao seu redor, o mecanismo clássico de Orowan. Essas deslocações geometricamente necessárias são caracterizadas por apresentar um gradiente de deformação e distorção do reticulado

cristalino. Acredita-se que a densidade de deslocações geometricamente necessárias é maior em aços com maior concentração de finas partículas de cementita. SONG *et al.* (2005) (C) demonstraram também que o tamanho das partículas de cementita diminui com a elevação da concentração de carbono e a sua fração se eleva com o aumento do teor de carbono. A interação das deslocações geometricamente necessárias com as partículas de cementita e entre si dificultando o seu movimento nos planos de escorregamento, atuam aumentando a taxa de encruamento.

O aço 1045 investigado nesse trabalho encrua mais rapidamente do que o aço 1010 até o rompimento do corpo de prova. Esse maior encruamento pode em parte ser atribuído ao maior refino de grão proporcionado pela maior quantidade de partículas de cementita e também pela maior taxa de encruamento devido o mecanismo de Orowan atuante descrito acima.

## 6.5 - Conclusões

A colaminação acumulativa de dois aços carbono SAE-1010 e SAE-1045 foi simulada através de ensaios de torção a morno. Foram realizados ensaios a temperatura de 500°C, taxa de deformação constante de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$  e deformação equivalente total de 0,8, 1,6 e 2,0 para o aço 1045 e 0,8, 1,6, 4,0 e 5,6 para o aço 1010. O tamanho médio de grão ferrítico mínimo alcançado foi de 0,4 $\mu\text{m}$  para uma deformação equivalente acumulada de 2,0 no aço 1045. O aço 1045 apresentou menor tamanho de grão do que o aço 1010 em todas as deformações acumuladas. A microestrutura dos aços após refino de grão consiste de grãos alongados, semelhante às microestruturas obtidas em metais processados através do processo *Accumulative Roll-Bonding*, com lamelas de cementita fragmentadas. O refino de grão dos aços estudados é atribuído a recuperação dinâmica e a recristalização dinâmica contínua da ferrita durante a deformação plástica, mecanismo de refino de grão semelhante ao mecanismo atuante no processo *Accumulative Roll-Bonding*. As partículas de cementita parecem contribuir para um menor tamanho de grão através da ancoragem dos contornos de grãos e através do aumento da densidade de deslocações geometricamente necessárias.

## 6.6 - Referências Bibliográficas

APPS, P. J., BOWEN, J.R. and PRANGNELL, P.B. The Effect of Second-Phase Particles on the Rate of Grain Refinement During Severe Deformation Processing. *Acta Materialia*, v. 51, p. 2811-2822, 2003.

AZUSHIMA, A., KOPP, R., KORHONEN, A., YANG, D.Y., MICARI, F., LAHOTI, G.D., GROCHE, P., YANAGIMOTO, J., TSUJI, N., ROSOCHOWSKI, A. and YANAGIDA, A. Severe Plastic Deformation (SPD) Processes for Metals. *Manufacturing Technology*, v. 57, p. 716-735, 2008.

BERGWERF, R. *Ultrafine-Grained Ferritic Steels; A Literature Review to Their Formation, Production and Properties*. Delft: Delft University of Technology, Department of Materials Science and Engineering, 2007. 92p.

CAHN, R. W. and HAASEN P. *Physical Metallurgy*; 4.ed. Amsterdam: North-Holland, 1996, 3v.

CHATTOPADHYAY, S. and SELLARS, C.M. Kinetics of Pearlite Spheroidisation During Static Annealing and During Hot Deformation. *Acta Metallurgica*, v. 30, p. 157-170, 1982.

COSTA, A. L. M., REIS, A. C. C., KESTENS, L. and ANDRADE, M. S. Ultra Grain Refinement and Hardening of IF-Steel During Accumulative Roll-Bonding. *Materials Science and Engineering A*, v. 406, p. 279-285, 2005.

DINI, G., NAJAFIZADEH, A., UEJI, R. MONIR-VAGHEFI, S. M. Improved Tensile Properties of Partially Recrystallized Submicron Grained TWIP Steel. *Materials Letters*, v. 64, p. 15-18, 2010.

DONGSHENG, S., MUSEN, L., YOUNG, Z. RUI, Y. and FENGZHAO. L. A Model for Dynamic Recovery of BCC Structure. *Chinese Science Bulletin*, v. 42, n. 14, p. 1211-1215, 1997.

GHOLINIA, A., HUMPHREYS, F.J. and PRANGNELL, P.B. Production of Ultra-fine Grain Microstructures in Al-Mg Alloys by Conventional Rolling. *Acta Materialia*, v. 50, p. 4461-4476, 2002.

GOURDET, S. and MONTHEILLET, F. An Experimental Study of the Recrystallization Mechanism During Hot Deformation of Aluminum. *Materials Science and Engineering A*, v. 283, p. 274-288, 2000.

GOURDET, S. and MONTHEILLET, F. A Model of Continuous Dynamic Recrystallization. *Acta Materialia*, v. 51, p. 2685-2699, 2003.

HAN, B. Q. and YUE, S. Processing of Ultrafine Ferrite Steels. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 136, pp. 100-104, 2003

HAUSEROVÁ, D., DLOUHÝ, J., NOVÝ, Z., ZRNÍK, J. and DUCHEK, M. Foming of C45 Steel at Critical Temperature. *Engineering Procedia*, v. 10, p. 2955-2960, 2011.

HE, T., XIONG, Y., REN, F., GUO, Z. and VOLINSKY, A.A. Microstructure of Ultra-Fine Grained High Carbon Steel Prepared by Equal Channel Angular Pressing. *Materials Science and Engineering A*, v. 535, p. 306-310, 2012.

KAIBYSHEV, R., SHIPILOVA, K, MUSIN, F. and MOTOHASHI Y. Continuous Dynamic Recrystallization in an Al-Li-Mg-Sc alloy During Equal-Channel Angular Extrusion. *Materials Science and Engineering A*, v. 396, p. 341-3451, 2005.

MEYERS, M.A. and CHAWLA, K.K. *Mechanical Behavior of Materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 2009.

NAGAI, K. Ultrafine Grained Steel With Dispersed Cementite Particles. *Journal of Materials Science Technology*, v. 117, p. 329-332, 2001.

NAM, W.J. and BAE, C.M. Coarsening Behavior of Cementite Particles at a Subcritical Temperature in a Medium Carbon Steel. *Scripta Materialia*, v. 41, n. 3, p. 313-318, 1999.

NARAYANA-MURTY, S.V.S., TORIZUKA S. Microstructure-mechanical properties correlation in ultrafine grained steels processed by large strain warm deformation. *ISIJ International*, v. 48, n. 8, p. 1088-1095, 2008.

OHMORI, A., TORIZUKA, S. and NAGAI, K. Strain-Hardening due do Dispersed Cementite for Low Carbon Ultrafine-Grained Steels. *ISIJ International*, v. 44, n. 6, p. 1063-1071, 2004.

OKITSU, Y., TAKATA, N. and TSUJI, N. A New Route to Fabricate Ultrafine-Grained Structures in Carbon Steels Without Severe Plastic Deformation. *Scripta Materialia*, v. 60, p. 76-79, 2009.

PICKERING, F. B. *Physical Metallurgy and the Design of Steels*. London: Applied Science Publishers, 1978.

SAE INTERNATIONAL. J403; chemical compositions of SAE carbon steels. 2001, 9p.

SAITO, Y., TSUJI, N., UTSUNOMIYA, H., SAKAI, T. and HONG, R.G. Ultra-Fine Grained Bulk Aluminum Produced By Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. *Scripta Materialia*, v. 39, n. 9, p. 1221-1227, 1998.

SAITO, Y., UTSUNOMIYA H., TSUJI, N. and 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.

SHIN, D. H., KIM, I., KIM, J. and PARK, K. T. Grain Refinement Mechanism During Equal-Channel Angular Pressing of a Low-Carbon Steel. *Acta Materialia*, v. 49, pp. 1285-1292, 2001.

SHIN, D.H and PARK, K.T. Ultrafine Grained Steels Processed by Equal Channel Angular Pressing. *Materials Science and Engineering A*, v. 410-411, p. 299-302, 2005.

(A) SONG, R., PONGE, D., RAABE, D. and KASPAR, R. Microstructure and Crystallographic Texture of an Ultrafine Grained C-Mn Steel and their Evolution During Warm Deformation and Annealing. *Acta Materialia*, v. 53, pp. 845-858, 2005.

(B) SONG, R., PONGE, D. and RAABE, D. Influence of Mn Content on the Microstructure and Mechanical Properties of Ultrafine Grained C-Mn Steel. *ISIJ International*, v. 45, n. 11, pp. 1721-1726, 2005.

(C) SONG, R., PONGE, D. and RAABE, D. Improvement of the Work Hardening Rate of Ultrafine Grained steels Through Second Phase Particles. *Scripta Materialia*, v. 52, p. 1075-1080, 2005.

(D) SONG, R., PONGE, D. and RAABE, D. Mechanical Properties of an Ultrafine Grained C-Mn Steel Processed by Warm Deformation and Annealing. *Acta Materialia*, v. 53, pp. 4881-4892, 2005.

SONG, R., PONGE, D., RAABE, D., SPEER, J. G. and MATLOCK, D. K. Overview of Processing, Microstructure and Mechanical Properties of Ultrafine Grained BCC Steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 441, pp. 1-17, 2006.

TAKATA, N., OHTAKE, Y., KITA, K., KITAGAWA, K. and TSUJI, N. Increasing the ductility of ultrafine-grained copper alloy by introducing fine precipitates. *Scripta Materialia*, v. 60, p. 590-593, 2009.

TORIZUKA, S., MURAMATSU, E., NARAYANA MURTY, S.V.S. and NAGAI, K. Microstructure Evolution and Strength-Reduction in Area Balance of Ultrafine-Grained Steels Processed by Warm Caliber Rolling. *Scripta Materialia*, v. 55, p. 751-754, 2006.

TSUCHIDA, N., MASUDA, H., HARADA, Y., FUKAURA, K., TOMOTA Y. and NAGAI, K. Effect of Ferrite Grain Size on Tensile Deformation Behavior of a Ferrite-Cementite Low Carbon Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 488, pp. 446-452, 2008.

TSUJI, N., MATSUBARA, Y. and SAITO Y. Dynamic Recrystallization of Ferrite in Interstitial Free Steel. *Scripta Materialia*, v. 37, n. 4, p. 477-484, 1997.

TSUJI, N., SAITO, Y., UTSUNOMIYA, H. and TANIGAWA, S. Ultra-Fine Grained Bulk Steel Produced By Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. *Scripta Materialia*, v. 40, n. 7, p. 795-800, 1999.

TSUJI, N., KAMIKAWA, N., UEJI, R., TAKATA, N., KOYAMA, H. and TERADA, D. Managing Both Strength and Ductility in Ultrafine Grained Steels, *ISIJ International*, v. 48, pp. 1114-1121, 2008.

WILLIAM, J. Comments on the microstructure and properties of ultrafine grained steel. *ISIJ International*, v. 48, n. 8, p. 1063-1070, 2008.

ZHANG, S.L., SUN, X.J. and DONG, H. Effect of Deformation on the Evolution of Spheroidization for the Ultra High Carbon Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 432, p. 324-332, 2006.

ZHAO, M.C, HANAMURA, T., QIU, H., NAGAI, K. and YANG K. Dependence of Strength and Strength-Elongation Balance on the Volume Fraction of Cementite Particles in Ultra-Fine Grained Ferrite/Cementite Steels. *Scripta Materialia*, v. 54, p. 1385-1389, 2006.

ZHU, T. and LI, J. Ultra-Strength Materials. *Progress in Materials Science*, v. 55, p. 710-757, 2010.

## CAPÍTULO 7

# DEFORMAÇÃO CRÍTICA PARA FORMAÇÃO DE GRÃOS ULTRAFINOS, TAMANHO MÍNIMO DE GRÃO E SATURAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

### 7.1 - Introdução

Desde o início dos anos 50, período da publicação da primeira equação matemática descrevendo a influência do tamanho de grão na resistência e fratura dos metais, a equação de Hall-Petch (HALL, 1951 and PETCH, 1953), os estudos sobre o refino de grão se difundiram e tornaram-se objetivo de trabalho de variadas universidades, centros de pesquisa e companhias. Esse movimento foi impulsionado principalmente pela característica única do refino de grão de proporcionar o aumento simultâneo da resistência mecânica e tenacidade. Os primeiros aços a serem endurecidos pelo refino de grão foram os aços baixo carbono acalmados com adições de alumínio, elemento reconhecido como um eficiente inibidor do crescimento de grão austenítico (KRAUSS, 2005). Na década de 60, o desenvolvimento dos aços de alta resistência e baixa liga microligados com vanádio, nióbio e titânio, em paralelo ao desenvolvimento dos processos de laminação controlada, permitiram o desenvolvimento de microestruturas com tamanho de grão cada vez mais reduzido, tipicamente da ordem de 5 a 10 $\mu$ m (SKOBIR, 2011). Essa combinação de adição de elementos de liga, controle de temperatura, velocidade de deformação e taxa de resfriamento ficou conhecida como processamentos termomecânicos (BHADESHIA and HONEYCOMBE, 2006).

Nas décadas seguintes, a demanda crescente da sociedade por automóveis com menor peso para reduzir as emissões atmosféricas e por estruturas mais versáteis e econômicas para a construção civil e construção mecânica foram força motriz incentivando a busca dos metalurgistas por aços com resistência mecânica ainda mais elevadas. Dessa forma, dentro outras melhorias de processos produtivos e criação de novos aços com estrutura complexas, os tratamentos termomecânicos foram aperfeiçoados para se obter o menor tamanho de grão possível e foram desenvolvidos os métodos de produção de metais com grãos finos produzidos através da deformação

plástica severa (SONG *et al.*, 2006; HAN and YUE, 2003; AZUSHIMA *et al.*, 2008). Assim, surgiu uma nova classe de materiais metálicos, com características únicas e muito atrativas para responder os anseios da sociedade moderna, os metais de grãos ultrafinos.

Diversos grupos de pesquisas empenhados em estudar e desenvolver os metais de grãos ultrafinos se estabeleceram ao redor do mundo, dentre eles ganharam destaque o grupo de HODGSON *et al.*, que se empenham ao estudo de processamentos de aços carbono através de processamentos termomecânicos avançados (HICKSON *et al.*, 2002; HURLEY *et al.*, 2002; BELADI *et al.*, 2004; BELADI *et al.*, 2004); o grupo de VALIEV *et al.*, um dos pioneiros na produção de metais de grãos ultrafinos através da deformação plástica severa (VALIEV, 1997; SEGAL *et al.*, 1999) (desenvolvedores do processo *Equal Channel Angular Pressing*, ECAP); o grupo de TSUJI e colaboradores, responsáveis pelo desenvolvimento do processo *Accumulative Roll-Bonding* (ARB), conhecido como um dos mais promissores para aplicações na indústria (SAITO *et al.*, 1998; TSUJI *et al.*, 1999; SAITO *et al.*, 1999; TSUJI *et al.*, 2002; LEE *et al.*, 2002; TSUJI *et al.*, 2002; TSUJI *et al.*, 2003; HUANG *et al.*, 2003; HANSEN *et al.*, 2004; LI *et al.*, 2006; KAMIKAWA *et al.*, 2007; TSUJI *et al.*, 2003; TSUJI *et al.*, 2008) e o grupo de SONG *et al.*, que publicaram diversos trabalhos sobre o processamento de aço carbono por compressão plana (SONG *et al.*, 2005A; SONG *et al.*, 2005B; SONG *et al.*, 2005C; SONG *et al.*, 2006).

Em estudos anteriores, a maioria dos trabalhos a respeito do refino de grão investigaram o efeito das variáveis de processo na microestrutura final, os mecanismos responsáveis pelo refino de grão bem como as propriedades mecânicas desses materiais (SHIN *et al.*, 2001; SHIN *et al.*, 2002; ZHU and LOWE, 2000; YVANISENKO *et al.*, 2003; SHAARBAF and TOROGHINEJAD, 2008; PIRGAZI *et al.*, 2008; EIZADJOU *et al.*, 2009; WEI *et al.*, 2009; COSTA *et al.*, 2005; KOCK, 2003; KWAN *et al.*, 2008; FIGUEIREDO, 2010; HOSEINI *et al.*, 2008; ISHI *et al.*, 2005; ZHILYAEV *et al.*, 2006; MAZURINA *et al.*, 2008; DJAVANROODI and EBRAHIMI, 2010; KOLAH *et al.*, 2009). Partes desses trabalhos apresentam algumas características em comum: a maioria se limita ao estudo de metais e ligas de baixo limite de escoamento como alumínio, aços IF e cobre; parece existir uma deformação plástica mínima a partir da qual os mecanismos de refino de grão são efetivos; parece haver um grau de deformação plástica limite a partir da qual não ocorre mais refino de

grão, ocorre saturação do tamanho de grão; ocorre saturação das propriedades mecânicas quando essa deformação plástica limite é atingida. O grupo de HODGSON *et al.* se atentou para a existência de uma deformação crítica mínima para a formação de grãos ultrafinos em ferrita transformada dinamicamente induzida por deformação plástica. AZUSHIMA *et al.* (2008). sinalizaram em sua revisão que a resistência dos metais de grãos ultrafinos aumenta com o aumento da deformação aplicada e gradualmente satura. Eles também observaram que a ductilidade sofre uma queda brusca em deformações relativamente pequenas, e o valor atingido se mantém aproximadamente constante ou ligeiramente decresce com o aumento da deformação.

Se existe uma deformação plástica mínima a partir da qual ocorre refino de grão e uma deformação máxima a partir da qual ocorre saturação do tamanho de grão e propriedades mecânicas então o porquê de aplicar deformações plásticas elevadas para se processar os metais de grãos ultrafinos através dos processos de deformação plástica severa? Um balanço otimizado entre tamanho de grão, propriedades mecânicas e deformação total aplicada pode ser fator decisivo para abrir novos caminhos para aplicações dos metais de grãos ultrafinos na indústria. O objetivo desse trabalho é apresentar os ensaios de torção como ferramentas nos estudos de refino de grão através da deformação plástica severa, investigar a deformação crítica mínima para a formação de grãos ultrafinos em um aço baixo carbono e a deformação crítica a partir da qual ocorre a saturação das propriedades mecânicas.

## **7.2 - Metodologia**

Corpos de provas para ensaios de torção com 17 mm de comprimento útil e 6,4 mm de diâmetro foram usinados de uma amostra de fio máquina de um aço baixo carbono. O aço escolhido para a realização desse trabalho foi o aço de classificação SAE-1010, que possui um teor de carbono especificado por norma variando de 0,10 a 0,13 % em massa.

Os ensaios foram realizados em uma máquina de torção da marca MTS<sup>®</sup> que permite a simulação de diversas condições de processamentos termomecânicos. Ela é do tipo servo-hidráulica e dotada com uma célula de carga com capacidade de torque de até 250 Nm. A sua operação é feita através do software TestStarII<sup>®</sup>, que controla a coleta de dados convertendo os parâmetros de torque e deformação angular em tensão e deformação equivalentes. As garras fixadores dos corpos de prova são acopladas a um forno cilíndrico do tipo radiante. O aquecimento no forno é feito por radiação infravermelha, proveniente de lâmpadas halógenas de filamento de tungstênio, que proporcionam um rápido aquecimento e controle preciso da temperatura. Os corpos de provas foram mantidos em um tubo de quartzo, imerso em uma atmosfera inerte de gás argônio para evitar oxidação e descarbonização, durante todos os ciclos de aquecimento, deformação e resfriamento. A temperatura foi monitorada através de um termopar em contato permanente com a seção útil do corpo de prova, garantindo uma oscilação de temperatura de no máximo 3°C.

Todas as amostras foram recozidas a 900°C antes do início do ensaio para homogeneização microestrutural e resfriadas dentro do forno até a temperatura ambiente. Deformações equivalentes de 0,8, 1,6, 4,0 e 5,6 a uma taxa de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$  e incremento de 0,8 por passe foram aplicadas a diversos corpos de prova a temperatura de 500°C. A FIGURA 7.1 ilustra as rotas de processamento empregada.

Foram realizadas análises metalográficas em microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) em seções tangenciais ao longo do comprimento útil dos corpos de prova. O tamanho médio de grão ferrítico foi determinado através de análises de imagens utilizando um software metalográfico com uma contagem mínima de 200 grãos, permitindo um desvio experimental de no máximo 10%. Medidas de microdureza Vickers foram realizadas ao longo do comprimento útil dos corpos de prova, utilizando carga de penetração de 0,5 Kgf.

Devido à importância que os ensaios de dureza tem na indústria por permitir a caracterização dos materiais de forma rápida, econômica e objetiva diversos estudos foram realizados com o objetivo de correlacionar os valores de dureza com o limite de escoamento e limite de resistência dos materiais. A primeira equação correlacionando a dureza e o limite de escoamento dos metais foi proposta por TABOR e sugeria uma relação linear entre a dureza e o limite de escoamento, com um erro de

aproximadamente 20% (TABOR, 1947; TABOR 1951). Outras equações com maior precisão foram desenvolvidas, como as equações propostas por CAHOON *et al.* (1971) e CAHOON (1972), com um erro inferior a 2%.

Essa última equação apesar de oferecer maior confiança tem o inconveniente de ser necessário a determinação do coeficiente de encruamento do material para a sua aplicação.

Nesse trabalho iremos adotar as equações propostas por PAVLINA e TYNE (2008), Equação 7.1 e 7.2 e a equação proposta por YAVUZ e TEKKAYA, Equação 7.3. A primeira e segunda equação foram obtidas a partir dos dados de regressão linear de mais de 150 aços de variadas composições químicas e microestruturas, com coeficiente de regressão  $R^2$  de 0,9212 e 0,9347, respectivamente. A equação de YAVUZ e TEKKAYA foi desenvolvida com o método de elementos finitos considerando um material encruado, com um erro estimado inferior a 2%.

$$YS = -90,7 + 2,876Hv \quad \text{Eq. 7.1}$$

$$TS = -99,8 + 3,734Hv \quad \text{Eq. 7.2}$$

$$YS = \frac{Hv}{2,51} \quad \text{Eq. 7.3}$$

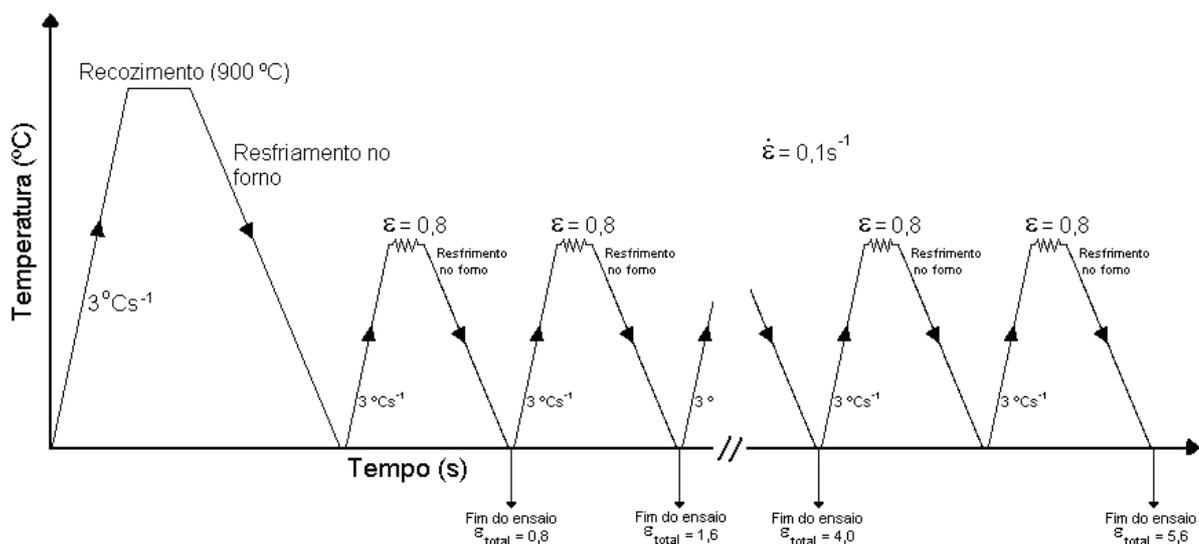


FIGURA 7.1: Ilustração esquemática das rotas de processamentos utilizadas.

### 7.3 - Resultados

A FIGURA 7.2 mostra um exemplo de curvas típicas tensão-deformação obtidas nos ensaios de torção a 500°C, taxa de deformação de  $0,1\text{ s}^{-1}$  e deformação total aplicada de 4,0 em 5 passes. As curvas mostram que uma tensão estacionária de aproximadamente 400MPa é atingida logo após o primeiro passe. A forma constante das curvas pode ser uma indicação que não ocorre amaciamento estático durante o intervalo entre as deformações (recristalização) e nem amaciamento dinâmico (recristalização dinâmica) durante as deformações. O aspecto diferente da curva “a” pode ser em parte atribuído ao ajuste inicial da cabeça roscada do corpo de prova nas garras da máquina de ensaio.

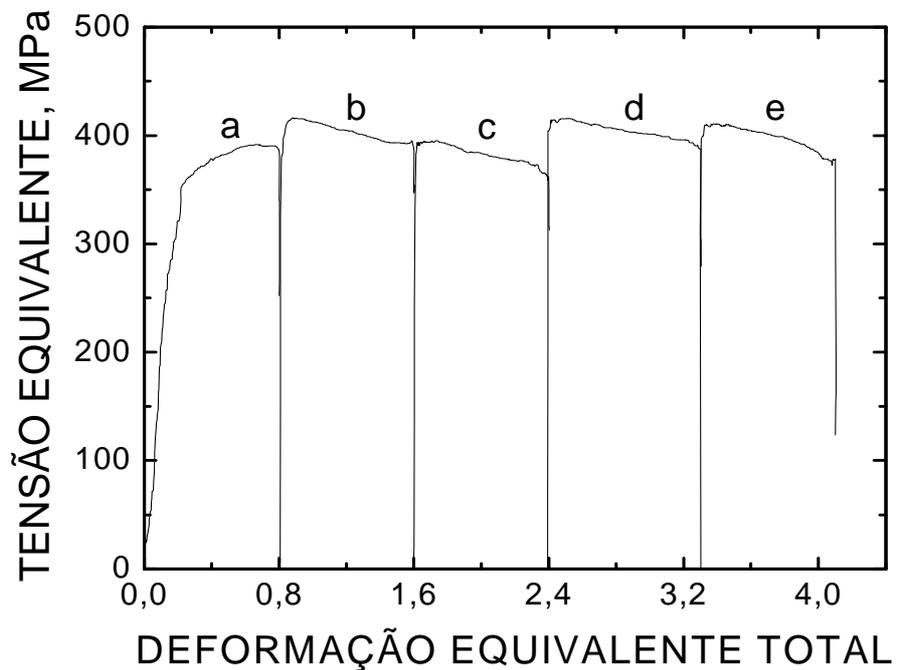


FIGURA 7.2: Curvas tensão deformação de amostras testadas em torção na temperatura de 500 °C e deformação total de 4,0.

A FIGURA 7.3(a) e (b) mostra as micrografias de MO e MEV de uma amostra na condição como recozida ( $\epsilon_{\text{total}} = 0$ ), e após ensaios de torção ( $\epsilon_{\text{total}} = 1,6$ ), respectivamente. A fase em maior abundância na microestrutura recozida é ferrita equiaxial homogênea, de tamanho médio de grão de  $13,7\mu\text{m}$ . A fase menos abundante são colônias de perlita fina. Após deformação plástica, os grãos de ferrita ficaram suavemente alongados ao longo da direção de torção, com algumas regiões livres da perlita inicial e outras com a presença de lamelas de cementita fragmentada. O tamanho médio de grão ferrítico medido nessa última situação é de  $0,7\mu\text{m}$ .

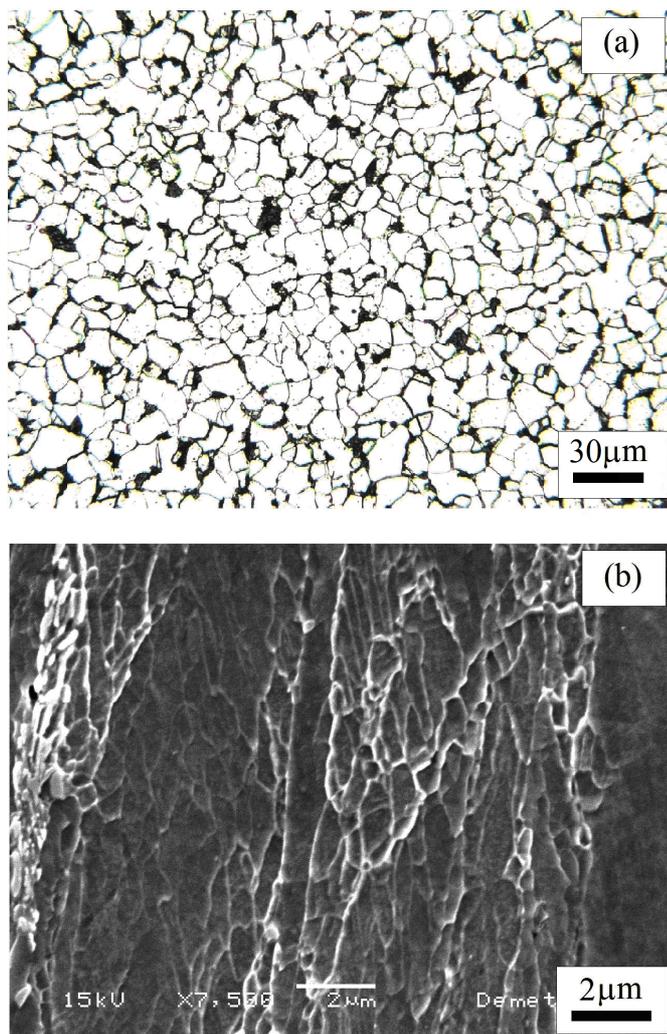


FIGURA 7.3: Imagens de MO (a) e MEV (b) para uma amostra na condição como recozida ( $\epsilon_{\text{total}} = 0$ ), e após 2 passes de torção, ( $\epsilon_{\text{total}} = 1,6$ ), respectivamente.

A FIGURA 7.4(a) apresenta a dependência do tamanho médio de grão ferrítico ( $d_{\alpha}$ ) com o grau de deformação acumulada ( $\epsilon_{\text{total}}$ ). Após  $\epsilon_{\text{total}} = 0,8$ , um passe de torção, o tamanho de grão decresce suavemente, sendo um pouco menor do que o tamanho de grão inicial. Quando  $\epsilon_{\text{total}}$  aumenta para 1,6, dois passes de torção, ocorre uma queda substancial do tamanho de grão, atingindo a região submicrométrica. Aumento  $\epsilon_{\text{total}}$  de 1,6 para 4,0, o tamanho médio de grão continua a cair continuamente, e permanece praticamente inalterado até  $\epsilon_{\text{total}} = 5,6$ . O tamanho médio de grão final é de aproximadamente  $0,5\mu\text{m}$ .

O comportamento da dureza Vickers (HV) do aço carbono 1010 com a variação do tamanho de grão é apresentado na Figura 7.4(b). A dureza passa de 107 para 180Hv após o  $\epsilon_{\text{total}} = 0,8$ . De  $\epsilon_{\text{total}} = 0,8$  para  $\epsilon_{\text{total}} = 1,6$  ainda ocorre um aumento significativo no valor da dureza, fato que deixa de acontecer quando  $\epsilon_{\text{total}}$  excede a marca de 2,4, onde a dureza apresenta uma tendência de saturamento.

A FIGURA 7.5 apresenta as curvas estimadas de limite de escoamento (LE) e limite de resistência (LR) a partir dos dados da FIGURA 7.4(b) aplicando as equações empíricas de PAVLINA e TYNE (2008) e YAVUZ e TEKKAYA. As equações de PAVLINA e TYNE modelam razoavelmente LE e LR, com as curvas seguindo mesmo tendência de saturação conforme apresentado pela curva de dureza. A equação obtida por YAVUZ e TEKKAYA apresenta valores elevados de LE, sendo superior a 400MPa para  $\epsilon_{\text{total}} = 0$ . Dessa forma, a estimativa do limite de escoamento utilizando a Equação 7.3 não é satisfatória

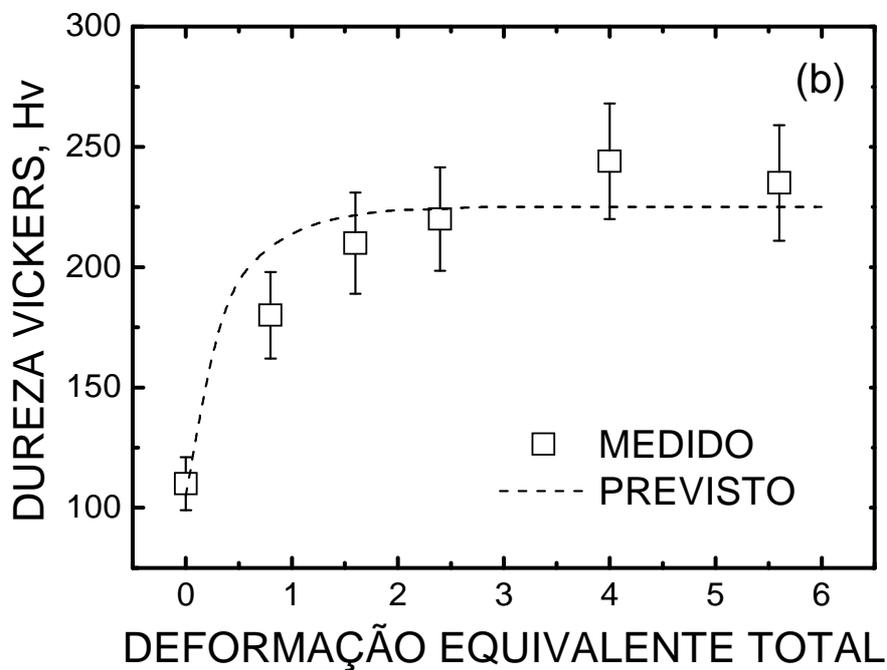
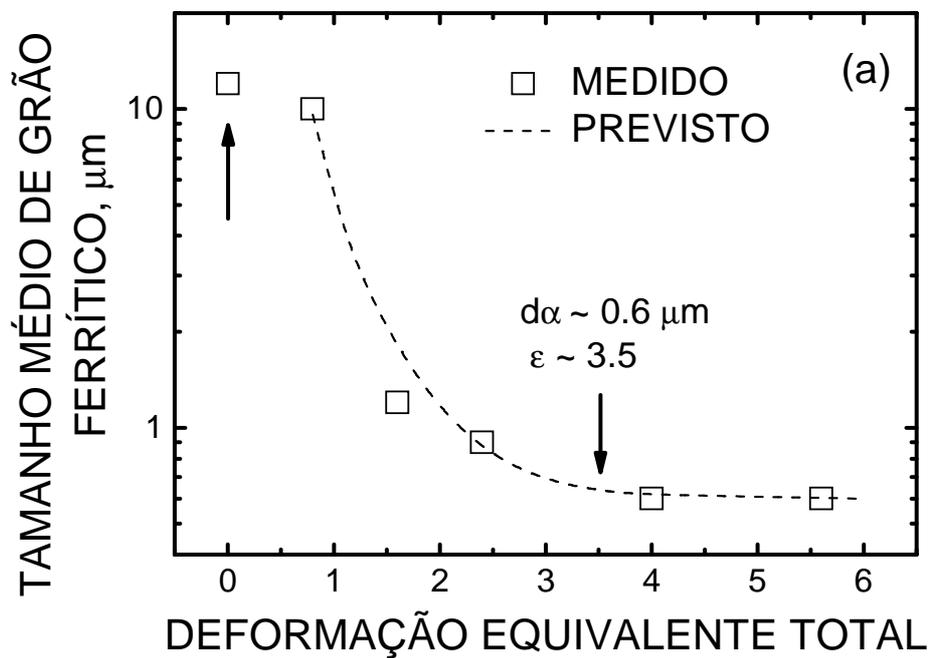


FIGURA 7.4: (a) Dependência do tamanho médio de grão ferrítico com a deformação acumulada. (b) Efeito do tamanho de grão ferrítico na microdureza Vickers.

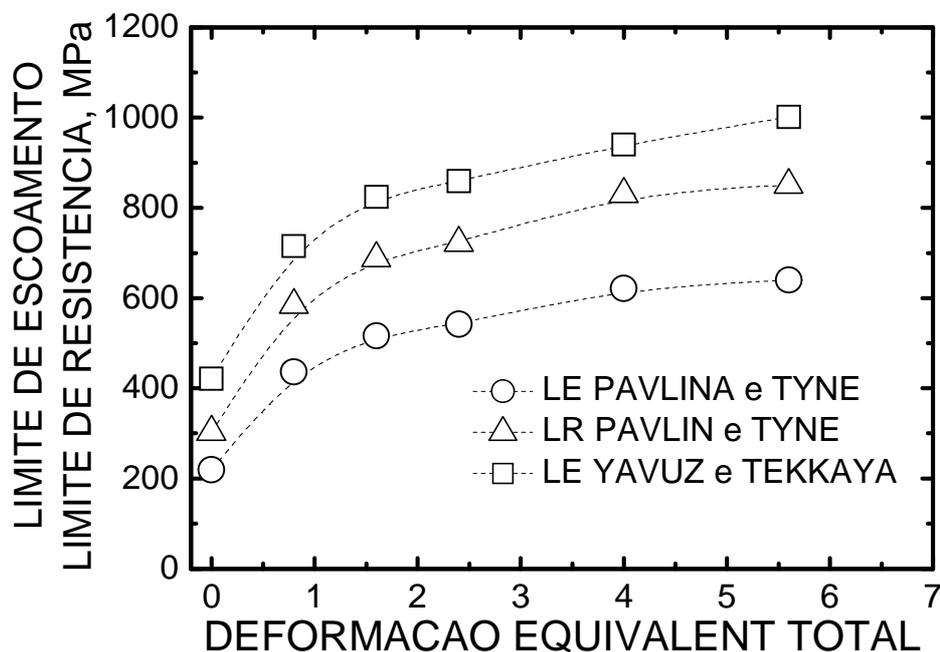


FIGURA 7.5: Curva empírica de limite de escoamento (LE) e limite de resistência (LR) utilizando as equações de PAVLINA e TYNE (2008) e YAVUZ e TEKKAYA.

#### 7.4 - Discussão

As curvas tensão-deformação “b”, “c”, “d” e “e” da FIGURA 7.2 um apresentam aspecto similar, atingem um valor máximo no início da deformação e logo em seguida esse valor permanece estacionário até o final do ensaio. Essa tensão estacionária é uma indicação da atuação do mecanismo de recuperação dinâmica (DRV), suficiente para contrabalancear o efeito do encruamento sobre a tensão de fluxo plástico. A forma geral dessas curvas é típica das curvas de fluxo plástico de metais de estrutura cristalina de corpo centrado que sofrem recuperação dinâmica durante a deformação (TSUJI *et al.*, 1997; DONGSHENG *et al.*, 1997). A curva “a” é um pouco diferente das demais, ela sugere que o aço experimenta encruamento até o término do ensaio, onde a tensão atinge o valor máximo.

Na FIGURA 7.4(a) se observa que após uma  $\epsilon_{\text{total}} = 0,8$  o tamanho médio de grão ferrítico sofre uma redução pequena, permanecendo num valor de aproximadamente 10 $\mu\text{m}$ . Com o aumento a deformação em 0,8 o refino de grão se torna significativo. Uma associação dos aspectos das curvas da FIGURA 7.2 e da curva da FIGURA 7.4(a) permite sugerir que o refino de grão é devido à recuperação e recristalização dinâmica contínua da ferrita, caracterizada pela subdivisão dos grãos iniciais em subgrãos, a migração de curta distância de deslocações e a rotação dos subcontornos de grãos para formar contornos de alto ângulo, aspecto já observado e amplamente discutido (SONG *et al.*, 2005B; EGHBALI, 2007; BERGWERF, 2007).

A análise da FIGURA 7.4(a) também sugere que existe uma deformação acumulada mínima, ou deformação crítica ( $\epsilon_c$ ), a partir da qual os mecanismos de refino de grão se tornam efetivos, ou seja, a deformação na qual o tamanho de grão atingiu a região submicrométrica. Para o aço carbono estudado nesse trabalho  $\epsilon_c \approx 1,6$ . Poucos autores se atentaram para essa questão da existência da deformação crítica, dentre eles SONG *et al.* (2005B) que obtiveram uma  $\epsilon_c = 0,8$  para um aço baixo carbono processado por compressão plana. Apesar dos autores terem obtido um menor valor para  $\epsilon_c$  é relevante frisar que o tamanho médio de grão obtidos por eles foi superior a 1 $\mu\text{m}$ .

A FIGURA 7.6 apresenta curvas do tamanho médio de grão em função da deformação equivalente acumulada copiladas dos trabalhos de diversos autores. Essas curvas se referem a aço carbono, aço IF, alumínio e cobre de grão ultrafino processados em diferentes condições. Parece evidente que independente da rota de processamento e estrutura cristalina do metal existe também uma deformação equivalente acumulada ( $\epsilon_s$ , deformação de saturação) a partir da qual deixa de ocorrer refino de grão. Nesse trabalho também parece haver um saturação do tamanho médio de grão, de acordo com a FIGURA 7.4(a) essa deformação seria de aproximadamente 3,5.

A TABELA 7.1 faz a associação das informações de algumas das curvas da Figura 7.6 com as rotas de processamentos utilizadas. Para o processamento por ARB, independentemente do tipo de metal, da temperatura e taxa de deformação a  $\epsilon_s$  parece ser um parâmetro característico do processo. O aço IF, o cobre e o alumínio apresentam o mesmo valor de  $\epsilon_s$ , 4,8. Comparações com mais dados experimentais se faz necessário para confirmar se essa é mais uma característica do processamento por ARB.

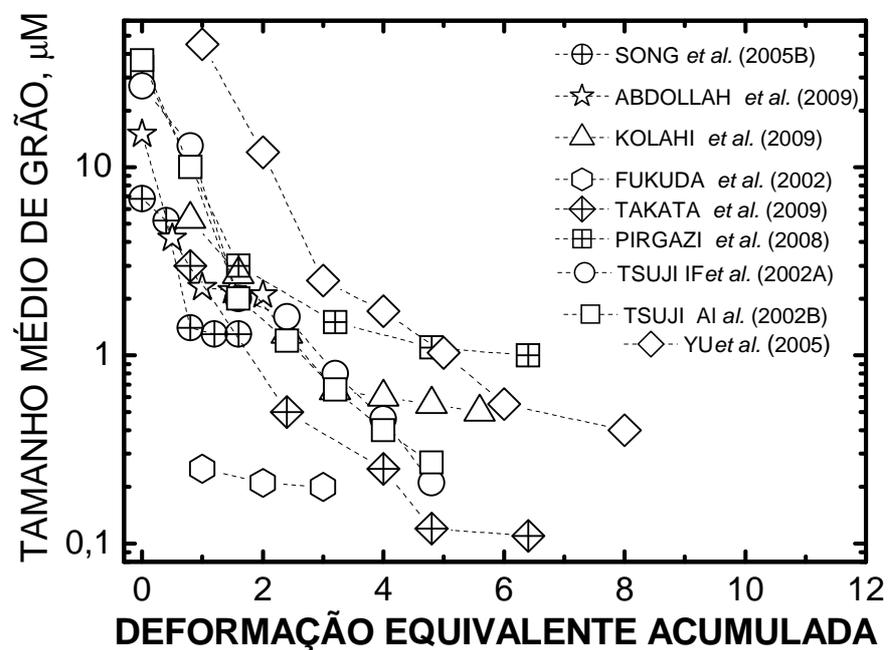


FIGURA 7.6: Tamanho médio de grão em função da deformação equivalente acumulada para diversos metais e condições processamentos.

TABELA 7.1: Deformação de saturação ( $\epsilon_s$ ) do tamanho médio de grão para diversos metais e diferentes rotas de processamento.  $\Delta\epsilon$  é a deformação aplicada por passe,  $\epsilon_\Delta$  é a taxa de deformação e  $T_p$  é a temperatura de processamento.

Metal	Processamento	$T_p$ (°C)	$\epsilon_\Delta$ (s <sup>-1</sup> )	$\Delta\epsilon$	$\epsilon_s$	Referência
0,2%C-Mn	Compressão	550	10	0,4	1,2	SONG <i>et al.</i>
0,03%C-Nb	Torção	790	0,01	0,5, 1 e 2	1,0	ABDOLLAH <i>et al.</i>
0,08%C-Mn	ECAP	Ambiente	0,00033	1,0	2,0	FUKUDA <i>et al.</i>
Aço IF	ARB	500	15	0,8	4,8	KOLAH <i>et al.</i>
Cobre	ARB	Ambiente	0,001	0,8	4,8	TAKATA <i>et al.</i>
Alumínio AA1100	ARB	200	51	0,8	4,8	PIRGAZI <i>et al.</i>
Aço IF	ARB	500	19	0,8	---	TSUJI <i>et al.</i>

A dureza do aço carbono 1010 estudado nesse trabalho apresenta um aumento acentuado a baixas deformações, FIGURA 7.4(b). Esse comportamento pode ser atribuído principalmente ao encruamento que o aço experimenta no primeiro passe de deformação, nesse ponto o refino de grão é pequeno, o que é importante é a subdivisão de grãos e a formação de novas deslocações para se transformar em contornos de alto ângulo nos passes seguintes através de processos de poligonização. Após o aumento inicial de dureza, o aço atinge um estado estacionário, onde não ocorre mais aumento da dureza com a elevação da deformação equivalente acumulada. De acordo com a FIGURA 7.4(b), a deformação de início do estado estacionário para a dureza é de aproximadamente 2,4.

A saturação da dureza com a elevação da deformação equivalente acumulada está presente nas curvas de dureza de diversos estudos sobre o refino de grão (SHAARBAF and TOROGHINEJAD, 2008; EIZADJOU *et al.*, 2009; WEI *et al.*, 2009; TAKATA *et al.*, 2009; KRALLICS and LENARD, 2004). Similarmente a dureza, alguns desses estudos demonstraram que as curvas do limite de escoamento e limite de resistência em função da deformação acumulada também apresentam uma deformação de saturamento. As curvas teóricas da FIGURA 7.5 demonstram que o aço carbono 1010 estudado aqui também apresenta uma tendência de saturamento do limite de escoamento e limite de resistência. Especialmente para o processo ARB essa deformação parece ser de aproximadamente 2,4, independentemente do metal, taxa de deformação e temperatura de deformação. Novamente aqui novos estudos se fazem necessário para avaliar se essa é uma característica do processamento por ARB. É importante notar que nesse estudo a deformação de saturamento também é de aproximadamente 2,4. Talvez isso seja devido os ensaios de torção terem sido realizados utilizando uma rota semelhante ao do processo ARB (CALADO *et al.*, 2010).

A deformação de saturação das propriedades mecânicas é determinada pelo balanço entre as deslocções geradas durante a deformação plástica e a atuação do mecanismo de recuperação dinâmica aniquilando essas deslocções geradas. Como nos processos de refino de grão por deformação plástica severa a subdivisão dos grãos em contornos de baixo ângulo e a migração de curta distância de deslocções para formar contornos de alto ângulo são determinantes no processo de formação de grãos ultrafinos, é esperado que no regime de saturamento não ocorra mais refino de grão, FIGURA 7.4(a) e (b).

Os resultados até aqui apresentados permitem destacar os seguintes aspectos: a) há um valor máximo de dureza, aproximadamente 225Hv no caso do aço carbono 1010; b) há uma tensão acumulada a partir da qual as propriedades mecânicas atingem um estado estacionário; c) o tamanho de grão cai drasticamente depois de atingida uma deformação crítica; d) há uma deformação de saturamento a partir da qual o tamanho de grão permanece praticamente inalterado.

Como já discutido, no aço carbono 1010 estudado aqui a recuperação dinâmica é um dos mecanismo de amaciamento atuante e responsável pela formação de grãos ultrafinos, portanto, o refino de grão é principalmente determinado pela interação entre deslocações. Nesse caso, a densidade média de deslocações pode ser descrita pelo modelo de Kocks-Mecking (KOCKS and MECKING, 2003), conforme a Equação 7.4:

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = C_1 - C_2\rho \quad \text{Eq.7.4}$$

A parcela responsável pelo encruamento é  $C_1 = 1/(b\Lambda)$ , onde  $b$  é o vetor de Burgers,  $\sim 2.5 \times 10^{-10}\text{m}$ , e  $\Lambda$  é meio caminho livre que uma deslocação pode deslizar antes de encontrar um obstáculo. A taxa de recuperação depende de  $\rho$  e  $C_2$ , que é uma função da taxa de encruamento e da temperatura. Integrando a Equação 7.4 se chega a:

$$\rho = \frac{C_1}{C_2} [1 - \exp(-C_1\varepsilon)] \quad \text{Eq.7.5}$$

Considerando  $H_v \equiv \rho$  e que o tamanho médio de grão ferrítico é relacionado com a densidade de deslocações pela expressão  $l \propto 1/\sqrt{\rho}$ , a análise das expressões acima indica que à medida que a deformação aumenta  $\rho$  tende a um valor limite  $\rho = C_1/C_2$ . Da mesma forma, nesse caso, o tamanho médio de grão ferrítico tende a um valor

limite inferior  $l = 1/\sqrt{C_1/C_2}$ . Esses aspectos então em concordância com as observações da FIGURA 7.4(a) e (b). Da figura também pode ser visto que há uma deformação de saturamento mínima a partir da qual não ocorre refino de grão.

Na FIGURA 7.4(a) e (b), os dados experimentais são modelados por expressões do tipo:

$$H_v = 100 + 125\sqrt{1 - \exp(1.8\varepsilon)} \quad \text{Eq. 7.6}$$

$$d_\alpha = 10\mu\text{m} - 9.6\mu\text{m}\sqrt{1 - \exp(1.8\varepsilon)} \quad \text{Eq. 7.7}$$

As expressões semi-teóricas acima incorporam um termo de decaimento exponencial e uma função raiz quadrática, como antecipado. À medida que a densidade de deslocações aumenta o tamanho médio de grão decresce. A FIGURA 7.4(a) apresenta os resultados experimentais para o tamanho de grão.

As linhas pontilhadas são os valores previstos para tamanhos de grão variando de 0,6 a 10 $\mu\text{m}$ . A semelhança entre os valores experimentais e os valores previstos é relevante. Os dados experimentais e os valores previstos sugerem que existe um tamanho de grão mínimo limite para uma dada condição de teste. Esse valor limite deveria, portanto, mudar com a taxa de deformação e temperatura de ensaios já que o termo de recuperação dinâmica na Equação 7.4 deveria variar com essas mudanças.

Deveria ser esperado que a medida que a recuperação dinâmica se torna mais efetiva, o que significa um aumento de temperatura ou decréscimo da taxa de deformação, o valor estacionário de  $\rho$  poderia decair, levando a um maior valor limite do tamanho de grão. Conseqüentemente, esse valor limite de tamanho de grão poderia decrescer se tanto a temperatura decresce e a taxa de deformação aumenta. Uma comparação dos dados experimentais de KOLAHi *et al.* (2009) com os de TSUJI *et al.* (2002B) para aço IF processados por ARB sugere que essas observações são fundamentadas, FIGURA 7.6 e TABELA 7.1. Mais experimentos variando a taxa de deformação e temperatura de ensaios são necessários para se comprovar essas afirmativas. A energia de falha de empilhamento também possui grande relevância no tamanho de grão limite, pois é esperado que metais com baixa energia possuam um menor tamanho limite.

#### 7.4.1 - Efeito da concentração de carbono na deformação crítica.

A FIGURA 7.7 compara a evolução do tamanho médio de grão ferrítico no aço 1010 com a deformação total acumulada com a evolução do tamanho médio de grão ferrítico de um aço SAE-1045 processado nas mesmas condições do aço 1010, denominado de agora em diante como aço 1045.

O tamanho médio de grão ferrítico no aço 1045 é menor do que no aço 1010 para todas as deformações acumuladas. No aço 1045 ocorre refino de grão após apenas um passe de torção,  $\epsilon_{total} = 0,8$ , onde o tamanho médio de grão atingiu a região submicrométrica. No aço 1010 o tamanho médio de grão só atinge a região submicrométrica após uma deformação total de 1,6. Portanto, o aço 1045 possui uma menor deformação crítica para refino de grão. No aço 1045 o saturamento do tamanho médio de grão também ocorre para uma menor deformação acumulada,  $\epsilon_{total} = 1,8$ , contra uma deformação de aproximadamente 3 no aço 1010. O tamanho mínimo de grão atingido é de  $0,4\mu\text{m}$  no aço 1045 e  $0,6\mu\text{m}$  no aço 1010.

Conforme discutido previamente, o refino de grão nos aços estudados aqui é controlado pela geração de deslocações geometricamente necessárias durante a deformação plástica, o rearranjo dessas deslocações em contornos de baixo ângulo (recuperação dinâmica) e a transformação desses contornos de baixo ângulo em contornos de alto ângulo com o aumento da deformação (recristalização dinâmica contínua).

Uma maior concentração de carbono implica numa maior concentração de partículas de cementita, partículas de menor diâmetro, dispersão mais homogênea e um menor espaçamento entre partículas (SONG *et al.* 2005D; OHMORI *et al.* 2004; TORIZUKA *et al.* 2006) .

Dessa forma, o aço 1045, em tese, possui maior densidade de deslocações do que o aço 1010 após a deformação plástica severa, e por possuir maior fração de partículas de cementita com menor espaçamento, o meio caminho livre percorrido pelas deslocações se torna menor. O menor espaçamento entre as partículas e a menor distância percorrida pelas deslocações parece restringir o crescimento de grão, fazendo que o tamanho médio de grão no aço 1045 seja menor. As partículas de cementita também agem ancorando os subgrãos transformados em grãos, restringindo a migração desses contornos.

No aço 1045, o efeito do aumento da densidade de deslocações com a deformação plástica e o ancoramento parcial dos contornos de grãos pelas partículas de cementita, parecem determinar o tamanho mínimo de grão ferrítico possível de ser atingido e a deformação de saturação ( $\epsilon_s$ ) a partir da qual deixa de ocorrer refino de grão ou o refino de grão é muito pequeno.

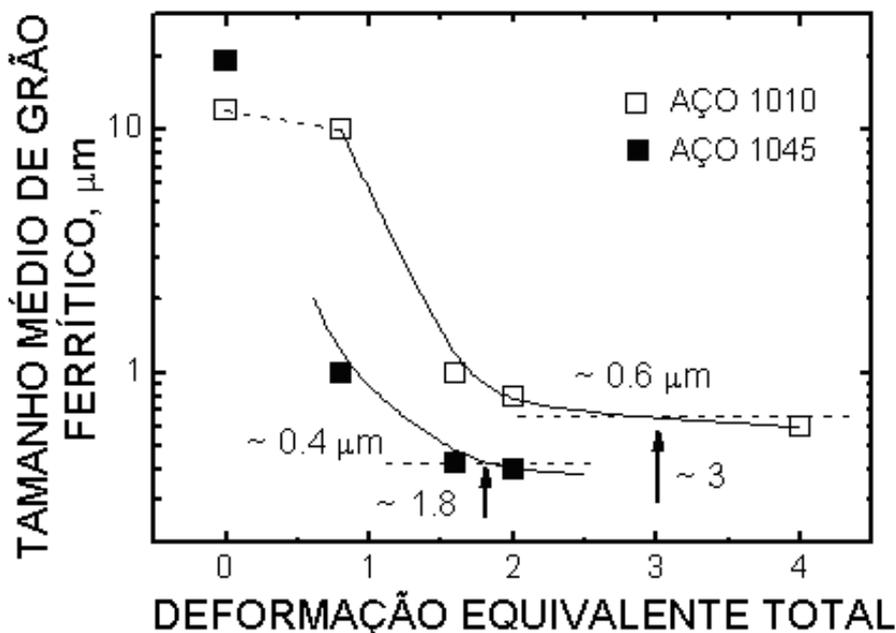


FIGURA 7.7: Evolução do tamanho médio de grão ferrítico com a deformação total acumulada para o aço 1010 e aço 1045.

Os dois aços estudados aqui representam essencialmente duas diferentes microestruturas: uma aproximadamente 100% ferrítica e outra com perlita + cementita. No aço 1010 a recuperação dinâmica é o mecanismo de amaciamento relevante, no aço 1045 o amaciamento ocorre através da recuperação dinâmica e através da fragmentação das lamelas de cementita da perlita. Portanto, parece razoável inferir que o tamanho de grão final no aço 1010 seja determinado pela interação entre deslocações e no aço 1045 seja determinado pela mesma interação entre deslocações mais os efeitos da interação entre deslocações e partículas de cementita.

No caso do aço 1010, a densidade média de deslocações pode ser descrita pela Equação 7.4 e Equação 7.5 acima. No caso do aço 1045, o valor de  $C_1$  deve ser reconsiderado. O meio caminho livre percorrido pelas deslocações pode ser descrito como:

$$\frac{1}{\Lambda} = \frac{1}{l} + \frac{1}{r} + C_3 \sqrt{\rho} \quad \text{Eq. 7.8}$$

Onde  $t$  é a distância média entre as partículas de cementita. Portanto,

$$C_1 = \frac{1}{b} \left( \frac{1}{l} + \frac{1}{r} + C_3 \sqrt{\rho} \right) \quad \text{Eq. 7.9}$$

No início da deformação,  $C_1$  parece ser determinado pelo tamanho de grão. Contudo, assim que se inicia a fragmentação da cementita, o termo correspondente ao espaçamento entre as partículas da uma contribuição adicional aumentando o valor de  $C_1$ . Assim  $C_1$  aumenta com a deformação, ou equivalentemente, com a densidade média de deslocações. Isso leva a um valor de  $C_1$  para o aço 1045 que é numericamente maior do que para o aço 1010.

A medida em que a deformação se torna maior,  $r$  irá tender para o valor da razão  $C_1/C_2$ , como mencionado anteriormente. Entretanto, essa razão será maior do que aquela para o aço 1010 e também será grandemente influenciada pela distância média entre as partículas de cementita. Portanto,  $r_{\text{aço 1045}} > r_{\text{aço 1010}}$ .

Em resumo, a análise da Equação 7.4 da suporte para os resultados experimentais do refino de grão ferrítico através da deformação plástica e para a existência de uma deformação crítica para o refino de grão. Contudo, como observado, o valor da deformação crítica reduz com o aumento do teor de carbono. Esse efeito pode ser explicado analisando o termo de recuperação na Equação 7.4. De fato  $C_2$  depende da taxa de deformação aplicada e da temperatura de deformação, assim ele pode ser considerado uma função de  $Z = \dot{\epsilon}[Q/(RT)]$  (YAZDIPOUR *et al.*, 2008).  $C_2$  aumenta com o aumento de Z. A energia de ativação Q pode ser relacionada com a energia necessária para uma deslocação se mover na presença de um obstáculo. Contudo, como as partículas de cementita esferoidizam parcialmente, essas partículas se tornam barreiras para o deslizamento livre aumentando o valor de Q. Se esse for o caso, o valor de  $C_2$  poderia aumentar e o valor de  $r_c$ , por essa razão, poderia atingir um estado estacionário a um valor menor de deformação do que para o aço 1010, em concordância com os resultados experimentais apresentados.

## 7.5 - Conclusões

Um aço carbono SAE-1010 foi processado por ensaios de torção para estudar a deformação crítica mínima necessária para a formação de grãos ultrafinos. As principais conclusões desse trabalho podem ser sumarizadas como segue:

- a) Existe uma deformação crítica a partir da qual os mecanismos de refino de grão se tornam efetivos. No caso do aço 1010 estudado aqui essa deformação é de aproximadamente 1,6 e no caso do aço 1045 0,8. A deformação crítica reduz com a elevação do teor de carbono.
- b) Existe uma deformação máxima acima da qual não ocorre mais refino de grão (deformação de saturamento), ou seja, o tamanho de grão atinge um valor limite inferior. Essa deformação é de aproximadamente 3,5 para o aço 1010 e 1,8 para o aço 1045. A deformação de saturamento também reduz com o aumento do teor de carbono.

- c) Existe uma deformação máxima a partir da qual ocorre saturamento das propriedades mecânicas. Para o aço 1010 essa deformação é de aproximadamente 2,4.
- d) Os resultados experimentais podem ser qualitativamente analisados e explicados em termos do modelo de kocks-mecking para a dependência da densidade média de deslocações com a deformação total acumulada.

## 7.6 - Referências

ABDOLLAH-ZADEH, A. and EGHBLI, B. Mechanism of Ferrite Grain Refinement During Warm Deformation of a Low Carbon Nb-Microalloyed Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 457, p. 219-225.

AZUSHIMA, A., KOPP, R., KORHONEN, A., YANG, D.Y., MICARI, F., LAHOTI, G.D., GROCHE, P., YANAGIMOTO, J., TSUJI, N., ROSOCHOWSKI, A. and YANAGIDA, A. Severe Plastic Deformation (SPD) Processes for Metals. *Manufacturing Technology*, v. 57, p. 716-735, 2008.

BELADI, H., KELLY, G.L., SHOKOUHI, A. and HODGSON P.D. The Evolution of Ultrafine Ferrite Formation Through Dynamic Strain-Induced Transformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 371, p. 343-352, 2004.

BELADI, H., KELLY, G.L., SHOKOUHI, A. and HODGSON, P.D. Effect of Thermomechanical Parameters on the Critical Strain for Ultrafine Ferrite Formation Through Hot Torsion Testing. *Materials Science and Engineering A*, v. 367, p. 152-161, 2004.

BERGWERF, R. *Ultrafine-Grained Ferritic Steels: A Literature Review to Their Formation, Production and Properties*. Delft: Delft University of Technology, Department of Materials Science and Engineering, 2007. 92p.

BHADESHIA, H.K.D.H., HONEYCOMBE, R.W.K. *Steels: Microstructure and Properties*. Third ed. Oxford: Butterworth-Heinemann Elsevier, 2006. 344p.

CAHOON, J.R., BROUGHTON, W.H. and KUTZAK A.R. The Determination of Yield Strength From Hardness Measurements. *Metall. Trans.*, v. 2, p. 1979-1983, 1971.

CAHOON, J.R. An Improved Equation Relating Hardness to Ultimate Strength. *Metall. Trans.*, v. 3, p. 3040, 1972.

CALADO, W.R. and BARBOSA, R.A.N.M. Ultra Grain Refinement in a Plain Carbon Steel by Means of Warm Torsion Testing. *ISIJ International*, v. 50. n. 10, p. 1471-1475, 2010.

COSTA, A. L. M., REIS, A. C. C., KESTENS, L. and ANDRADE, M. S. Ultra Grain Refinement and Hardening of IF-Steel During Accumulative Roll-Bonding. *Materials Science and Engineering A*, v. 406, p. 279-285, 2005.

DJAVANROODI, F. and EBRAHIMI M. Effect of Die Parameters and Material Properties in ECAP With Parallel Channels. *Materials Science and Engineering A*, v. 527, p. 7593-7599, 2010.

DONGSHENG, S., MUSEN, L., YOUNG, Z. RUI, Y. and FENGZHAO. L. A Model for Dynamic Recovery of BCC Structure. *Chinese Science Bulletin*, v. 42, n. 14, p. 1211-1215, 1997.

EGHBALI, B. EBSD Study on the Formation of Fine Ferrite Grains in Plain Carbon Steel During Warm Deformation. *Materials Letters*, v. 61, p. 4006-4010, 2007.

EIZADJOU, M., MANESH, H.D. and JANGHORBAN, K. Microstructure and Mechanical Properties of Ultra-fine Grains (UFGs) Aluminum Strips Produced by ARB Process. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 474, p. 406-415, 2009.

FIGUEIREDO, R.B., LANGDON, T.G. Grain Refinement and Mechanical Behavior of Magnesium Alloy Processed by ECAP. *Journal of Materials Science*, v. 45, p. 4827-4836, 2010.

FUKUDA, Y., OH-ISHI, K., HORITA, Z. and LANGDON, T.G. Processing of a Low-Carbon Steel by Equal-Channel Angular Pressing. *Acta Materialia*, v. 50, p. 1359-1368, 2002.

HALL, E.O. The deformation and Aging of Mild Steel. *Proc. Phys. Soc. London*, v. 64, p. 747, 1951.

HAN, B. Q. and YUE, S. Processing of Ultrafine Ferrite Steels. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 136, pp. 100-104, 2003

HANSEN, N., HUANG. X., UEJI, R. and TSUJI, N. Structure and Strength After Large Strain Deformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 387-389, p. 191-194, 2004.

HICKSON, M.R., HURLEY, P.J., GIBBS, R.K., KELLY, G.L. and HODGSON, P.D. The Production of Ultrafine Ferrite in Low-Carbon Steel by Strain-Induced Transformation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 33A, p. 1019-1026, 2002.

HOSEINI, M., MERATIAN, M., TOGOROGHINEJAD, M.R. and SZPUNAR J.A. Texture Contribution in Grain Refinement Effectiveness of Different Routes During ECAP. *Materials Science and Engineering A*, v. 497, p. 87-92, 2008.

HUANG., X, TSUJI, N., HANSEN, N. and MINAMINO Y. Microstructural Evolution During Accumulative Roll-Bonding of Commercial Purity Aluminum. *Materials Science and Engineering A*, v. 340, p. 265-271, 2003

HURLEY, P.J., MUDDLE, B.C. and HODGSON P.D. The Production of Ultrafine Ferrite during Hot Torsion Testing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 33A, p. 2985-2993, 2002.

SHI, K.-O., ZHILYAEV, A.P. and MCNELLEY, T.R. Effect of Strain Path on Evolution of Deformation Bands During ECAP of Pure Aluminum. *Materials Science and Engineering A*, v. 410-411, p. 183-187, 2005.

KAMIKAWA, N., SAKAI, T. and TSUJI, N. Effect of Redundant Shear Strain on Microstructure and Texture Evolution During Accumulative Roll-Bonding in ultralow Carbon IF Steel. *Acta Materialia*, v. 55, 5873-5888, 2007.

KRALLICS, G. and LENARD, J. G. An examination of the Accumulative Roll-Bonding Process. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 152, p. 154-161, 2004

KRAUSS, G. *Steel; Processing, Structure and Performance*. 2005 ed. Ohio: ASM International, 2005. 602p.

KOCK, CC. Optimization of Strength and Ductility in Nanocrystalline and Ultrafine Grained Metals. *Scripta Materialia*, v. 49, p. 657-662, 2003.

KOCKS, U.F. and MECKING H. Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. *Progress in Materials Science*, v. 48, p. 171-273, 2003.

KOLAH, A., AKBARZADEH, A. and BARNETT M.R. Electron Back Scattered Diffraction (EBSD) Characterization of Warm Rolled and Accumulative Roll Bonding (ARB) Processed Ferrite. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 209, p. 1436-1444, 2009.

KWAN, C., WANG, Z. and KANG S.-B. Mechanical Behavior And Microstructural Evolution Upon Annealing of The Accumulative Roll-Bonding (ARB) Processed Al Alloy 1100. *Materials Science and Engineering A*, v. 480, p. 148-159, 2008.

LEE, S. H., SAITO, Y., TSUJI, N., UTSUNOMIYA, H. and SAKAI, T. Role of Shear Strain in Ultragrain Refinement by Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. *Scripta Materialia*, v. 46, p. 281-285, 2002.

LI, B. L., TSUJI, N. and KAMIKAWA, N. Microstructure Homogeneity in Various Metallic Materials Heavily Deformed by Accumulative Roll-Bonding. *Materials Science and Engineering A*, v. 423, p. 331-342, 2006.

MAZURINA, I., SAKAI, T., MIURA, H., SITDIKOV, O. and KAIBYSHEV, R. Grain Refinement in Aluminum Alloy 2219 During ECAP at 250C. *Materials Science and Engineering A*, v. 473, p. 297-305, 2008.

OHMORI, A., TORIZUKA, S. and NAGAI, K. Strain-Hardening due do Dispersed Cementite for Low Carbon Ultrafine-Grained Steels. *ISIJ International*, v. 44, n. 6, p. 1063-1071, 2004.

PAVLINA, E.J, VAN TYNE, G.I.V. Correlation of Yield Strength and Tensile Strength With Hardness for Steels. *Journal of Materials Engineering and Performance* v. 17, n. 6, p. 888-893, 2008.

PETCH, N. J. The Cleavage Strength of Crystals. *Journal of Iron and Steel Institute*, v. 174, p. 25, 1953.

PIRGAZI, H., AKBARZADEH, A., PETROV, R. and KESTENS L. Microstructure Evolution and Mechanical Properties of AA1100 Aluminum Sheet Processed by Accumulative Roll Bonding. *Materials Science and Engineering A*, v. 497, p. 132-138, 2008.

SEGAL, V. M. Equal Channel Angular Extrusion: From Macromechanics to Structure Formation. *Materials Science and Engineering A*, v. 271, p. 322-333, 1999.

SKOBIR, D.A. High-Strength Low-Alloy (HSLA) Steels. *Materials and technology*, v. 45, n. 4, p. 295-301, 2011.

SAITO, Y., TSUJI, N., UTSUNOMIYA, H., SAKAI, T. and HONG, R.G. Ultra-Fine Grained Bulk Aluminum Produced By Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. *Scripta Materialia*, v. 39, n. 9, p. 1221-1227, 1998.

SAITO, Y., UTSUNOMIYA H., TSUJI, N. and 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.

SHAARBAF, M. and TOROGHINEJAD, M.R. Nano-Grained Copper Strip Produced by Accumulative Roll Bonding Process. *Materials Science and Engineering A*, v. 473, p. 28-33, 2008.

SHIN, D.H., KIM, I., KIM, J., and PARK, K-T. Grain Refinement Mechanism During Equal-Channel Angular Pressing of a Low-Carbon Steel. *Acta Materialia*, v. 49, p. 1285-1292, 2001.

SHIN, D.H., PARK, J.-J., CHANG, S.Y., LEE, Y.-K. and PARK, K.-T. Ultrafine Grained Low Carbon Steel Fabricated by Equal Channel Angular Pressing: Microstructures and Tensile Properties. *ISIJ International*, v. 42, n. 12, p. 1490-1496, 2002.

SONG, R., PONGE, D. and RAABE, D. Influence of Mn Content on the Microstructure and Mechanical Properties of Ultrafine Grained C-Mn Steel. *ISIJ International*, v. 45, n. 11, p. 1721-1726, 2005A.

SONG, R., PONGE, D., RAABE, D. and KASPAR, R. Microstructure and Crystallographic Texture of an Ultrafine Grained C-Mn Steel and their Evolution During Warm Deformation and Annealing. *Acta Materialia*, v. 53, p. 845-858, 2005B.

SONG, R., PONGE, D. and RAABE, D. Mechanical Properties of an Ultrafine Grained C-Mn Steel Processed by Warm Deformation and Annealing. *Acta Materialia*, v. 53, p. 4881-4892, 2005C.

SONG, R., PONGE, D. and RAABE, D. Improvement of the Work Hardening Rate of Ultrafine Grained steels Through Second Phase Particles. *Scripta Materialia*, v. 52, p. 1075-1080, 2005D.

SONG, R., PONGE, D., RAABE, D., SPEER, J. G. and MATLOCK, D. K. Overview of Processing, Microstructure and Mechanical Properties of Ultrafine Grained BCC Steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 441, p. 1-17, 2006.

TABOR, D. A simple Theory of Static and Dynamic Hardness. *Proc. Roy. Society Series A*, v. 192, p. 247-274, 1947.

TABOR, D. The Hardness and Strength of Metals. *J. Inst. Met.*, v. 79, p. 1-18, 1951.

TAKATA, N., LEE, S.-H. and TSUJI, N. Ultrafine Grained Copper Alloy Sheets Having Both High Strength and High Electric Conductivity. *Materials Letters*, v. 63, p. 1757-1760, 2009.

TORIZUKA, S., MURAMATSU, E., NARAYANA MURTY, S.V.S. and NAGAI, K. Microstructure Evolution and Strength-Reduction in Area Balance of Ultrafine-Grained Steels Processed by Warm Caliber Rolling. *Scripta Materialia*, v. 55, p. 751-754, 2006.

TSUJI, N., MATSUBARA, Y. and SAITO Y. Dynamic Recrystallization of Ferrite in Interstitial Free Steel. *Scripta Materialia*, v. 37, n. 4, p. 477-484, 1997.

TSUJI, N., SAITO, Y., UTSUNOMIYA, H. and TANIGAWA, S. Ultra-Fine Grained Bulk Steel Produced By Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. *Scripta Materialia*, v. 40, n. 7, p. 795-800, 1999

TSUJI, N., UEJI, R. and MINAMINO, Y. Nanoscale Crystallographic Analysis of Ultrafine Grained IF Steel Fabricated by ARB Process. *Scripta Materialia*, v. 47, p. 69-76, 2002A.

TSUJI, N., ITO, Y., SAITO, Y. and MINAMINO Y. Strength and Ductility of Ultrafine Grained Aluminum and Iron Produced by ARB and Annealing. *Scripta Materialia*, v. 47, p. 893-899, 2002B.

TSUJI, N., TOYODA, T., MINAMINO, Y., KOIZUMI, Y., YAMANE, T., KOMATSU, M. and KIRITANI, M. Microstructural Change of Ultrafine-Grained Aluminum During High Speed Plastic Deformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 350, p. 108-116, 2003.

TSUJI, N., SAITO, Y., LEE, S. H. and MINAMINO, Y. ARB (Accumulative Roll-Bonding) and Other New Techniques to Produce Bulk Ultrafine Grained Materials. *Advanced Engineering Materials*, v. 5, p. 338-344, 2003.

TSUJI, N., KAMIKAWA, N., UEJI, R., TAKATA, N., KOYAMA, H. and TERADA, D. Managing Both Strength and Ductility in Ultrafine Grained Steels. *ISIJ International*, v. 48, p. 1114-1121, 2008.

VALIEV, R.Z. Structure and Mechanical Properties of Ultrafine-Grained Metals. *Materials Science and Engineering A*, v. 234-236, p. 59-66, 1997.

WEI, K.X., WEI, W., DU, Q.B. and HU, J. Microstructure and Tensile Properties of Al-Mn Alloy Processed by Accumulative Roll Bonding. *Materials Science and Engineering A*, v. 525, p. 55-59, 2009.

YAVUZ, B. and TEKKAYA, A.E. Correlation Between Vickers Hardness Number and Yield Stress of Cold-Formed Products.

YAZDIPOUR *et al.*, 2008, Microstructural Modeling of Dynamic Recrystallization Using Irregular Cellular Automata. *Computacional Materials Science*, v. 44, p. 566-576, 2008.

YU, C.Y., KAO, P.W. and CHANG, C.P. Transition of Tensile Deformation Behaviors in Ultrafine-Grained Aluminum. *Acta Materialia*, v. 53, p. 4019-4028, 2005.

YVANISENKO, Y., LOJKOWSKI, W., VAILEV, R.Z. and FECHT H.-J. The Mechanism of Formation of Nanostructure and Dissolution of Cementite in a Pearlitic Steel During High Pressure Torsion. *Acta Materialia*, v. 51, p. 5555-5570, 2003.

ZHILYAEV, A.P., ISHI, K.-O., RAAB, G.I. and MCNELLEY, T.R. Influence of ECAP Processing Parameters on Texture and Microstructure of Commercially Pure Aluminum. *Materials Science and Engineering A*, v. 441, p. 245-252, 2006.

ZHU, Y.T. and LOWE T.C. Observations and Issues on Mechanisms of Grain Refinement During ECAP Process. *Materials Science and Engineering A*, v. 291, p. 46-53, 2000.

## CAPÍTULO 8

### EFEITO DA TEMPERATURA DE DEFORMAÇÃO NO REFINO DE GRÃO

#### 8.1 - Introdução

Os aços carbono são os materiais de engenharia mais amplamente utilizados pelo homem moderno, todos os anos são produzidos algumas centenas de milhões de toneladas de aço bruto em todo o globo terrestre. Apesar do desenvolvimento de novos materiais de engenharia com elevada relação resistência/peso, os aços ainda continuam imbatíveis no que diz respeito à eficiência produtiva e custo de produção.

Os aços baixo e médio carbono convencionais são aços C-Mn destinados principalmente ao uso estrutural. Existem diversas normas e código de construção especificando e classificando os aços de uso estrutural, entre eles a classificação da SAE que especifica a composição química sem definir valores para as propriedades mecânicas (ASTM INTERNATIONAL, 2002).

Aumentar a resistência mecânica de um aço convencional sem a adição de elementos de liga, tratamentos térmicos complicados e processos de conformação mecânica elaborados poderia reduzir o custo final de produtos e contribuir para a manutenção do meio ambiente e o uso racional dos recursos naturais disponíveis. Diante desse contexto, o endurecimento por refino de grão, que já vem sendo utilizado há várias décadas para elevar a resistência mecânica dos materiais metálicos, ganhou um novo fôlego com o advento das técnicas de produção de microestruturas de granulação ultrafina (AZUSHIMA, *et al.* 2008; BERGWERF, 2007; HAN, *et al.* 2003; SONG, *et al.* 2005 (A))

Dentre os processos de produção de metais com grãos ultrafinos o *Accumulative Roll-Bonding* (ARB) é o que possui maior destaque, por possibilitar a produção em escala industrial com a adaptação das linhas de laminação atuais existentes nas usinas siderúrgicas integradas e semi-integradas. Os trabalhos abordando o processamento de aços carbono através do processo ARB, em sua maioria, se limitam ao estudo de

aços livres de intersticiais, devido à dificuldade de se alcançar cargas de laminação adequadas em laboratório para se processar aços de maior limite de escoamento. Uma alternativa para se contornar essa limitação é através da simulação do processamento ARB através de ensaios de torção.

Os aços com grãos ultrafinos produzidos por ARB são processados tipicamente a temperatura de 500°C. Essa temperatura foi inicialmente proposta por SAITO *et al.* (1999), desenvolvedores do processo ARB, e foi escolhida por estar abaixo da temperatura de recristalização, impedindo o cancelamento da deformação acumulada através da recristalização e é suficiente para promover uma soldagem adequada entre as chapas durante a colaminação para uma redução de espessura de 50%.

Devido a esse aspecto, não há muitos estudos sobre o processamento de aços em temperaturas superiores a 500°C, o que seria interessante para se avaliar o tamanho mínimo de grão possível de ser atingido e uma melhor ductilidade devido ao menor grau de encruamento.

Nesse capítulo, foi estudado o efeito da temperatura de deformação no tamanho médio de grão ferrítico de um aço baixo e um aço médio carbono através da simulação do processo ARB utilizando ensaios de torção.

## **8.2 - Metodologia**

Foram utilizados uma amostra de aço baixo teor de carbono e uma amostra de aço médio teor de carbono de designação SAE-1010 e SAE-1045, respectivamente, no estudo do efeito da temperatura de deformação no refino de grão. Essa composição química foi escolhida porque os aços de classificação SAE-10XX são facilmente encontrados no mercado varejista e conseqüentemente os mais utilizados em aplicações gerais que não requer grande responsabilidade.

Foram confeccionados corpos de prova de torção (CP) com 17mm de comprimento útil e 6,4mm de diâmetro. Esses corpos de prova receberam tratamento térmico de recozimento à 900°C por 5 minutos, objetivando homogeneização microestrutural, antes do início dos testes. Os ensaios foram realizados em uma máquina servo

hidráulica da marca MTS<sup>®</sup> com célula de carga de 250Nm de capacidade máxima, interface TestStarII<sup>®</sup> para sua operação e um forno cilíndrico do tipo radiativo acoplado as suas garras fixadoras que são envoltas em um tubo de quartzo dotado de uma atmosfera inerte de gás argônio para proteção contra descarbonização. Os corpos de prova foram aquecidos até a temperatura de ensaio utilizando taxa de aquecimento de  $3^{\circ}\text{Cs}^{-1}$ , submetidos a um período de encharque de 5 minutos e deixados resfriar até a temperatura ambiente dentro do forno após cada passe. Esse procedimento foi repetido em todos os passes. Diferentes corpos de prova foram ensaiados à temperatura de 500, 550, 600, 650 e 700°C, recebendo uma deformação de 0,8 por passe, num total de 5 passes e deformação equivalente acumulada de 4,0. A taxa de deformação foi mantida constante no valor de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ .

Os comprimentos úteis dos CP foram preparados para análise metalográfica através dos métodos tradicionais. O ataque químico foi realizado com uma solução de nital 2% e tempo de ataque variando de 8 a 15 segundos. Análises foram realizadas utilizando microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) em seções tangenciais à superfície. O tamanho médio de grão foi estimado utilizando o software para tratamento de imagens ImagenPro<sup>®</sup>, com uma contagem mínima de 200 grãos, permitindo um desvio experimental inferior a 10%. Nessas contagens de grãos foram utilizados aumentos superiores a 5000 vezes. Foram realizados ensaios de microdureza Vickers utilizando carga de penetração de 0,5Kgf em regiões aleatórias das amostras preparadas para as análises metalográficas.

## **8.3 - Resultados**

### **8.3.1 - Ensaio de Torção**

A FIGURA 8 apresenta as curvas tensão-deformação equivalentes obtidas nos ensaios de torção dos aços SAE-1010 e SAE-1045 (denominados de agora em diante como aço 1010 e aço 1045, respectivamente) testados nas temperaturas de 500, 550, 600, 650 e 700°C. Foi utilizada taxa de deformação constante de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$  e aplicada deformação equivalente total de 4,0 em 5 passes de torção com incremento de 0,8 por passe.

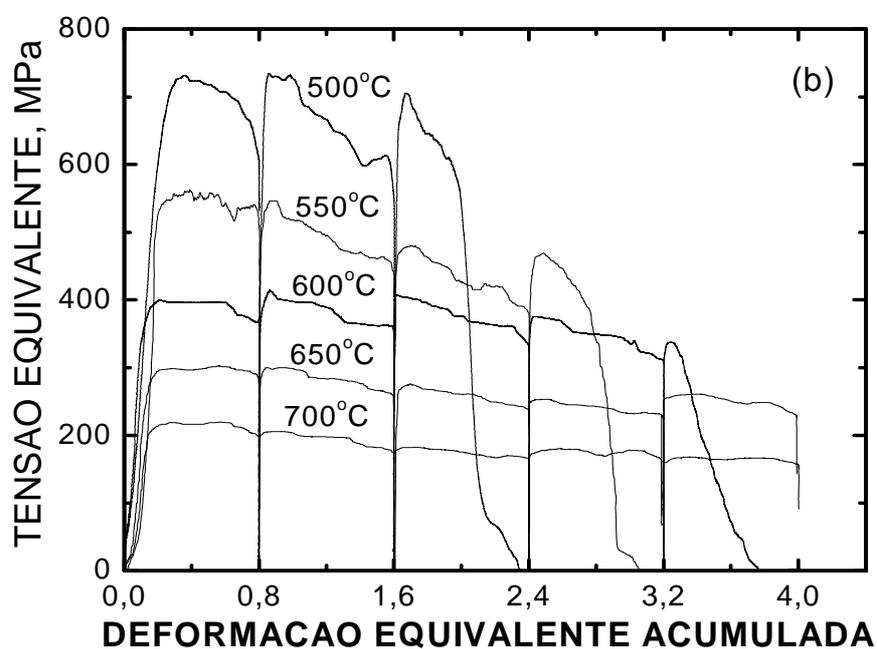
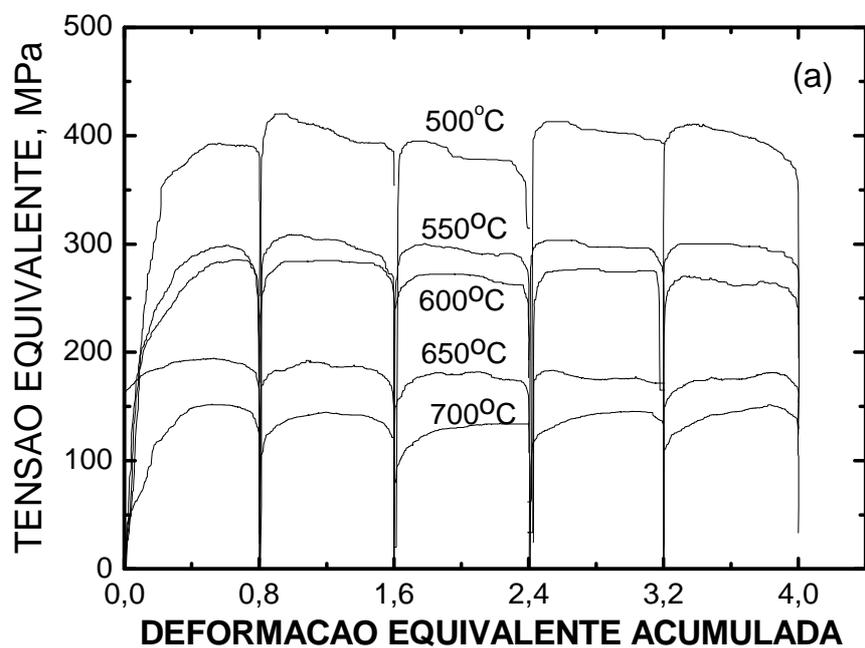


FIGURA 8.1: Evolução das curvas tensão-deformação para o aço 1010 (a) e aço 1045 (b) ensaiados a 500, 550, 600, 650 e 700°C, taxa de deformação constante de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$  e deformação equivalente acumulada de 4,0.

Como esperado, a tensão de fluxo plástico atinge os valores mais elevados para a menor temperatura de ensaio e gradativamente reduz com a sua elevação. A 500°C, a tensão de fluxo é de aproximadamente 400MPa para o aço 1010 e 700Mpa para o aço 1045, decaindo para 150 e 200MPa com a elevação da temperatura para 700°C, respectivamente. O aço 1045 apresenta maior tensão de fluxo plástico em todas as temperaturas de deformação do que o aço 1010, entretanto essa diferença reduz significativamente a medida que a temperatura de deformação é elevada. Para as temperaturas de 500, 550, 600, 650 e 700°C essa diferença é de aproximadamente 300, 200, 125, 105 e 50MPa, respectivamente.

Nos ensaios nas temperaturas de 500 e 550°C no caso do aço 1010 e nas temperaturas 500, 550 e 600°C no caso do aço 1045 parece ocorrer um forte amaciamento dinâmico, caracterizado por um pico suave na tensão de fluxo e o seu decréscimo até chegar a um estado estacionário. Em temperaturas mais elevadas também parece ocorrer amaciamento dinâmico, entretanto as curvas tensão-deformação apresentam um formato um pouco diferente das curvas das temperaturas citadas anteriormente, nelas parece haver um estado estacionário da tensão de fluxo desde os primeiros estágios da deformação.

De forma geral, não ocorre amaciamento pronunciado entre os passes de deformação, a tensão de fluxo no momento de interrupção de um dado passe é aproximadamente igual à tensão de fluxo no início do passe seguinte. Constituem uma exceção as curvas tensão-deformação para o aço 1010 na temperatura de 700°C, onde é perceptível amaciamento no intervalo interpasse. Nessas curvas, a tensão de fluxo inicial de um dado passe é inferior a tensão de fluxo final do passe anterior.

### **8.3.2 - Análise Microestrutural**

A microestrutura do aço 1010 na condição de recozido, antes dos ensaios de torção, consiste de grão equiaxiais de ferrita com algumas colônias de perlita dispersas, FIGURA 8.2(a). A FIGURA 8.2(b) a (f) apresenta as imagens de microscopia óptica do aço 1010 após ensaios de torção nas temperaturas de 500, 550, 600, 650 e 700°C, respectivamente. Em todas as imagens não é possível distinguir grãos individuais, em virtude de o seu tamanho ser muito reduzido, apenas é possível visualizar algumas

linhas escuras que possivelmente são colônias de perlita fragmentadas e alongadas na direção de deformação.

O aço 1045 na condição como recozido apresenta microestrutura composta de colônias de perlita fina envoltas por uma rede de ferrita, FIGURA 8.3(a). Da mesma forma que para o aço 1010, após os ensaios de torção não é possível distinguir grãos individuais através de microscopia óptica. A FIGURA 8.3(b) a (f) apresentam as imagens de microscopia óptica do aço 1045 após ensaios de torção às temperaturas de 500, 550, 600, 650 e 700°C, respectivamente.

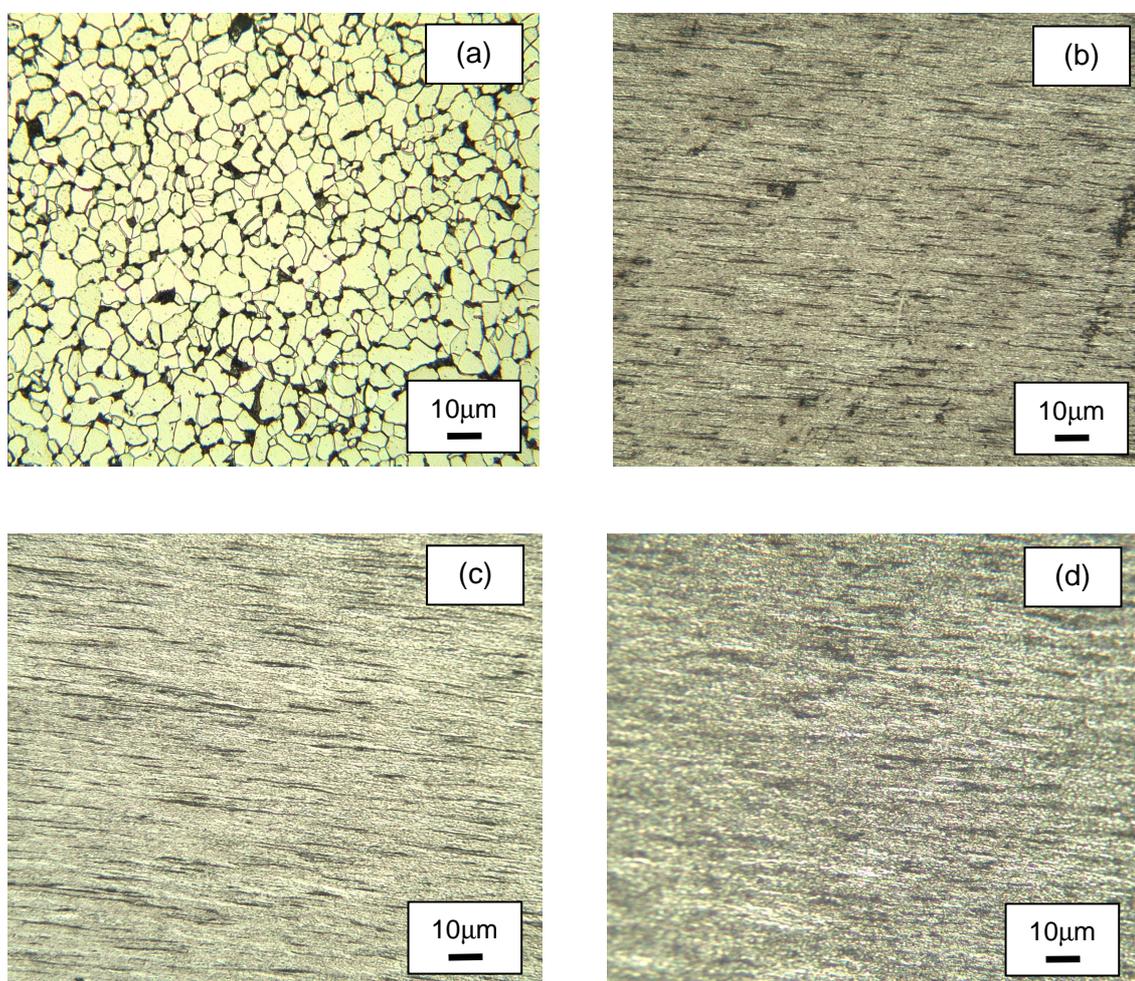


FIGURA 8.2: Microscopia óptica do aço 1010 na condição de recozido (a) e ensaiado por torção à 500°C (b), 550°C (c), 600°C (d), 650°C (e) e 700°C (f).

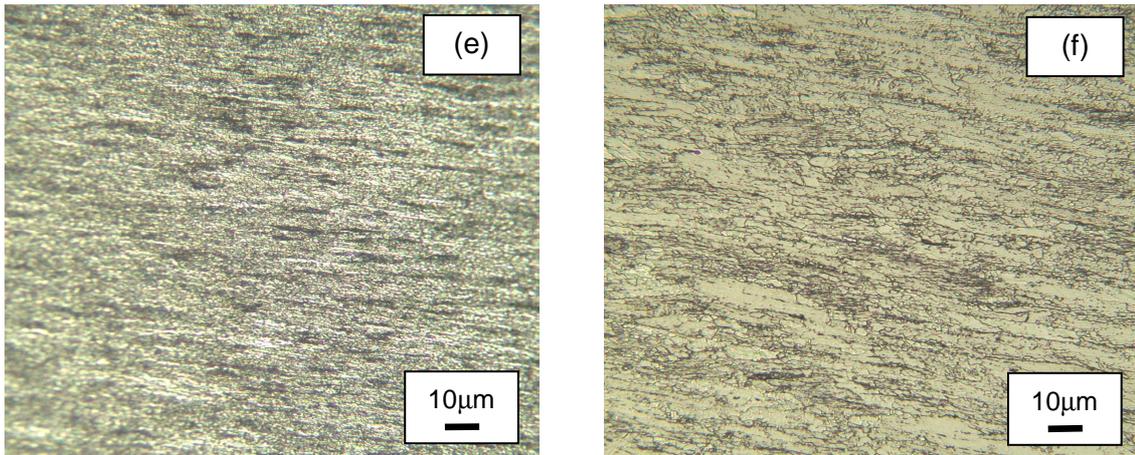


FIGURA 8.2: continuação.

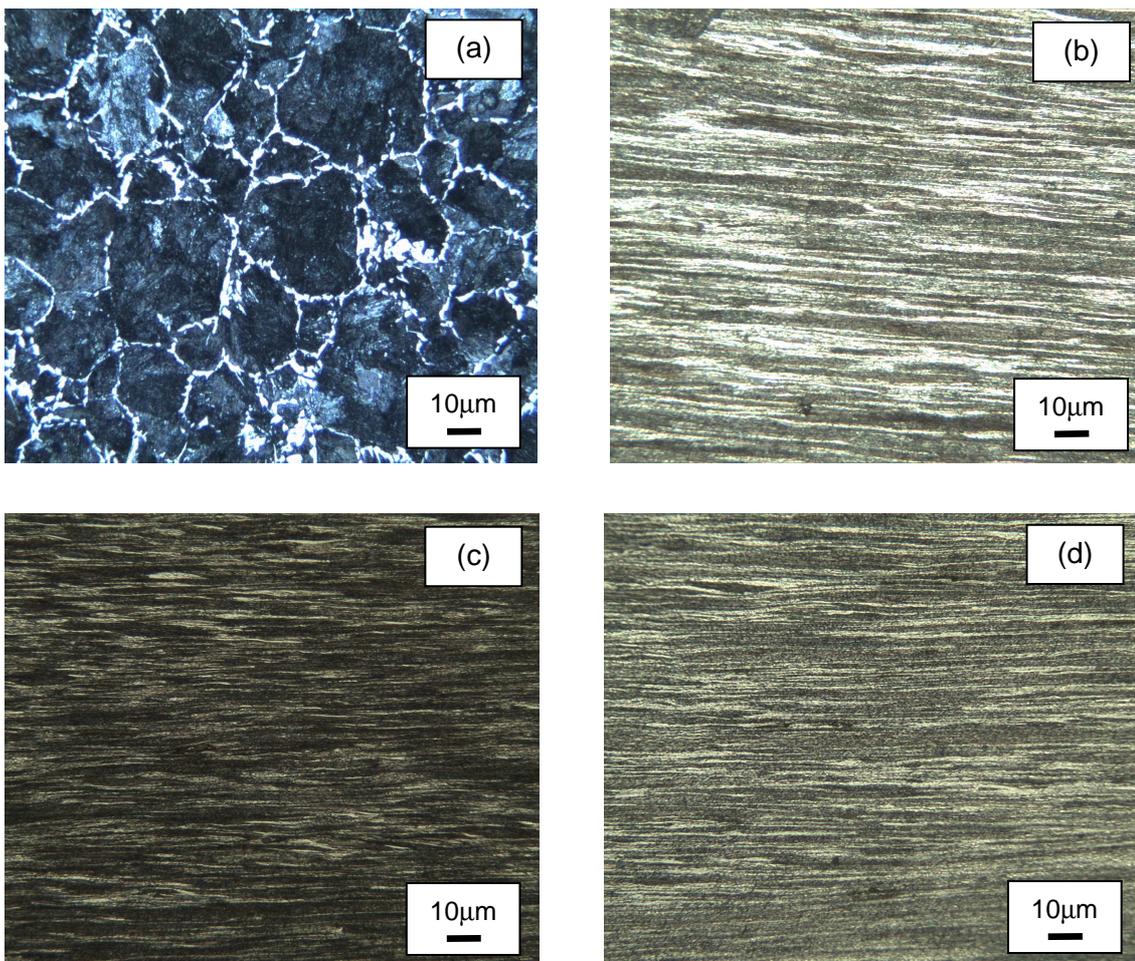


FIGURA 8.3: Microscopia óptica do aço 1045 na condição de recozido (a) e ensaiado por torção à 500°C (b), 550°C (c), 600°C (d), 650°C (e) e 700°C (f).

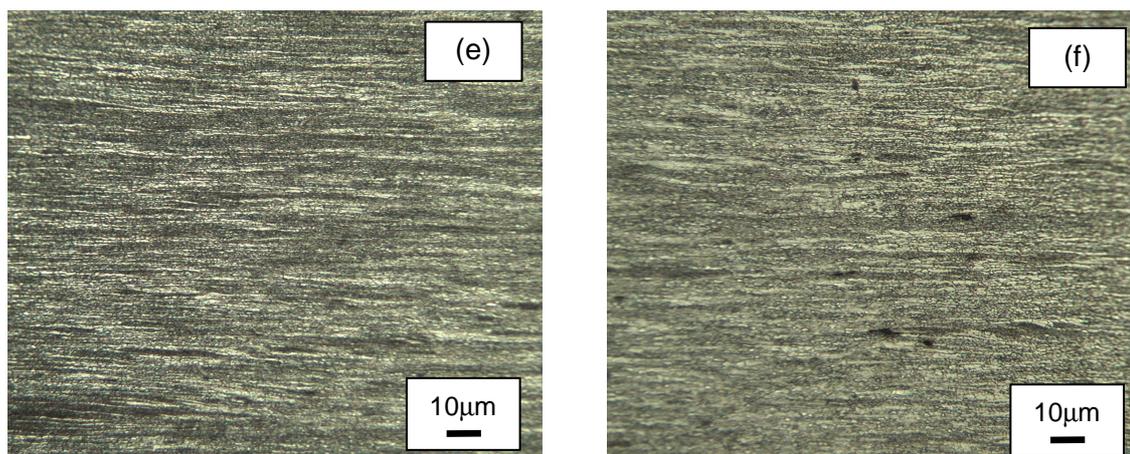


FIGURA 8.3: continuação.

A FIGURA 8.4 apresenta a microestrutura do aço 1010 obtidas através de microscopia eletrônica de varredura para todas as temperaturas de ensaio. Nas temperaturas de 500 e 550°C, FIGURA 8.4(a) e (b) respectivamente, os grãos ferríticos são alongados, apresentando a forma tipicamente chamada de “panqueca”, com algumas colônias de perlita fragmentadas e alinhadas junto a esses grãos, setas 1 e 2. Em temperaturas superiores a 600°C os grãos ferríticos se tornam aproximadamente equiaxiais, FIGURA 8.4(c), com um visível processo de esferoidização das lamelas de cementita que anteriormente faziam parte da estrutura perlítica. À 650 e 700°C, FIGURA 8.4(d) e (e) respectivamente, os grãos ferríticos são completamente equiaxiais e as partículas de cementita são esféricas e desenvolvidas, sendo alocadas principalmente juntos aos contornos de grãos, seta 3. Nessas temperaturas também é possível notar que alguns grãos ferríticos estão supercoalescidos, apresentando alguns traços tênues em seu interior, que podem ser contornos de baixo ângulo, seta 4.

As imagens de microscopia eletrônica de varredura do aço 1045 após ensaios de torção estão apresentadas na FIGURA 8.5. Após ensaio a 500°C, FIGURA 8.5(a), as colônias de perlita ficaram alinhadas ao longo da direção de deformação, com a rede de ferrita que fazia parte da microestrutura inicial alinhada na mesma direção. Nota-se, nesse ponto, que as lamelas de cementita começam a sofrer um processo de fragmentação. Com o aumento da temperatura de deformação para 600°C, os grãos de ferrita se tornam melhor distinguíveis, FIGURA 8.5(c). Nessa temperatura a lamelas de cementita fragmentadas começam a sofrer um processo esferoidização, tendendo a se distribuir ao longo dos contornos de grão ferríticos, setas 1 e 2. À 650°C,

FIGURA 8.5(d), os grãos ferríticos são completamente distinguíveis, com um aumento considerável do grau de esferoidização das partículas de cementita. Na temperatura de 700°C, FIGURA 8.5(e), não existe mais lamelas de cementita proveniente das colônias de perlita inicial, e sim uma matriz ferrítica com partículas de cementita tendendo a se localizarem ao longo dos contornos de grãos.

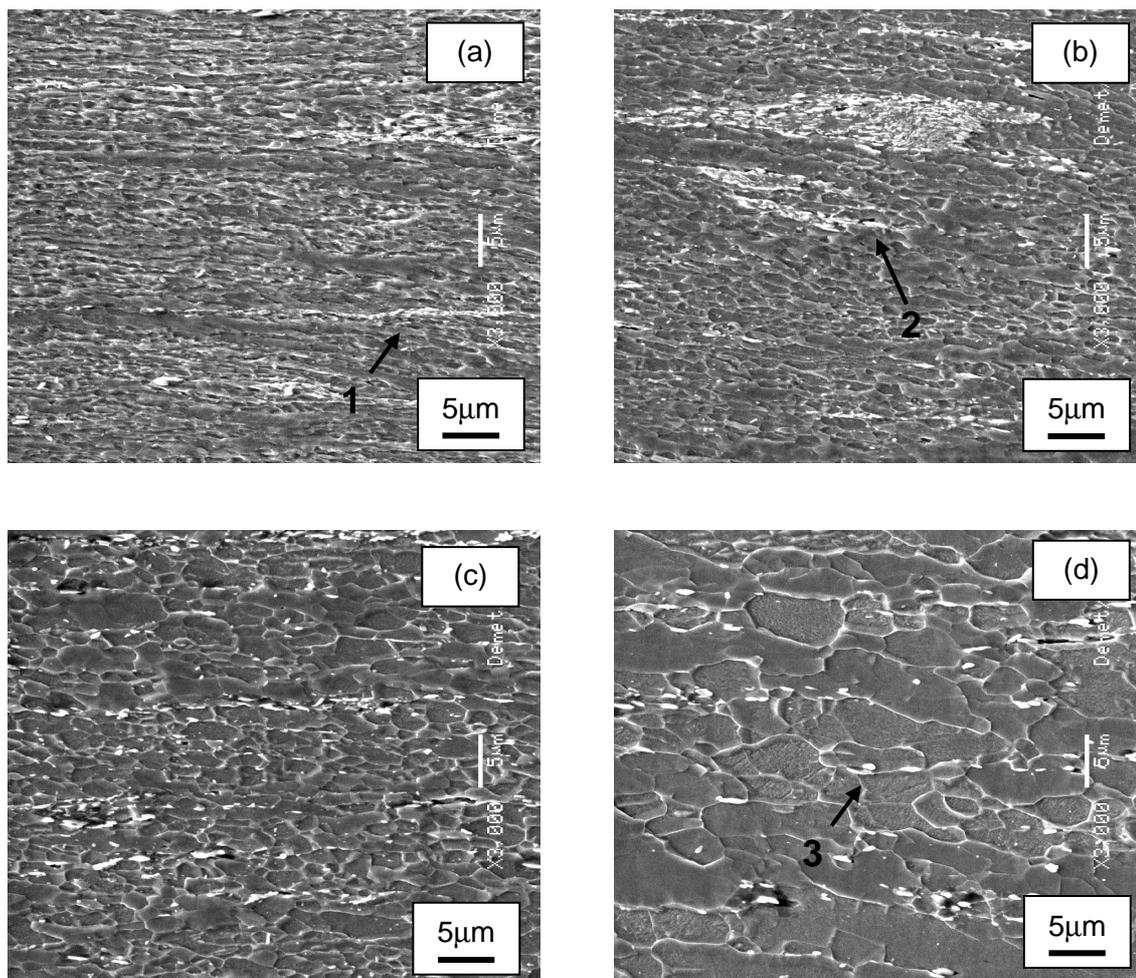


FIGURA 8.4: Imagens de MEV do aço 1010 ensaiado por torção à 500°C (a), 550°C (b), 600°C (c), 650°C (d) e 700°C (e).

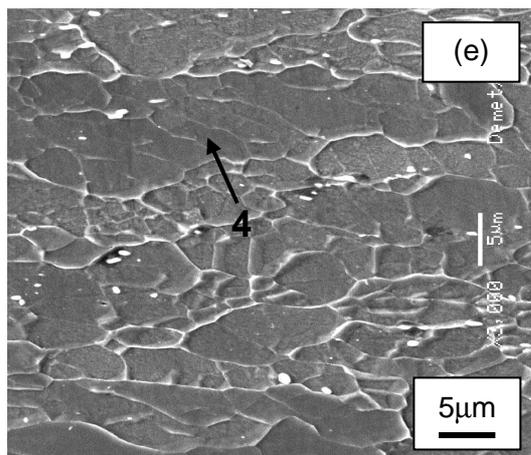


FIGURA 8.4: continuação.

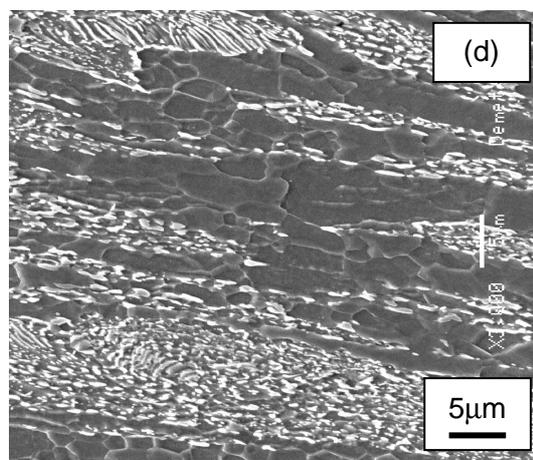
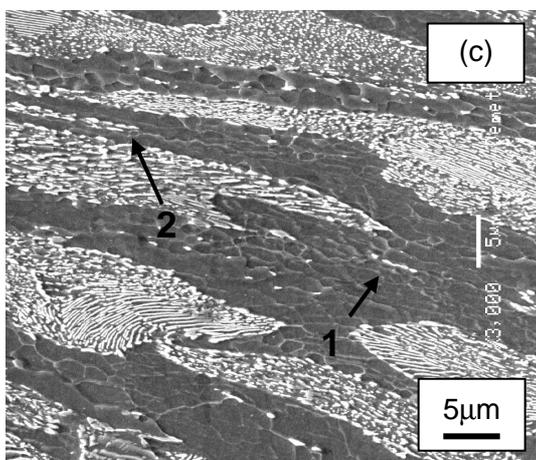
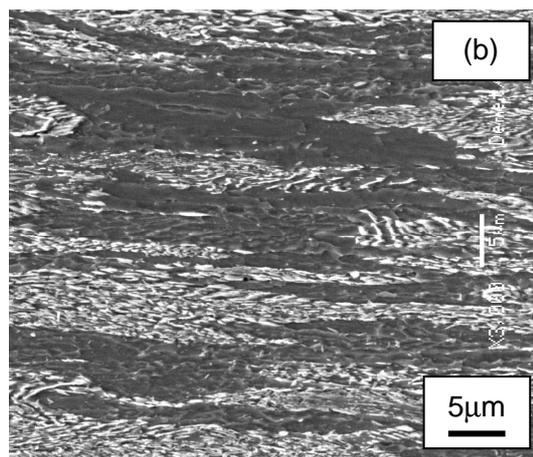
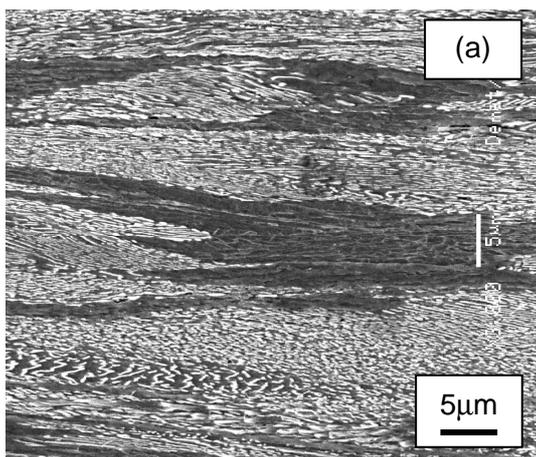


FIGURA 8.5: Imagens de MEV do aço 1045 ensaiado por torção à 500°C (a), 550°C (b), 600°C (c), 650°C (d) e 700°C (e).

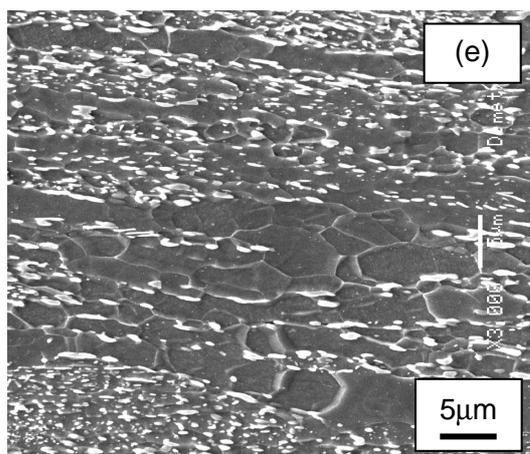


FIGURA 8.5: continuação.

O tamanho médio de grão ferrítico do aço 1010 e aço 1045 após ensaios de torção foi estimado através da contagem de grãos em imagens obtidas em MEV e um programa de tratamento de imagens, FIGURA 8.6. O tamanho de grão do aço 1010 na condição de recozido é de  $13,7\mu\text{m}$ . Para o aço 1045 não foi estimado o tamanho de grão ferrítico no estado recozido, em virtude dessa fase formar uma rede contínua ao redor do constituinte perlítico. A FIGURA 8.6 mostra que o tamanho médio de grão dos dois aços estudados aumenta de forma proporcional ao aumento da temperatura de deformação em dois intervalos de temperatura distintos. Esse aumento é pronunciado e similar para os dois aços em temperaturas compreendidas entre  $600$  e  $700^\circ\text{C}$ , e menos pronunciado e diferente entre as temperaturas de  $500$  e  $550^\circ\text{C}$ . O aço 1045 apresenta o menor tamanho médio de grão ferrítico para todas as temperaturas de ensaio.

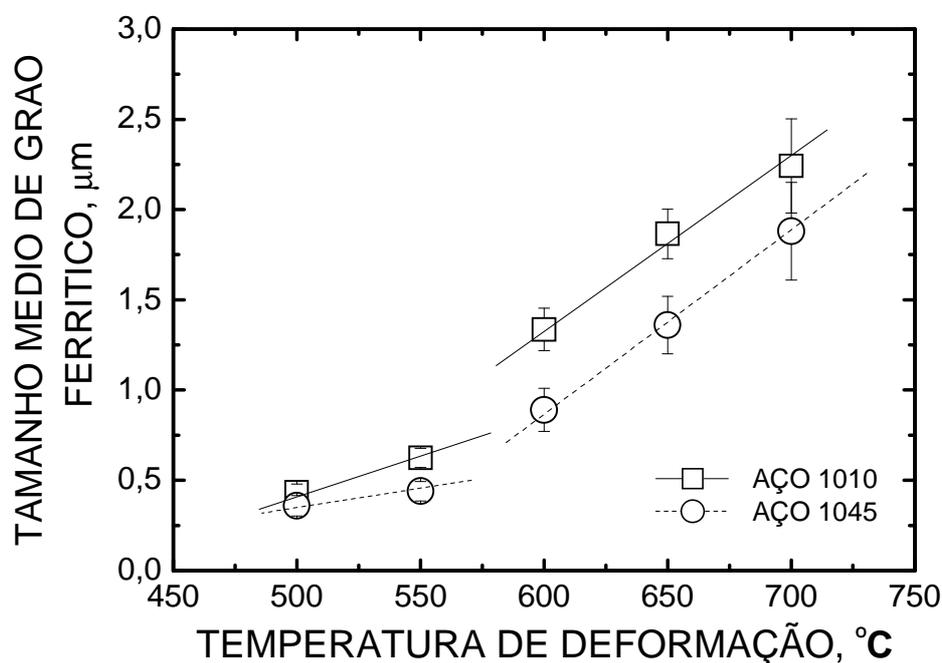


FIGURA 8.6: Tamanho médio de grão ferrítico do aço 1010 e aço 1045 em função da temperatura de deformação.

### 8.3.3 - Propriedades Mecânicas

A FIGURA 8.7 apresenta a dureza Vickers do aço 1010 e aço 1045 em função da temperatura de deformação. A dureza varia de forma linear e inversamente à temperatura de deformação para os dois aços representados. O aço 1045 possui maior dureza em todas as temperaturas. Da mesma forma que na FIGURA 8.6, também é possível passar duas retas distintas entre os dados experimentais compreendidos nas faixas de temperaturas de 500 a 550°C e 600 a 700°C.

Na FIGURA 8.8 estão representados dois gráficos tridimensionais resumindo o efeito da temperatura de deformação sobre a dureza e tamanho médio de grão ferrítico do aço 1010 e aço 1045, respectivamente. No plano XY está representado o efeito da temperatura de deformação sobre a dureza, no plano ZX está representado a variação da dureza com o tamanho médio de grão e no plano YZ está representado o efeito da temperatura de deformação sobre o tamanho médio de grão.

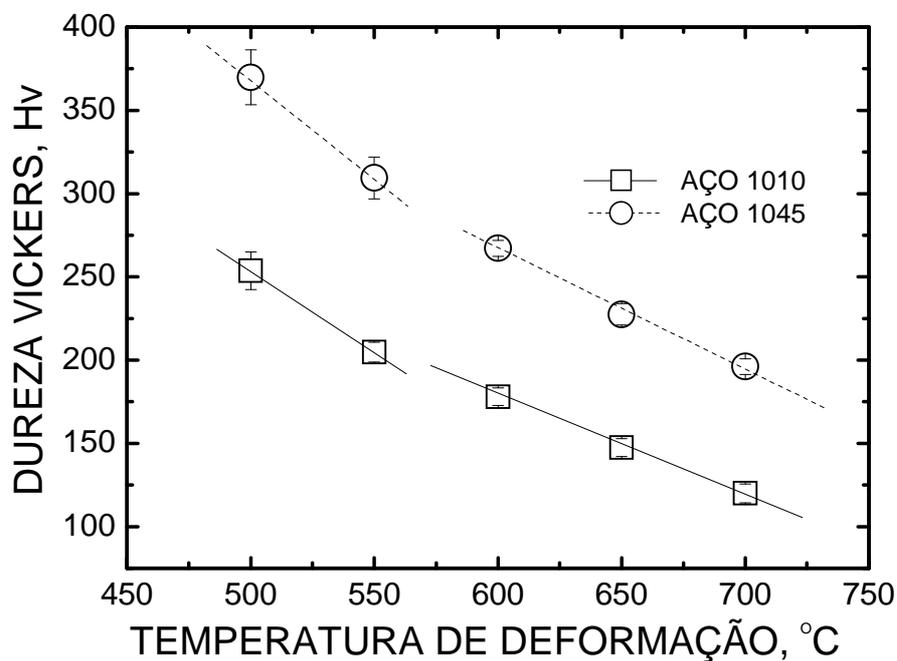


FIGURA 8.7: Dureza Vickers do aço 1010 e aço 1045 em função da temperatura de deformação.

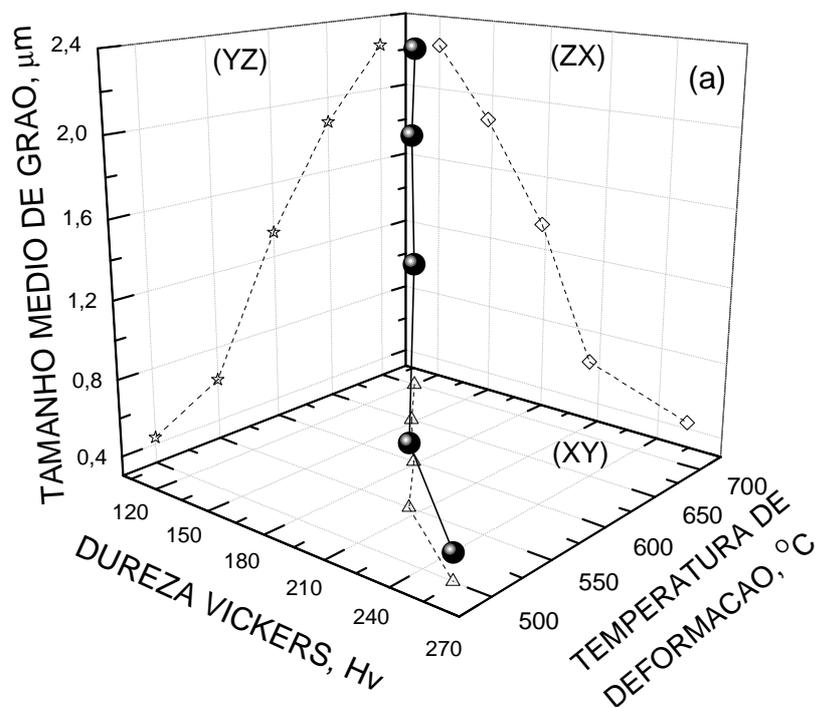


FIGURA 8.8: Gráfico tridimensional da variação do tamanho médio de grão ferrítico do aço 1010 (a) e aço 1045 (b) em função da temperatura de deformação.

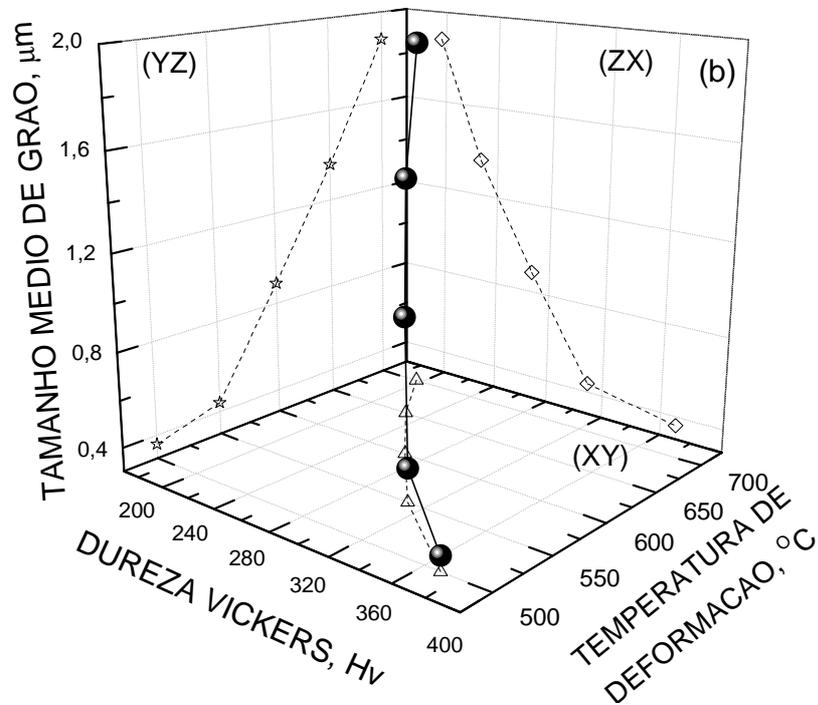


FIGURA 8.8: continuação.

## 8.4 - Discussão

### 8.4.1 - Comportamento em torção

De uma forma geral, as curvas tensão-deformação do aço 1010 e aço 1045 da FIGURA 8.1 são típicas de materiais metálicos que sofrem encruamento durante a deformação plástica e amaciamento dinâmico contrabalançando esse endurecimento, já que na maioria delas a tensão de fluxo plástico atinge um valor máximo logo no início da deformação e decresce até atingir um valor estacionário ou apresenta um valor aproximadamente estacionário durante toda a deformação (DONGSHENG, *et al.*, 1997; TSUJI *et al.*, 1997; SUN and HAWBOLT, 1997).

Para facilitar a análise dos resultados, as curvas correspondentes a dois passes de torção, deformação acumulada de 1,6, foram plotadas na FIGURA 8.9(a) e (b) para o aço 1010 e aço 1045, respectivamente. A FIGURA 8.9(c) apresenta a curva tensão-deformação do aço 1010, na condição como recozido, ensaiado por torção até ruptura na temperatura ambiente. Na FIGURA 8.9(c) parece claro que o aço encrua continuamente durante todo o ensaio, já que a tensão de fluxo plástico aumenta desde o início da aplicação da carga até a ruptura do corpo de prova. Logo, como esperado, é possível concluir que não ocorre nenhum tipo de amaciamento dinâmico para essa condição de ensaio. Comparando essa curva com as curvas correspondentes aos ensaios realizados a 500 e 550°C, FIGURA 8.9(a) e (b), nota-se que nessas duas últimas situações a tensão atinge um pico suave e decresce atingindo um valor aproximadamente constante, dessa forma, pode-se concluir que há algum mecanismo de amaciamento atuando de modo a compensar o efeito do encruamento sobre o aumento da tensão.

O comportamento das curvas tensão-deformação dos dois aços investigados tem uma correspondência razoável com as micrografias da FIGURA 8.4(a) e (b) e FIGURA 8.5(a) e (b). Nessas microestruturas os grãos ferríticos possuem aspecto típico de um metal deformado severamente a morno, ou seja, grãos alongados e achatados. Essa microestrutura encruada sugere que a 500 e 550°C os aços não sofreram recristalização dinâmica, já que não há evidência de nucleação e crescimento de novos grãos. Esses aspectos microestruturais, o formato da curva tensão deformação e a elevada energia de falha de empilhamento dos aços carbono dão suporte para concluir que o mecanismo de amaciamento atuante durante a deformação plástica do aço 1010 e aço 1045 entre 500 e 550°C é a recuperação dinâmica da ferrita. Na FIGURA 8.4(a) e (b) e FIGURA 8.5(a) e (b) também é possível observar que as lamelas de cementita foram fragmentadas pela deformação plástica, com indícios de esferoidização parcial desses fragmentos. Uma parte do amaciamento pronunciado nas temperaturas de 500 e 500°C pode ser atribuído ao processo de esferoidização das partículas de cementita, que teria sua cinética aumentada no decorrer da deformação plástica durante cada passe de torção, já que é bem estabelecido que a taxa de difusão de carbono e conseqüentemente a taxa de esferoidização aumenta com a elevação do encruamento. Dessa forma, o pico na tensão de fluxo, estaria associado ao aumento da cinética de esferoidização, o que reduz a tensão de fluxo plástico até ser atingido o patamar estacionário.

As curvas tensão-deformação do aço 1010 para os ensaios realizados a 600, 650 e 700°, FIGURA 8.9(a), também demonstram que o aço sofre um processo de amaciamento durante a deformação plástica, já que elas apresentam um encruamento suave logo no início e em seguida permanecem aproximadamente estacionárias. Também parece haver amaciamento no intervalo interpasse para a temperatura de ensaio mais elevada, conforme observado na FIGURA 8.1(a).

O aço 1045 também demonstra um processo de amaciamento durante a deformação plástica para as temperaturas de 600, 650 e 700°C, FIGURA 8.9(b), comportamento idêntico ao do aço 1010. Apesar disso, as curvas tensão-deformação da FIGURA 8.1(b) demonstram que diferentemente do aço 1010, o aço 1045 não sofre amaciamento no intervalo interpasse. Essa ausência de amaciamento no intervalo interpasse pode estar associada à maior fração de partículas de cementita desse aço, que atuam como elementos estabilizadores da microestrutura (SONG *et al.*, 2005 (B)).

Na literatura, é bem difundido que metais que possuem alta energia de falha de empilhamento possuem maior dificuldade para amaciar durante a deformação em temperaturas elevadas através do mecanismo de recristalização dinâmica. Esse é o caso dos aços carbono. Isso porque esses metais possuem grande tendência a recuperar devido a sua maior facilidade de formação de estrutura celular de deslocamentos, assim, a força motriz para a ocorrência de recristalização é neutralizada durante a deformação (CAHN and HAASEN, 1996; MCQUEEN, 2004). Assim, é esperado que o amaciamento dinâmico da ferrita a elevadas temperaturas seja determinado pela recuperação dinâmica. Apesar disso, alguns estudos têm demonstrado que a recristalização dinâmica pode ocorrer em metais com alta energia de falha de empilhamento, como alumínio puro, aço inoxidável ferrítico, aço IF e aço C-Mn quando deformado na região intercrítica ( $\alpha + \gamma$ ) (NAJAFI-ZADEH *et al.*, 1992, . TSUJI *et al.*, 1997, NARAYANA MURTY *et al.*, 2005). Acredita-se que a recristalização dinâmica não ocorra na ferrita de aços C-Mn em virtude da concentração elevada de elementos em solução sólida intersticial usualmente presente, o que levaria a uma precipitação de carbeto induzida por deformação plástica, dessa forma inibindo a recristalização dinâmica através do mecanismo de ancoragem dos contornos de grão. Ao contrário, quando a concentração de elementos intersticiais é suficientemente baixa a ponto de suprimir a precipitação de carbeto, tem-se uma condição favorável

para a ocorrência da recristalização dinâmica da ferrita. Logo, também é descartada a possibilidade de ocorrência de amaciamento através da recristalização dinâmica no aço 1010 e aço 1045 nas temperaturas de 600, 650 e 700°C.

As microestruturas da FIGURA 8.4(c) a (e) e FIGURA 8.5(c) a (e) demonstram que os dois aços sofreram algum tipo de amaciamento que envolve a formação de grãos aproximadamente equiaxiais, pois nelas não se observa o aspecto característico de metais encruados que sofreram apenas recuperação dinâmica, grãos achatados.

Descartada a possibilidade de ocorrência de recristalização dinâmica e a incoerência dos aspectos microestruturais com a recuperação dinâmica de forma isolada, um outro mecanismo de amaciamento deve estar atuando em conjunto com a recuperação nas condições de processamento empregadas nesse estudo.

Além dos dois mecanismos de amaciamento já discutidos nesse texto, existem dois outros possíveis de serem atuantes durante a deformação plástica a quente dos metais, são eles: a recristalização dinâmica contínua e a recristalização dinâmica geométrica.

A recristalização dinâmica geométrica foi primeiramente descrita em meados da década de 80 para alumínio puro e consiste na formação de novos grãos como o resultado da alteração da geometria dos grãos com a deformação plástica (HENSHALL *et al.*, 1992; GOURDET and MONTHEILLET, 2000; BLUM *et al.*, 1996; DOHERTY *et al.*, 1997). Nesse mecanismo, durante a deformação plástica, em baixas deformações, subgrãos de formato equiaxial começam a se formar próximo aos contornos de grão, ao passo que esses contornos progressivamente adquirem a forma “serrada” devido à sua junção com contornos de baixo ângulo, causando pontos tripos. Quando uma determinada deformação acumulada é atingida, o tamanho de subgrãos atinge um estado estacionário e os grãos formados através de interações de deslocação atingem um grau de desorientação média que não se altera significativamente com o aumento da deformação acumulada. Há um aumento da área de contorno de grão por unidade de volume e os grãos originais se tornam achatados ou alongados dependendo do processo de conformação ao qual são submetidos. Quando o tamanho de grão original é reduzido até a ordem de duas vezes do tamanho dos subgrãos, os contornos de grãos de formato serrados de lados opostos começam

a entrar em contato entre si localmente, causando a sua constrição. Ocorre aniquilamento dos contornos de alto ângulo, permanecendo a área de contornos de alto ângulo fixa com o aumento da deformação.

Através desse mecanismo, até um terço das facetas de subgrãos se tornam contornos de alto ângulo em deformações elevadas.

Esses grãos têm sua origem nos grãos iniciais, ao contrário da recristalização dinâmica onde são nucleados novos grãos. Aparentemente, a situação crítica para a ocorrência de recristalização dinâmica geométrica é a combinação de alta energia de falha de empilhamento, para suprimir a força motriz necessária a recristalização dinâmica, e um tamanho de grão de aproximadamente duas vezes o diâmetro do subgrão.

A recristalização dinâmica contínua ocorre através do acúmulo progressivo de deslocamentos em contornos de baixo ângulo gerados nos primeiros estágios da deformação, levando ao aumento da sua desorientação e a formação de contornos de alto ângulo quando a sua desorientação atinge um ângulo crítico de aproximadamente  $15^\circ$  (GOURDET and MONTHEILLET, 2000; GOURDET and MONTHEILLET, 2003, MCQUEEN and KASSNER, 2004; KAIBYSHEV, *et al.*, 2005; DOHERTY *et al.*, 1997 ). Esse mecanismo tem sido observado em metais de elevada energia de falha de empilhamento, como alumínio e suas ligas, ligas de titânio e aços ferríticos. Aparentemente a transformação de contornos de baixo ângulo em contornos de alto ângulo é efetiva quando há a presença de finas partículas ancorando esses contornos. Dessa forma, os subgrãos absorvem deslocamentos continuamente e se transformam em grãos sem apresentar crescimento. Metais que sofrem recristalização dinâmica contínua durante o processamento possuem uma microestrutura mista, nela não há a presença de subgrãos completamente circundados por contornos de baixo ângulo e nem de grãos circundados por contornos de alto ângulo; ela é formada por “cristalitos”, que são parcialmente circundados por contornos de baixo e alto ângulo. As principais características da recristalização dinâmica contínua podem ser sumarizadas da seguinte forma: a) as curvas tensão deformação exibem um pico único e pequeno, seguido por um estágio suave de amaciamento e um estágio estacionário, onde a tensão de fluxo e os aspectos microestruturais independem da deformação acumulada; b) O tamanho dos cristalitos decresce significativamente em deformações baixas a moderadas e em seguida atingem um valor estacionário; c) Contornos de

baixo ângulo são formados em baixas deformações e se transformam em contornos de alto ângulo em deformações moderadas e d) se forma uma textura de deformação em deformações elevadas. Apesar de ocorrer migração de contorno de grão nesse tipo de amaciamento, ela não é tão intensa como a que se observa na recristalização dinâmica.

Nas micrografias das FIGURAS 8.4 e 8.5 não há evidência de contornos de grão com formato serrado, uma das características típicas quando o amaciamento dinâmico se dá através da recristalização dinâmica geométrica. Para exemplificar, as microestruturas apresentadas nesse trabalho são muito diferentes das microestruturas apresentadas por HENSHALL *et al.* (1992). Nesse trabalho os autores estudaram os mecanismos de amaciamento dinâmico numa liga Al-5.8 Mg, que também possuem uma elevada energia de falha de empilhamento, e apresentaram de forma clara os contornos de grãos com formato serrado. Eles concluíram que o amaciamento dessa liga de alumínio se deu através da recristalização dinâmica geométrica.

O formato das curvas tensão-deformação para as temperaturas de 600, 650 e 700°C, a presença de contornos de baixo ângulo dentro dos grãos observados nas análises micrografias para essas temperaturas de ensaio e o relato de trabalhos precedentes sobre a deformação plástica de aço carbono para produção de grãos ultrafinos dão suporte para supor que nas temperaturas citadas acima o mecanismo de amaciamento atuante é a recristalização dinâmica contínua da ferrita assistida pela recuperação dinâmica. EGHBALI *et al.* (2007), ABDOLLAH-ZADEH e EGHBALI (2007) e EGHBALI (2010) demonstraram em diversos trabalhos que o refino de grão em um aço baixo carbono microligado se dá através da recristalização dinâmica contínua. Os autores chegaram a essa conclusão através da análise de curvas tensão-deformação e de imagens de EBSD onde se observa a presença de contornos de baixo ângulo dentro dos grãos e o aumento da fração de contornos de alto ângulo com o aumento da deformação acumulada. As conclusões dos autores citados acima é similar as conclusões de SONG *et al.* (2005) (B) estudando a formação de grãos ultrafinos em aço 0,2%C-Mn através de ensaios de compressão.

Em todas as temperaturas de ensaio foi possível deformar os corpos de prova do aço 1010 em 5 passes de torção sem romper, isso sinaliza que apesar da elevada tensão de fluxo desse aço ( $\approx 400\text{MPa}$ ) na menor temperatura de ensaio ( $500^\circ\text{C}$ ), ainda assim seria possível reduzir a temperatura de deformação. Na co-laminação de aço carbono em plantas industriais será necessário coestabelecer um balanço ideal entre temperatura de deformação, qualidade da solda entre as placas/tiras (*roll-bonding*), carga de laminação (tensão de fluxo plástico) e tamanho médio de grão ferrítico final. De acordo com a FIGURA 8.1(a), se considerada uma temperatura de deformação de  $550^\circ\text{C}$ , a tensão de fluxo plástico cai para pouco menos de  $300\text{MPa}$ , e conforme a FIGURA 8.6 o tamanho médio de grão ferrítico após o processamento nessa temperatura é de aproximadamente  $0,6\mu\text{m}$ , ainda abaixo da região submicrométrica.

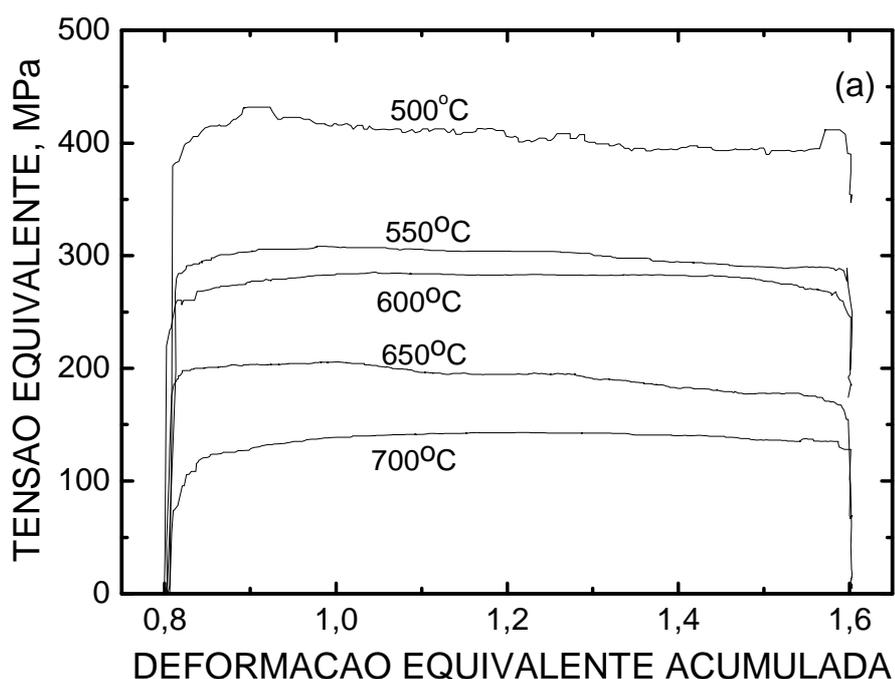


FIGURA 8.9: Curvas tensão-deformação para o aço 1010 (a) e aço 1045 (b) deformados em dois passes de torção e para o aço 1010 no estado recozido (c) deformado a temperatura ambiente até ruptura.

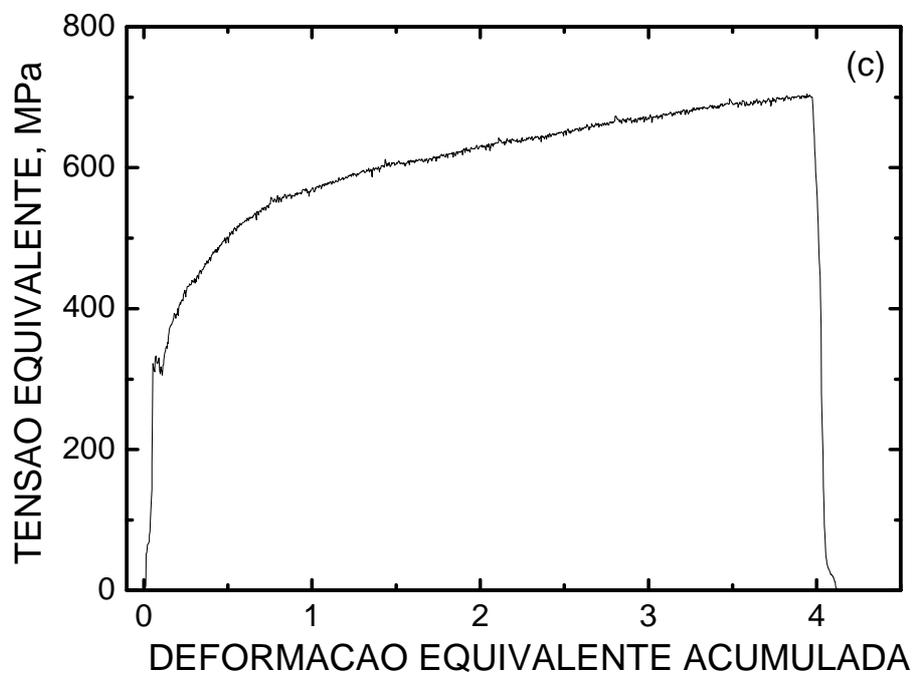
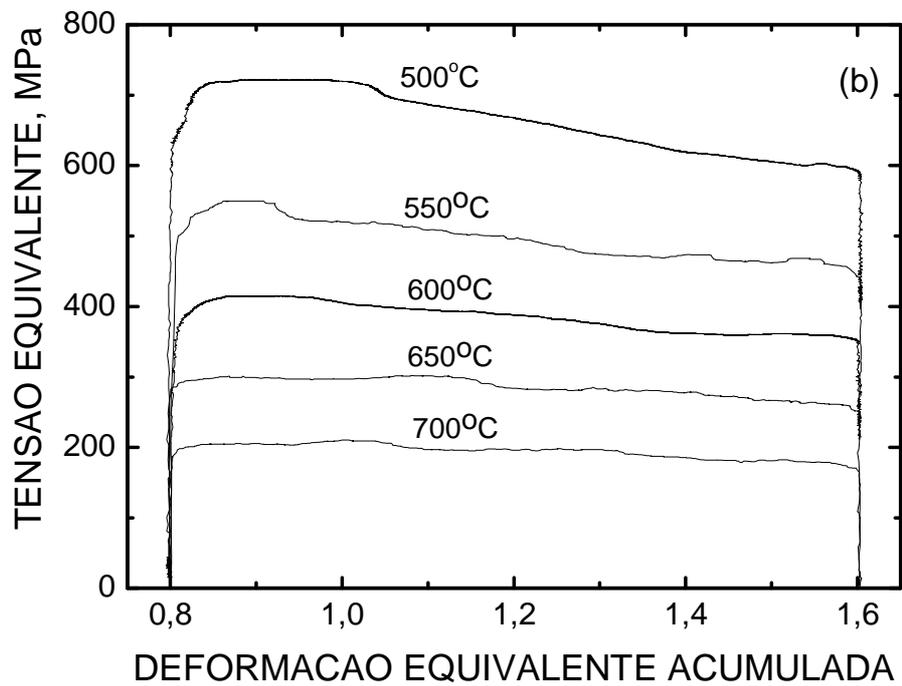


FIGURA 8.9: continuação.

#### 8.4.2 - Microestrutura e Mecanismos de Refino de Grão

A microestrutura do aço 1010 e aço 1045 apresenta aspectos diferentes em função da temperatura de deformação. Em algumas temperaturas ela é semelhante à microestrutura de um material deformado e encruado, grão alongados na direção de deformação, e em outras temperaturas ela se assemelha a microestrutura típica de um metal que sofreu recristalização, grãos novos de formato equiaxial.

Os ensaios realizados a 500 e 550°C produziram uma microestrutura com grãos ferríticos alongados na direção de deformação e com as lamelas das colônias de perlita fragmentadas e alinhadas na mesma direção dos grãos ferríticos, FIGURA 8.4(a) e (b) e FIGURA 8.5(a) e (b). Essas imagens remetem a microestrutura de metais deformados e encruados.

Os ensaios realizados a 600, 650 e 700°C produziram uma microestrutura com grãos ferríticos equiaxiais, FIGURA 8.4(c) a (e) e FIGURA 8.5(c) a (e). Na microestrutura correspondente aos ensaios realizados a 600°C, é possível observar que as partículas de cementita apresentam uma tendência de concentração nos contornos de grãos ferríticos. Nessa temperatura, o processo de esferoidização das partículas de cementita encontra-se em estado avançado no caso do aço 1010 e em estado inicial no caso do aço 1045.

Em temperaturas mais elevadas as partículas de cementita se tornam desenvolvidas e se localizam preferencialmente junto aos contornos de grãos no caso do aço 1010. No aço 1045 ainda há uma mistura de partículas desenvolvidas com partículas de menor diâmetro. O tamanho médio de grão ferrítico visivelmente aumenta com a temperatura de deformação.

Segundo SONG *et al.* (2005) (B) as partículas esferoidizadas de cementita contribuem para o refino de grão, pois elas impedem a migração dos contornos de grãos através do mecanismo de ancoragem e estabilizam a microestrutura durante um possível tratamento térmico de recozimento para homogeneização. Nesse trabalho, as partículas de cementita demonstraram ter pouco efeito sobre a estabilidade térmica dos grãos ferríticos, pois com o aumento da temperatura de deformação o tamanho médio de grão aumentou.

Com o aumento da temperatura de deformação as deslocções geradas durante a deformação plástica e conseqüentemente os contornos de baixo ângulo possuem maior mobilidade, devido a ativação térmica, dessa forma esses contornos são capazes de se mover com maior velocidade e o tamanho médio de grão ferrítico se torna maior com o aumento da temperatura de ensaio, FIGURA 8.6.

No CAPÍTULO 5 foi discutido e demonstrado que o refino de grão realmente só ocorre a partir do segundo passe de torção. No primeiro passe apenas ocorre uma subdivisão dos grãos em contornos de baixo ângulo que são continuamente transformados em contornos de alto ângulo com o aumento da deformação plástica através do mecanismo de recuperação dinâmica e recristalização dinâmica contínua. Esse mecanismo de recuperação dinâmica deve ser mais pronunciado e controlador do refino de grão até a temperatura de 550°C, onde os grãos obtidos são essencialmente alongados e aparentemente não sofreram recristalização. A FIGURA 8.6 apresenta um comportamento relevante, nela é possível traçar duas retas distintas passando pelos dados experimentais do tamanho médio de grão versus a temperatura de deformação. Uma reta de menor inclinação correspondente as temperaturas de 500 e 550°C e outra reta de maior inclinação correspondente as temperaturas de 600, 650 e 700°C. Fazendo regressão linear com os dados da FIGURA 8.7 obtêm se a Equação 8.1 e Equação 8.2 para as temperaturas abaixo de 550°C e Equação 8.3 e 8.4 para as temperaturas acima de 600°C, para o aço 1010 e 1045 respectivamente.

$$d\alpha_{1010} = -1,48 + 0,004T \quad \text{Eq. 8.1}$$

$$d\alpha_{1045} = -0,44 + 0,002T \quad \text{Eq. 8.2}$$

$$d\alpha_{1010} = -4,07 + 0,009T \quad R^2 = 0,981 \quad \text{Eq. 8.3}$$

$$d\alpha_{1045} = -5,06 + 0,01T \quad R^2 = 0,998 \quad \text{Eq. 8.4}$$

As equações acima demonstram que o tamanho de grão ferrítico do aço 1010 ( $d\alpha$ ) é mais sensível a variação de temperatura do que o tamanho médio de grão ferrítico do aço 1045 para temperaturas de deformação abaixo de 600°. Em temperaturas superiores esse comportamento é invertido.

PARK *et al.* (2000) estudando a estabilidade térmica e a propriedades mecânicas de um aço 0,15%C-Mn processado por *Equal Channel Angular Pressing* (ECAP) demonstraram que quando recozido o aço não apresenta crescimento de grão significativo até temperaturas de aproximadamente 550°C. A curva do tamanho médio de grão em função da temperatura de recozimento do trabalho de PARK *et al.* (2000) encontra-se copilada na FIGURA 8.10. Essa curva é semelhante às curvas da FIGURA 8.6. Nela há uma temperatura de transição de aproximadamente 550°C onde o aço passa a sofrer recristalização estática durante o recozimento. Por analogia, pode-se inferir que o aço estudado nesse trabalho também apresenta uma temperatura de transição compreendida entre 550 e 600°C, onde a recristalização dinâmica contínua começa a ser o mecanismo controlador contribuindo para o aumento do tamanho de grão ferrítico com a elevação da temperatura de deformação. Os resultados de JAZAERI *et al.* (2004) também parece sugerir que existe uma temperatura na qual os mecanismos de refino de grão são alterados em ligas de alumínio processadas através de laminação a frio.

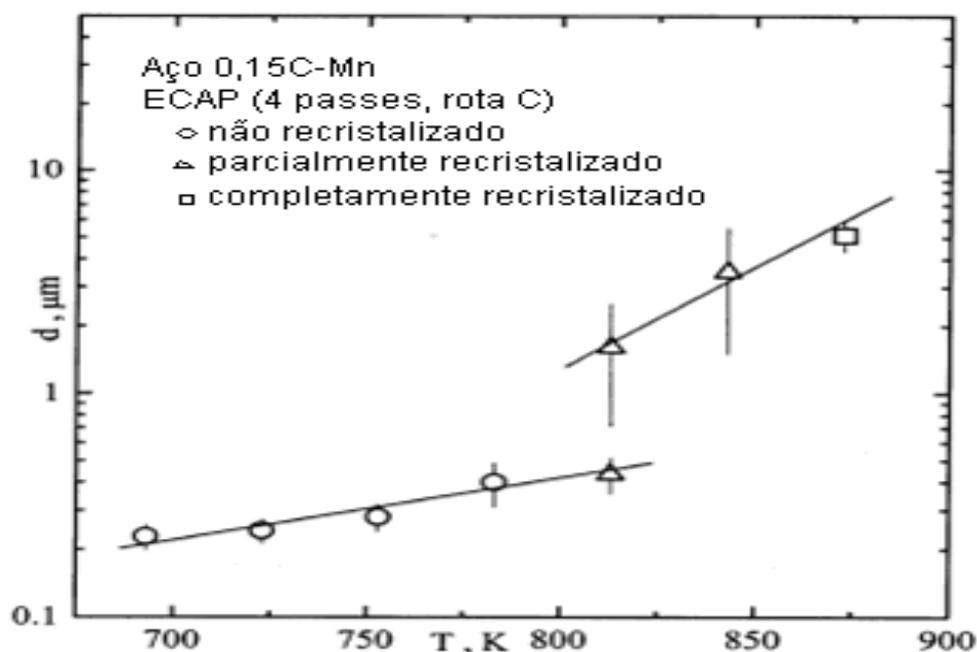


FIGURA 8.10: Variação do tamanho de grão ferrítico com a temperatura de recozimento (1 hora de recozimento estático) de um aço baixo carbono processado por ECAP com uma deformação equivalente acumulada de 4 (PARK *et al.*, 2000).

### 8.4.3 - Propriedades Mecânicas

De acordo com a FIGURA 8.7 a dureza do aço 1010 e aço 1045 diminui progressivamente com o aumento da temperatura de deformação. Essa figura mostra que também é possível dividir a curva da microdureza em função do tamanho médio de grão ferrítico em duas retas; uma correspondente a temperaturas de deformação de aproximadamente 550°C e tamanho médio de grão inferiores a 1μm e outra correspondendo a temperaturas superiores a essa e tamanhos de grãos maiores que 1μm. Isso sugere que a temperatura de transição onde a recristalização dinâmica contínua passa a controlar de refino de grão também afeta a resistência do aço. Recristalização de novos grãos implica na eliminação da estrutura de deslocamentos geradas durante a deformação plástica, acarretando numa menor dureza para as amostras ensaiadas a maiores temperaturas.

## 8.5 - Conclusões

Foi investigado o efeito da temperatura de deformação no refino de grão de um aço baixo carbono SAE-1010 e um aço médio carbono SAE-1045 deformados nas temperaturas de 500, 550, 600, 650 e 700°C através de ensaios de torção simulando o processo ARB. Os principais resultados desse estudo podem ser sumarizados da seguinte forma:

- a) - O tamanho médio de grão ferrítico aumenta continuamente com o aumento da temperatura de deformação para os dois aços avaliados;
- b) - A dureza do aço 1010 e aço 1045 reduz continuamente com o aumento da temperatura de deformação;
- c) - O aço 1045 apresenta menor tamanho médio de grão em todas as temperaturas de deformação do que ao aço 1010;
- d) - Parece haver uma temperatura de transição entre 550 e 600°C onde há uma mudança dos mecanismo de refino de grão. Nas temperaturas de abaixo de 550°C o refino de grão parece ser governado principalmente pela recuperação dinâmica da ferrita e acima de 600°C o refino de grão parece ser governado pela principalmente pela recristalização dinâmica contínua da ferrita;
- e) - Uma maior fração de partículas de cementita contribui para um menor tamanho médio de grão em todas as temperaturas de deformação no aço 1045.

## 8.6 - Referências Bibliográficas

ABDOLLAH-ZADEH, A. e EGHBALI, B. Mechanism of ferrite grain refinement during warm deformation of a low carbon Nb-microalloyed steel. *Materials Science & Engineering A*, v. 457, p. 219-225, 2007.

ASTM INTERNATIONAL, USA. *ASTM DS67A*; Handbook of Comparative World Steel Standards. Baltimore, 2002. 660p.

AZUSHIMA, A., KOPP, R., KORHONEN, A., YANG, D.Y., MICARI, F., LAHOTI, G.D., GROCHE, P., YANAGIMOTO, J., TSUJI, N., ROSOCHOWSKI, A. and YANAGIDA, A. Severe Plastic Deformation (SPD) Processes for Metals. *Manufacturing Technology*, v. 57, p. 716-735, 2008.

BERGWERF, R. *Ultrafine-Grained Ferritic Steels*; A Literature Review to Their Formation, Production and Properties. Delft: Delft University of Technology, Department of Materials Science and Engineering, 2007. 92p.

BLUM, W., ZHU, Q., MERKEL, R. and MCQUEEN, H.J. Geometric Dynamic Recrystallization in Hot Torsion of Al-5Mg-0.6Mn (AA5083). *Materials Science & Engineering A*, v. 205, p. 23-30, 1996.

CAHN, R. W. and HAASEN P. *Physical Metallurgy*, 4.ed. Amsterdam: North-Holland, 1996, 3v.

DOERTY, R. D., HUGHES, D. A., HUMPHREYS, F. J., JONAS, J. J., JENSEM JUUL, D., KASSNER, M. E., KING, W. E., MCNELLEY, T. R., MCQUEEN, H. J. and ROLLETT, A. D. Current Issues in Recrystallization: a review. *Materials Science and Engineering A*, v. 238, p. 219-274, 1997.

DONGSHENG, S., MUSEN, L., YOUNG, Z. RUI, Y. and FENGZHAO. L. A Model for Dynamic Recovery of BCC Structure. *Chinese Science Bulletin*, v. 42, n. 14, p. 1211-1215, 1997.

EGHBALI, B., ABDOLLAH-ZADEH, A. and HODGSON, P. D. Dynamic Softening of Ferrite During Large Strain Warm Deformation of a Plain-Carbon Steel. *Materials Science & Engineering A*, v. 462, p. 259-263, 2007.

EGHBALI, B. Effect of Strain Rate on Microstructural Development Through Continuous Dynamic Recrystallization in a Microalloyed Steel. *Materials Science & Engineering A*, v. 527, p. 3402-3406, 2010.

GOURDET, S. and MONTHEILLET, F. An Experimental Study of the Recrystallization Mechanism During Hot Deformation of Aluminum. *Materials Science & Engineering A*, v. 283, p. 274-288, 2000.

GOURDET, S. and MONTHEILLET, F. A Model of Continuous Dynamic Recrystallization. *Acta Materialia*, v. 51, p. 2685-2699, 2003.

HAN, B. Q. and YUE, S. Processing of Ultrafine Ferrite Steels. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 136, pp. 100-104, 2003

HENSHALL, G. A., KASSNER, M. E. and MCQUEEN, H. J. Dynamic Restoration Mechanisms in Al-5.8 At. Pct Mg Deformed to Large Strains in the Solute Drag Regime. *Metallurgical Transactions A*, v. 23A, p. 881-889, 1992.

JAZAERI, H. and HUMPHREYS, F.J. The Transition from Discontinuous to Continuous Recrystallization in some Aluminium Alloys I – The Deformed State. *Acta Materialia*, v. 52, p. 3239-3250, 2004.

JAZAERI, H. and HUMPHREYS, F.J. The Transition from Discontinuous to Continuous Recrystallization in some Aluminium Alloys II – Annealing Behaviour. *Acta Materialia*, v. 52, p. 3251-3262, 2004.

KAIBYSHEV, R., SHIPILOVA, K, MUSIN, F. and MOTOHASHI Y. Continuous Dynamic Recrystallization in an Al-Li-Mg-Sc alloy During Equal-Channel Angular Extrusion. *Materials Science & Engineering A*, v. 396, p. 341-3451, 2005.

MCQUEEN, H. J. Development of Dynamic Recrystallization Theory. *Materials Science and Engineering A*, v. 387-389, p. 203-208, 2004.

MCQUEEN, H. J. and KASSNER, M. E. Comments on 'a model of continuous dynamic Recrystallization' proposed for aluminum. *Scripta Materialia*, v. 51, p. 461-465, 2004.

NAJAFI-ZADEH, A., JONAS, J. J. and YUE S. Grain Refinement by Dynamic Recrystallization During the Simulated Warm-Rolling of Interstitial Free Steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 23A, p. 2607-2617, 1992.

NARAYANA MURTY, S.V.S., TORIZUKA, S., NAGAI, K., KITAI, T. and KOGO, Y. Dynamic Recrystallization of Ferrite During Warm Deformation of Ultrafine Grained Ultra-Low Carbon Steel. *Scripta Materialia*, v. 53, p. 763-768, 2005.

PARK, K.-T., KIM, Y.-S., LEE, J. G. and SHIN, D. H. Thermal Stability and Mechanical Properties of Ultrafine Grained Low Carbon Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 293, pp. 165-172, 2000.

PRANGNELL, P.B., HAYES, J.S., BOWEN, J.R., APPS, P.J. and BATE, P. S. Continuous Recrystallization of Lamellar Deformation Structures Produced by Severe Deformation. *Acta Materialia*, v. 52, p. 3193-3206, 2004.

SAITO, Y., UTSUNOMIYA H., TSUJI, N. and 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.

(A) SONG, R., PONGE, D., RAABE, D., SPEER, J. G. and MATLOCK, D. K. Overview of Processing, Microstructure and Mechanical Properties of Ultrafine Grained BCC Steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 441, pp. 1-17, 2006.

(B) SONG, R., PONGE, D., RAABE, D. and KASPAR, R. Microstructure and Crystallographic Texture of an Ultrafine Grained C-Mn Steel and their Evolution During Warm Deformation and Annealing. *Acta Materialia*, v. 53, pp. 845-858, 2005.

SUN, W.P. and HAWBOLT, E.B. Comparison Between Static and Metadynamic Recrystallization – An Application to the Hot Rolling of Steels. *ISIJ International*, v. 37, n. 10, p. 1000-1009, 1997.

TSUJI, N., MATSUBARA, Y. and SAITO Y. Dynamic Recrystallization of Ferrite in Interstitial Free Steel. *Scripta Materialia*, v. 37, n. 4, p. 477-484, 1997.

TSUZAKI, K., XIAOXU, H. and MAKI T. Mechanism of Dynamic Continuous Recrystallization During Superplastic Deformation in a Microduplex Stainless Steel. *Acta Materilia*, v. 44, n. 11, p. 4491-4499, 1996.

## CAPÍTULO 9

### REFINO DE GRÃO EM UM AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO

#### 9.1 - Introdução

Aços inoxidáveis austeníticos constituem umas das classes de aço que possuem melhor combinação de resistência a corrosão e propriedades mecânicas. Apesar de apresentarem elevadas ductilidades eles possuem a limitação de um baixo limite de escoamento, o que pode restringir as suas aplicações para uso estrutural. Para exemplificar, um aço de composição base do tipo 304 apresenta um limite de escoamento de apenas 205MPa, em detrimento de um alongamento total de 40% (ASME BOILER AND PRESSURE VESSEL CODE, 2007). Um dos mecanismos mais eficientes de endurecimento dos aços inoxidáveis austeníticos é o refino de grão, que pode ser realizado através de processamentos termodinâmicos avançados ou através de deformação plástica severa (KARJALAINEN *et al.*, 2008).

Metais de grãos ultrafinos, produzidos através de deformação plástica severa (SPD), se tornaram tema central de intensas pesquisas nos últimos tempos. A principal motivação dos investimentos nessas pesquisas é a característica única desses aços de combinar elevada resistência mecânica com elevada tenacidade. A deformação plástica severa geralmente é aplicada a baixas temperaturas, de forma a não ocorrer recristalização, e sua magnitude é uma função do metal ou liga a ser processada. Diversos métodos de SPD foram desenvolvidos e têm sido aperfeiçoados, os principais são: *accumulative roll-bonding* (ARB), *equal channel angular pressing* (ECAP) e *high pressure torsion* (HPT). O primeiro tem sido apontado como o mais promissor dentre todos para aplicações em escala industrial, devido à possibilidade de desenvolvimento de um processo contínuo e a produção de semi-acabados em grandes dimensões. Paralelamente ao desenvolvimento das técnicas de SPD, ajustes têm sido realizados nas plantas industriais existentes para se atingir o menor tamanho de grão possível através de processamentos termomecânicos avançados.

A principal dificuldade a ser superada para utilização dos metais de grão ultrafinos é a baixa ductilidade que esses materiais apresentam, devido a sua reduzida capacidade de encruamento. Essa baixa taxa de encruamento pode ser atribuída à aniquilação de deslocações móveis nas grandes áreas de contornos de grãos promovidas pelo refino de grão, elevando assim a taxa de recuperação dinâmica (SONG *et al.*, 2006). Outro aspecto relevante é que nos metais de grãos ultrafinos o tamanho médio de grão pode ser da mesma magnitude da distância livre média percorrida pelas deslocações, restringindo o seu movimento (BLUM e ZENG, 2009).

Nesse sentido, duas principais linhas de pesquisa têm sido desenvolvidas objetivando aumentar a capacidade de encruamento dos metais de grãos ultrafinos: uma se baseia na utilização do mecanismo de Orowan, aumento da taxa de encruamento pela ação da interação de finas partículas de segunda fase com deslocações móveis e geometricamente necessárias e a outra se baseia na utilização da transformação de fase induzida pela deformação plástica e/ou na maclação induzida por deformação plástica, efeito TRIP e TWIP respectivamente (FROMMEYER *et al.*, 2003; SENUMA, 2001).

O princípio do efeito TRIP (*transformation induced plasticity*) se baseia na utilização da deformação plástica para induzir a transformação local de austenita metaestável à martensita, aumentando a taxa de encruamento e retardando o início da deformação plástica localizada. O efeito TWIP (*twinning induced plasticity*) se baseia na deformação plástica de austenita estável através do mecanismo de maclação ao invés de deslizamento de deslocações, que gera no aço contornos de maclas que constituem obstáculos adicionais ao deslizamento de deslocações, similarmente ao efeito do endurecimento por refino de grão, conferindo ao aço alta ductilidade e resistência mecânica elevada (GRÄSSEL *et al.*, 2000; JIN-KYUNG *et al.*, 2009; BOUAZIZ *et al.*, 2011). A maclação induzida por deformação plástica também contribui fortemente para o refino de grão através da fragmentação das maclas. As maclas de deformação ainda podem contribuir favoravelmente para o aumento da ductilidade e retardar a deformação localizada em estado de tração uniaxial (NAKAO e MIURA, 2011).

Recentemente HUANG *et al.* (2011) obtiveram uma elevada resistência mecânica (limite de escoamento superior a 1GPa) combinada com alta ductilidade para um aço inoxidável austenítico do tipo 301 processado pelo processo ECAP. A ductilidade obtida por eles foi superior a 30%, o triplo da geralmente obtida para aço carbono do tipo IF de grão ultrafino. A grande ductilidade obtida foi principalmente atribuída ao efeito TRIP experimentada durante a deformação plástica. BELYAKOV *et al.* (2000), BELYAKOV *et al.* (2001) e KUMAR *et al.* (2011) também obtiveram elevada dureza e boa ductilidade em aços inoxidáveis austeníticos de grão ultrafino do tipo 304 e 316 processados por deformação plástica severa em ensaios de compressão e laminação a frio.

DI SCHINO *et al.* (2002) demonstraram também que é possível obter elevada ductilidade e resistência mecânica em um aço inoxidável austenítico do tipo AISI 304 através da transformação reversa de fase da martensita em austenita após laminação a temperatura ambiente e em temperatura subzero (-100°C) e recozimento entre 600 e 900°C. KARIMI *et al.* (2009) obtiveram tamanho de grão austenítico inferior a 1µm após reversão da martensita em austenita. YOO *et al.* (2008) obtiveram um limite de escoamento de aproximadamente 800MPa para um aço austenítico de composição Fe-0,0013%C-8,14%Ni-10.30%Cr-7,47%Mn após refino de grão até 0,3µm utilizando a transformação da martensita induzida por deformação e a formação de austenita por reversão de fase. SHI *et al.* (2010) alcançaram alongamento total e limite de escoamento superior a 31% e 530MPa, respectivamente, para aços C-Mn processados por reversão de fases. Eles demonstram que é possível obter uma microestrutura ultra-fina através da austenização dos aços logo acima da temperatura  $A_{c1}$ , têmpera em óleo e tratamento de recozimento intercrítico para obtenção de uma microestrutura dúplex de austenita-ferrita. FOROUZAN *et al.* (2010) , ESKANDARI *et al.* (2009) (A), ESKANDARI *et al.* (2009) (B) e MOALLEMI *et al.* (2011) obtiveram impressionantes limites de escoamento de até 1,97GPa através da reversão de fases da martensita induzida por deformação em austenita.

HUANG *et al.* (2011) demonstraram que a deformação plástica severa em um aço inoxidável além de promover o refino de grão aumenta a taxa de austenita transformada por deformação plástica em martensita.

Todos esses estudos e outros mais publicados na literatura fazem dos aços inoxidáveis austeníticos fortes candidatos a apresentarem boa combinação de resistência mecânica/ductilidade após ultra-refino de grão, seja se valendo dos mecanismos inovadores do efeito TRIP/TWIP ou através da transformação reversa da austenita após refino de grão.

Nesse trabalho foram utilizados ensaios de torção a morno para simular o processo ARB em um aço inoxidável austenítico do tipo AISI 304. Como demonstrado por CALADO *et al.* (2010) os ensaios de torção são uma alternativa eficaz para se estudar o refino de grão através de deformação plástica severa. Esse ensaio mecânico permite um controle preciso da temperatura, da taxa de deformação e do intervalo interpasse. A torção também permite superar a dificuldade de se processar materiais de relativamente elevados limites de escoamento como os aços inoxidáveis, os aços carbonos convencionais, os aços de alta resistência e baixa liga bem como outros metais não ferrosos.

## 9.2 - Metodologia

Foi utilizado nesse estudo um aço austenítico de classificação AISI 304, denominado de agora em diante como aço 304, um dos aços inoxidáveis austeníticos mais utilizados em aplicações gerais. Para a execução dos ensaios de torção foram confeccionados corpos de provas (CP) cilíndricos de 17mm de comprimento útil e 6,4mm de diâmetro útil. Os CP foram previamente recozidos para obtenção de uma microestrutura uniforme antes dos ensaios. Eles foram aquecidos até a temperatura de 1000°C com taxa de aquecimento de 3°Cs<sup>-1</sup> e tempo de encharque de 1 hora. Após o encharque os corpos de prova foram deixados esfriar dentro do forno, até a temperatura ambiente. Durante todo o recozimento foi utilizada uma atmosfera controlada de gás argônio.

Os CP foram aquecidos até a temperatura de ensaio utilizando uma taxa de aquecimento fixa de  $3^{\circ}\text{C}\text{s}^{-1}$  e atmosfera controlada de gás argônio, que foi mantida durante toda a realização os testes. Depois de atingida a temperatura de ensaio foi aplicado um tempo de encharque de 5 minutos para homogeneização da temperatura ao longo de todo o comprimento e diâmetro do corpo de prova. Foram realizados ensaios nas temperaturas de 500, 550, 600, 650 e  $700^{\circ}\text{C}$ . Para simular o processo ARB as amostras foram submetidas a diversos passes de torção, com deformação equivalente de 0,8 por passe, com o objetivo de se alcançar uma deformação equivalente acumulada de 4,0 ao final do quinto passe. Os ensaios foram conduzidos com uma taxa de deformação constante de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ . Após cada passe os corpos de prova foram deixados resfriar dentro do forno até a temperatura ambiente.

As seções úteis dos CP foram preparadas para análise metalográfica em microscopia óptica e sonda EBSD. Foram realizadas análises em seções tangenciais próximas a superfície. A amostra para microscopia óptica foi preparada pelos métodos de lixamento e polimento tradicionais e atacada com uma solução de água régia. As amostras para as análises em sonda EBSD foram preparadas com lixamento em lixas d'água de até 1500# e em seguida polidas automaticamente numa politriz automática por um tempo aproximado de 5 horas. Durante o polimento foi utilizado uma solução de 30mL de sílica coloidal, 2mL de detergente, 2mL de  $\text{H}_2\text{O}_2$ , 2mL de  $\text{NH}_4\text{OH}$  e 1500mL de água destilada como lubrificante. O tempo de polimento foi fracionado em períodos de 20 minutos. Ao fim de cada período foi realizado ataque químico com uma solução de Villela por um tempo de variando 20 a 30s.

O tamanho médio de grão austenítico foi determinado através do método do intercepto linear, com contagem mínima de 200 grãos, permitindo um desvio experimental de no máximo 10%. A desorientação entre grãos foi determinada através de imagens de sonda EBSD aplicando o software de análises de dados, foi considerando contornos de baixo ângulo aqueles com desorientação inferior a  $15^{\circ}$  e contornos de alto ângulo aqueles com desorientação superior a  $15^{\circ}$ . Medidas de microdureza Vickers foram realizadas ao longo do comprimento útil dos corpos de prova, utilizando carga de penetração de 0,5 Kgf.

## 9.3 - Resultados e discussão

### 9.3.1- Curvas tensão-deformação

A FIGURA 9.1(a) apresenta algumas curvas tensão-deformação equivalentes para o aço 304 para diferentes temperaturas de ensaio. As curvas tensão-deformação do aço 304 estudado aqui são semelhantes às curvas de aços inoxidáveis austeníticos que sofrem amaciamento durante a deformação plástica (DENGHAN-MANSHADI *et al.*, 2008; JAFARI *et al.*, 2007; BELYAKOV *et al.*, 200; TSUJI *et al.*, 1997). Como a temperatura de ensaio é relativamente baixa, o mecanismo de amaciamento atuante é a recuperação dinâmica, assim como observou BELYAKOV *et al.* (2003) estudando o refino de grão de um aço do mesmo tipo estudado aqui através de ensaios de compressão a 500°C.

Nas curvas correspondentes a temperatura de 500°C é possível notar que ocorre um pequeno encruamento durante cada passe de torção. A 700°C esse encruamento se torna quase imperceptível. O formato das curvas tensão-deformação também sugere que não ocorre nenhum amaciamento estático no intervalo interpasse. Em todas as temperaturas o corpo de prova rompeu durante o quarto passe de torção, esse aspecto pode ser em parte atribuído ao encruamento do aço durante os testes. A tensão de fluxo plástico reduz com o aumento da temperatura de deformação, como esperado.

A FIGURA 9.1(b) apresenta uma curva tensão-deformação construída através da compilação de dados correspondentes aos ensaios realizados a 500°C. Nessa curva fica mais fácil visualizar que o aço encrua continuamente durante a realização do ensaio, até a ocorrência de fratura do corpo de prova. Esse comportamento evidencia que até o rompimento do CP ocorre um aumento da densidade de deslocamentos e provavelmente também um aumento da fração de contornos de baixo ângulo, uma das características dos metais que sofrem refino de grão através da deformação plástica severa (BERGWERF, 2007; BELYAKOV *et al.* (2000) (B)).

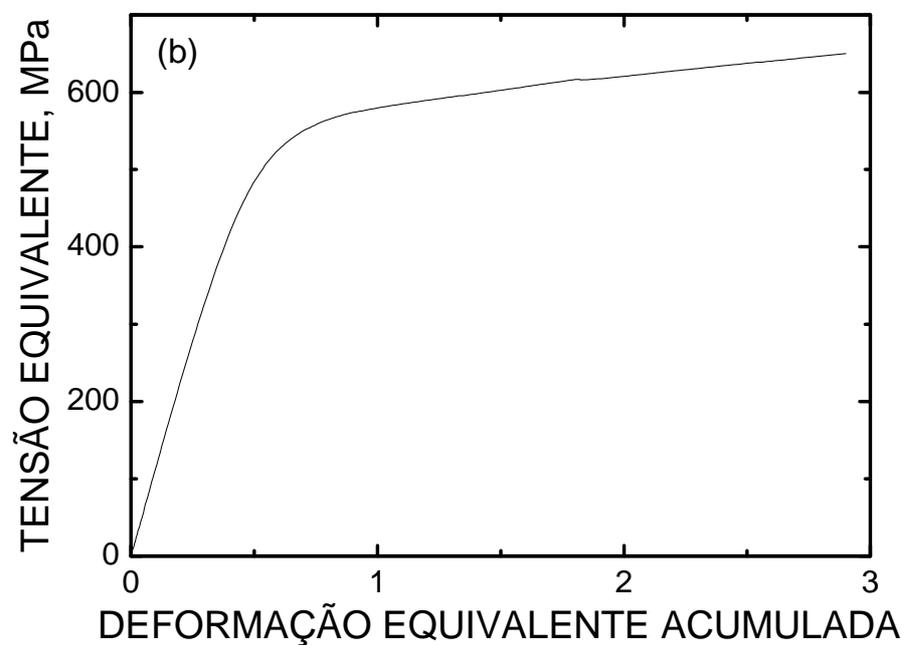
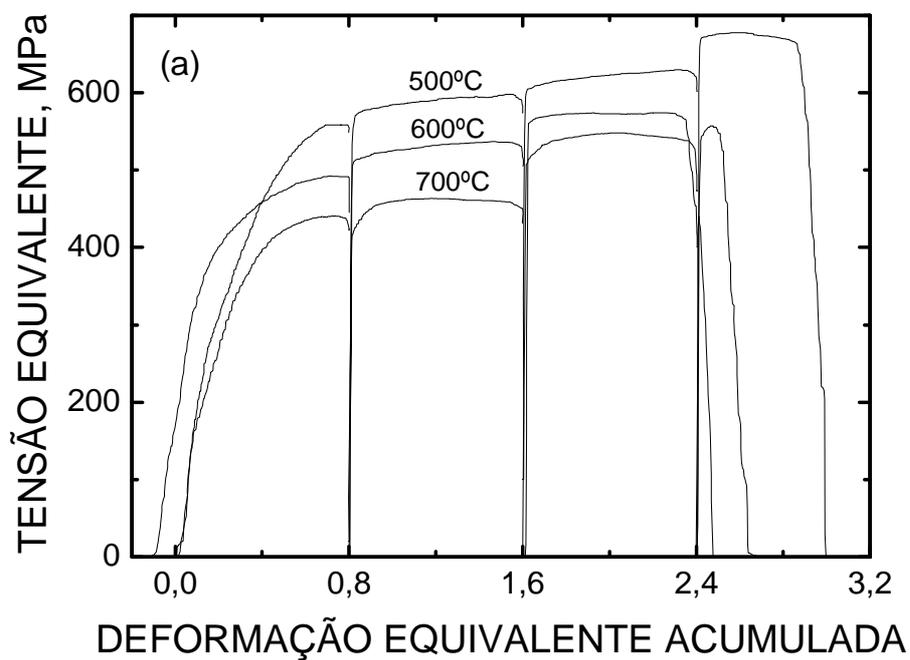


FIGURA 9.1: Curvas tensão-deformação para o aço 304 deformado nas temperaturas de 500, 600 e 700°C (a) e curva tensão-deformação construída a partir dos dados correspondentes a temperatura de 500°C (b), taxa de deformação de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ .

### 9.3.2- Microestrutura

A microestrutura do aço 304 na condição de recozido consiste de grãos austeníticos de tamanho médio de grão aproximado de  $17\mu\text{m}$  e maclas de recozimento típicas dessa classe de aço, FIGURA 9.2(a). Após os ensaios de torção as microestruturas adquiriram o aspecto típico de um metal encruado em todas as temperaturas de deformação, grãos alongados e alinhados na direção do trabalho mecânico, FIGURA 9.2(b) a 9.2(f). Apesar de ser possível observar que após os ensaios de torção os grãos austeníticos ficaram alongados, não é possível distinguir plenamente os grãos individuais através de microscopia óptica, assim é possível inferir que ocorreu um considerável refino de grão. A microscopia óptica também não permite diferenciar o comportamento do refino de grão com a elevação da temperatura de deformação, já que em todas as imagens a microestrutura é semelhante.

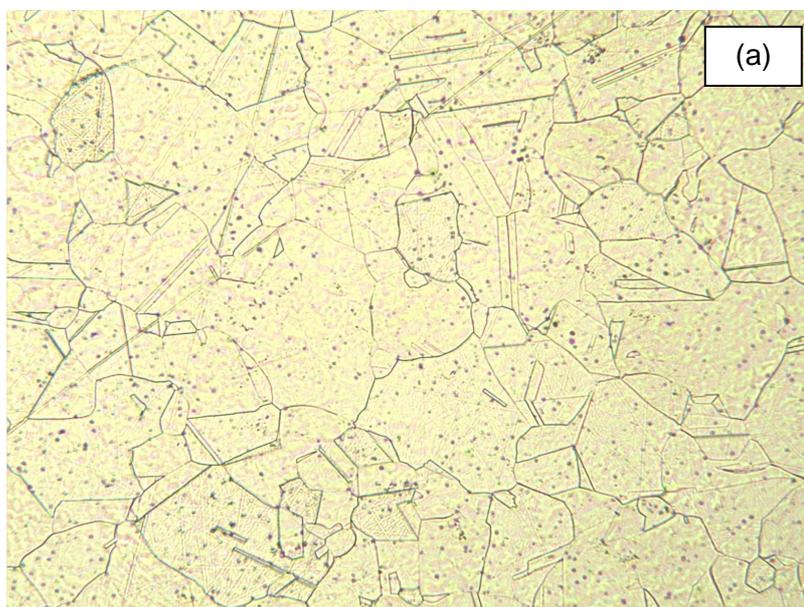


FIGURA 9.2: Microscopia óptica do aço 304 como recebido (a) e após ensaios de torção a  $500^{\circ}$  (b),  $550^{\circ}\text{C}$  (c),  $600^{\circ}\text{C}$  (d),  $650^{\circ}\text{C}$  (e) e  $700^{\circ}$  (f).

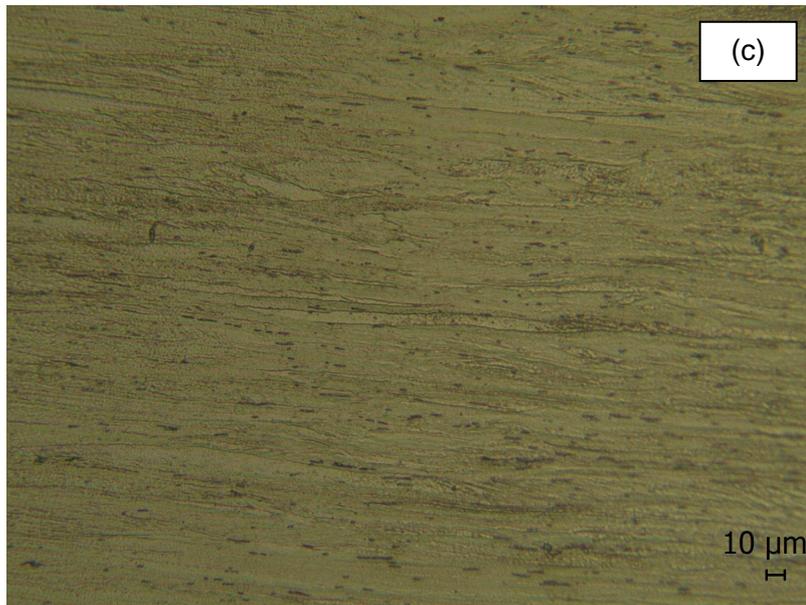
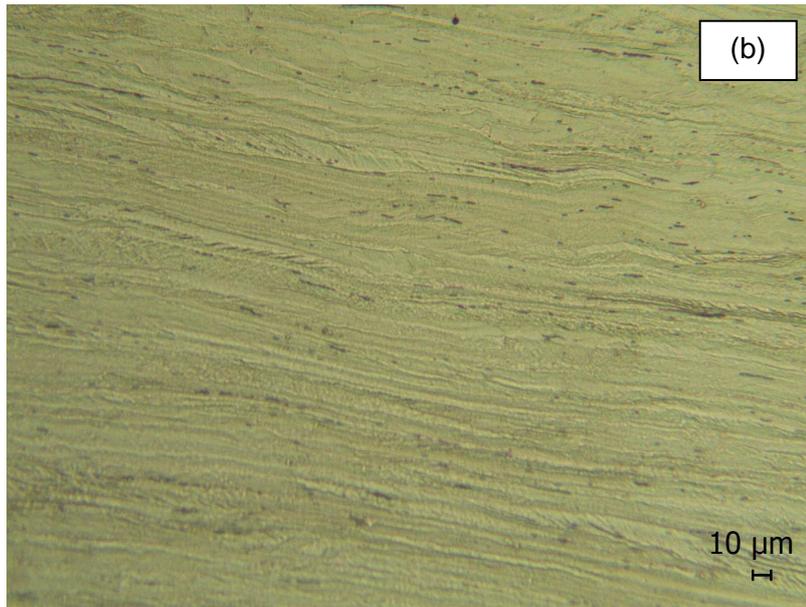


FIGURA 9.2: continuação.

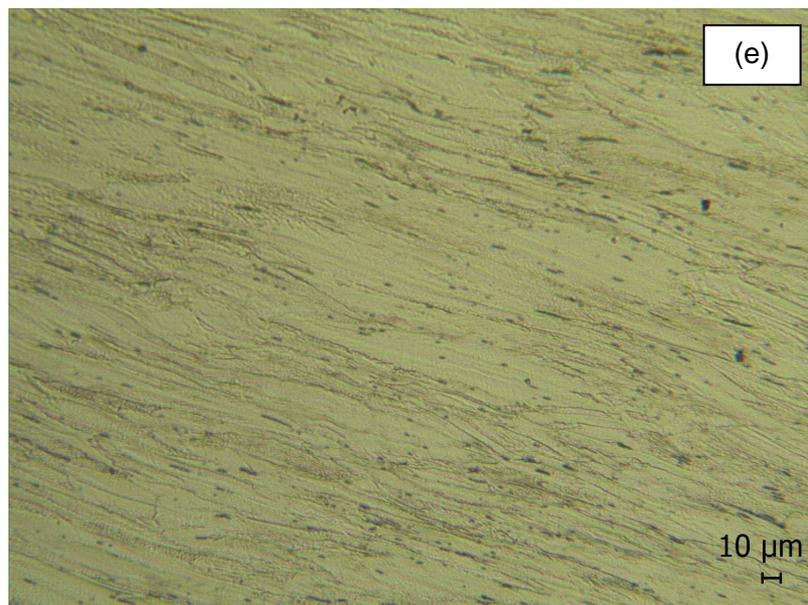
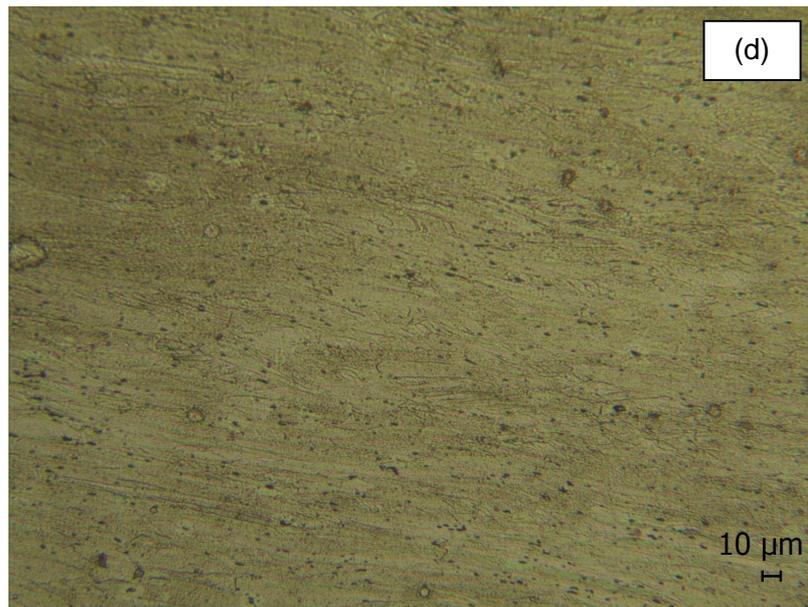


FIGURA 9.2: continuação.

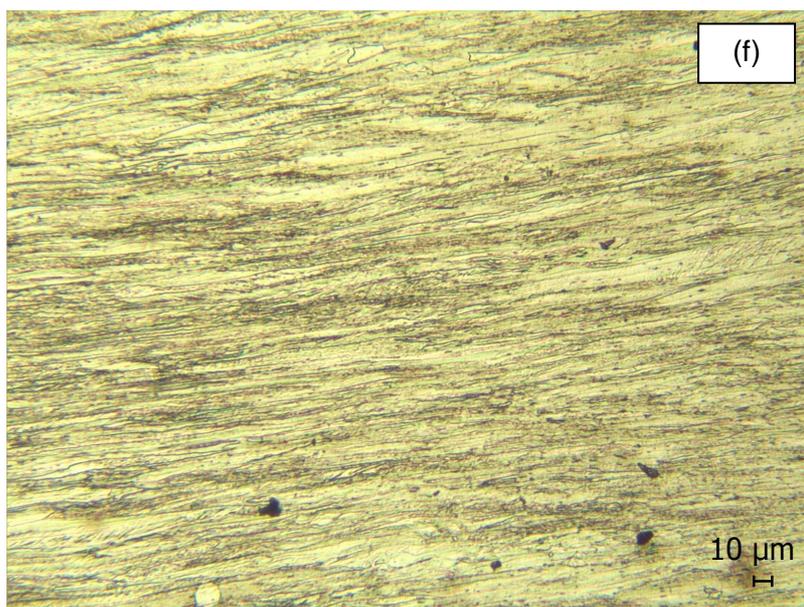


FIGURA 9.2: continuação.

A FIGURA 9.3 apresenta um mapa de contorno de grão do aço 304 após ensaios de torção a 500°C, deformação equivalente acumulada de 2,9. Nessa imagem os contornos de grão de baixo ângulo estão representados em traços claros (ângulo de desorientação entre 2° e 15°) e os contornos de grãos de alto ângulo estão representados em traços escuros (ângulo de desorientação superior a 15°). Para efeito de determinação de desorientação entre grãos foram desconsiderados aqueles com ângulo inferior a 2°. Essa imagem corresponde a uma pequena região da amostra, portanto possuindo pouca representação estatística. Nela é possível distinguir grãos desenvolvidos alongados com subgrãos em seu interior e grãos menores também de formato alongado. As regiões que apresentam contornos de tamanho muito reduzidos e com orientação aleatória não deve ser levada em consideração, elas são regiões de incerteza e não constituem contornos de grãos.

A presença de subgrãos dentro dos grãos desenvolvidos sugerem que o mecanismo de refino de grão do aço 304 é controlado pela subdivisão dos grãos iniciais em contornos de baixo ângulo e a transformação desses contornos de baixo ângulo em contornos de alto ângulo de forma assistida pela deformação plástica. Esse é o mecanismo tipicamente conhecido como recristalização dinâmica contínua. Não há evidências da presença de maclas de deformação nessa microestrutura, o que é esperado devido à temperatura de ensaio ser moderada.

Essas observações estão condizentes com o demonstrado por BELYAKOV *et al.* (2000) (B) em um estudo a respeito do refino de grão em aço inoxidável austenítico do tipo 304 processado através de compressão plana. Eles mostraram que a recuperação estática e dinâmica tem um importante papel no processo de refino de grão para uma temperatura de deformação de 500°C. A densidade de deslocamentos aumenta consideravelmente em baixas deformações e reduz após atingir um pico máximo permanecendo em estado estacionário em deformações elevadas. São formados contornos de baixo ângulo em baixas deformações, subgrãos, que são transformados em contornos de alto ângulo com a elevação da deformação, através da migração local de subgrãos e do rearranjo de deslocamentos através da recuperação. Os autores caracterizam esse comportamento como similar a recuperação dinâmica contínua.

De fato, tanto o aço inoxidável processado por BELYAKOV *et al.* (2000) (B) e o estudado aqui nesse trabalho apresentam características fortes de refino de grão promovido pela recristalização dinâmica contínua da austenita, as características são muito similares as descritas por GOURDET e MONTHEILLET (2000) e GOURDET e MONTHEILLET (2003) que desenvolveram um modelo físico para essa forma de amaciamento dinâmico.

De acordo com a FIGURA 9.4 a maioria dos contornos após deformação equivalente total de 2,9 a 500°C são contornos de baixo ângulo, desorientação inferior a 15°C. Esse resultado concorda com as distribuições de desorientação entre grãos apresentadas por BELYAKOV *et al.* (2000) (B), onde para uma deformação acumulada de 3,2 a maioria dos contornos também eram de baixo ângulo.

O objetivo inicial do estudo era aplicar uma deformação acumulada total de 4,0, o que não foi alcançado devido à fratura precoce dos corpos de prova. As evidências de recristalização dinâmica contínua sugerem que com o aumento da deformação a fração de contornos de alto ângulo aumentaria em detrimento da redução da fração de contornos de baixo ângulo.

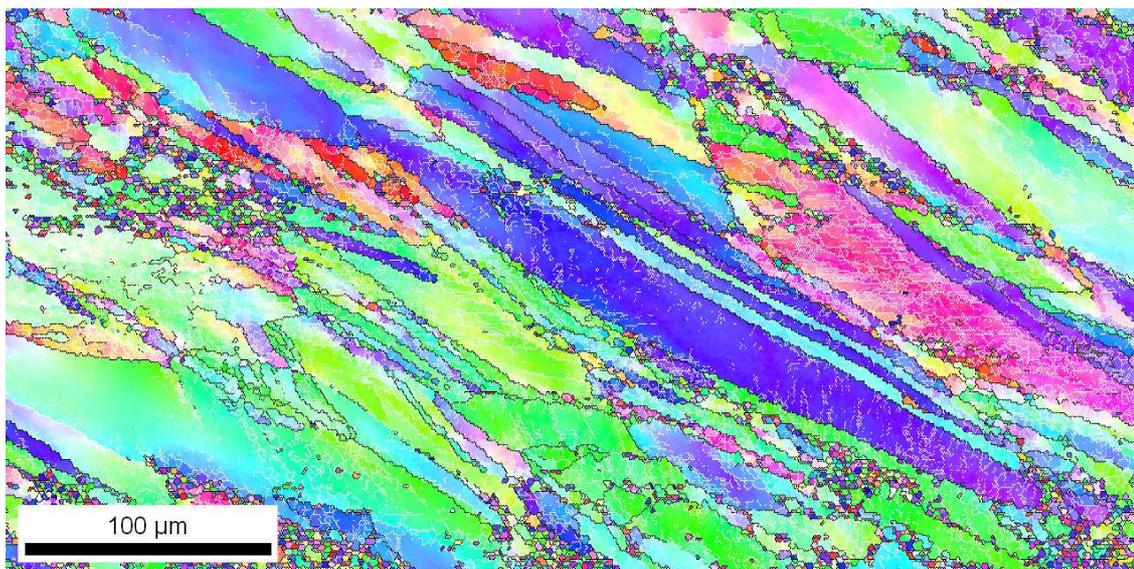


FIGURA 9.3: Imagem de sonda EBSD do aço 304 após ensaios de torção a 500°C e deformação equivalente total de 4,0. Contornos de grãos de baixo ângulo traços claros, contornos de grãos de alto ângulo traços escuros.

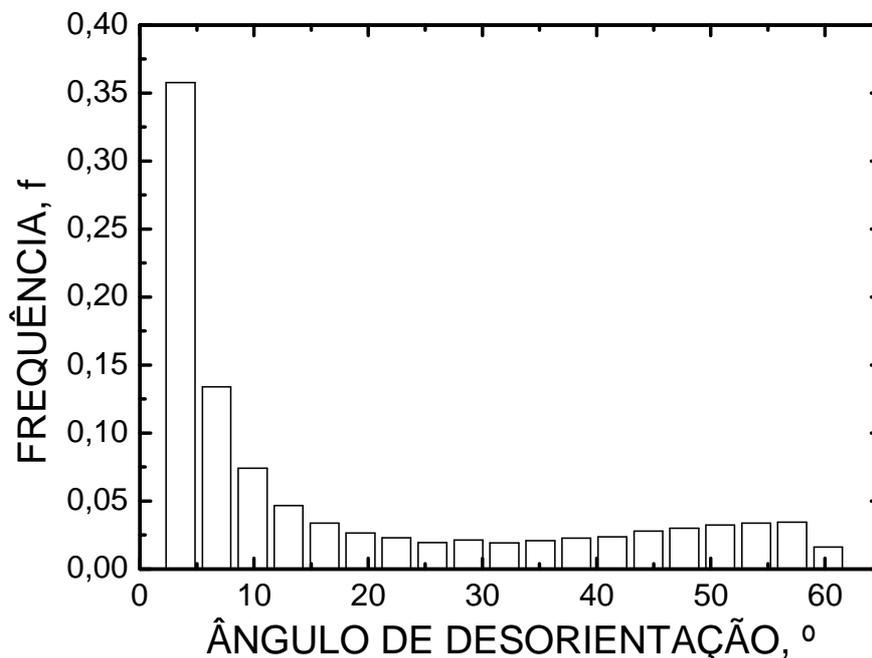


FIGURA 9.4: Distribuição de desorientação de grãos no aço 304 após ensaios de torção a 500°C.

### 9.3.3- Propriedades Mecânicas

A dureza do aço 304 na condição de recozido é de aproximadamente 156HV. Esse valor sobe para aproximadamente 375HV após deformação a 500°C, um aumento de aproximadamente 220HV, FIGURA 9.5. Parte desse aumento pode ser atribuído ao encruamento típico presente nos aços inoxidáveis austeníticos devido a sua baixa energia de falha de empilhamento (maior dificuldade para formar estrutura celular de deslocações) e parte pode ser atribuído ao refino de grão. Para confirmar essas informações é necessário avaliar o comportamento da dureza com o grau de deformação equivalente acumulada.

Na FIGURA 9.5 é possível observar que a dureza apresenta dois comportamentos distintos, um a temperatura abaixo de 500°C e outro em temperaturas acima de 600°C. A dureza é menos dependente da temperatura em temperaturas inferiores a 500°C.

Essa diferença de comportamento pode estar associada à mudança do mecanismo de amaciamento dinâmico atuante no aço, comportamento similar a esse foi observado nos aços carbonos SAE-1010 e SAE-1045 estudados nos capítulos anteriores.

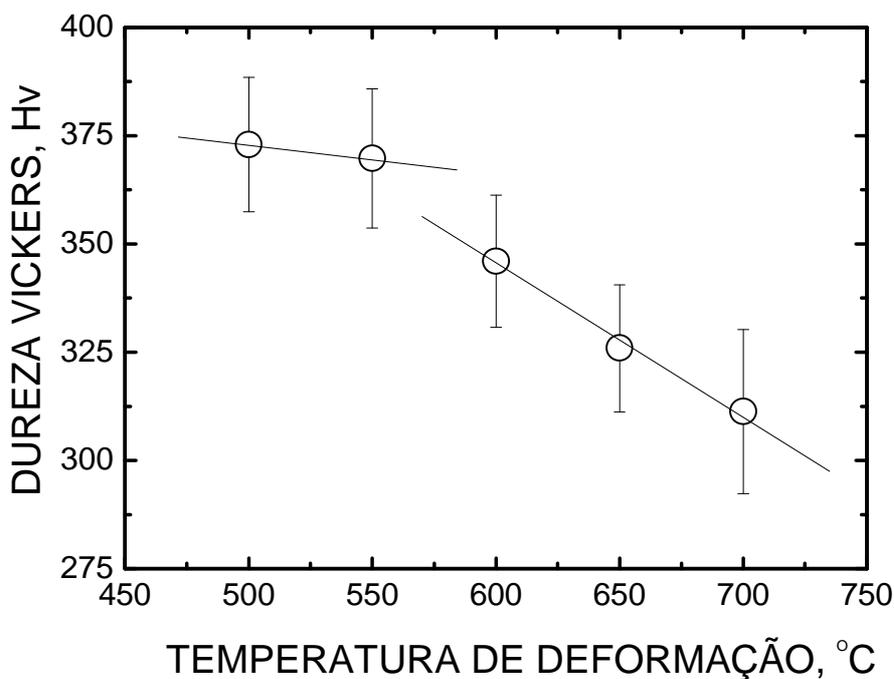


FIGURA 9.5: Variação da dureza Vickers do aço 304 em função da temperatura de deformação.

#### 9.4 - Conclusões

Foram apresentados os resultados da simulação do processo ARB do aço inoxidável austenítico do tipo AISI-304 nas temperaturas de 500, 550, 600, 650 e 700°C. O mecanismo de refino de grão atuante nesse aço parece ser a recristalização dinâmica contínua da austenita, como descrito na literatura. A dureza do aço teve um aumento superior a 200HV após processamento a 500°C, um aumento de aproximadamente 141%.

## 9.5 - Referências Bibliográficas

ASME BOILER AND PRESSURE VESSEL CODE, New York. SA-240; Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications. New York, 2007, 12p.

(A) BELYAKOV, A., MIURA, H. and SAKAI, T. Dynamic Recrystallization in Ultra Fine-Grained 304 Stainless Steel. *Scripta Materialia*, v. 43, p. 21-26, 2000.

(B) BELYAVOC, A., SAKAI, T. and MIURA, H. Fine-Grained Formation in Austenitic Stainless Steel Under Multiple Deformation at 0.5Tm. *Materials Transactions JIM*, v. 41, n. 4, p. 476-484, 2000.

BELYAKOV, A., SAKAI, T. and MIURA, H. Microstructure and Deformation Behavior of Submicrocrystalline 304 Stainless Steel Produced by Severe Plastic Deformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 319-321, p. 867-871, 2001.

BELYAKOV, A., TSUSAKI, K., MIURA, H. and SAKAI, T. Effect of Initial Microstructures on Grain Refinement in a Stainless Steel by Large strain Deformation. *Acta Materialia*, v. 51, p. 847-861, 2003.

BERGWERF, R. Ultrafine-Grained Ferritic Steels; A Literature Review to Their Formation, Production and Properties. Delft: Delft University of Technology, Department of Materials Science and Engineering, 2007. 92p.

BOUAZIZ, O., ALLAIN, S., SCOTT, C. P., CUGY, P. and BARBIER, D. High Manganese Austenitic Twinning Induced Plasticity Steels: A Review of the Microstructure Properties Relationships. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, v. 15, p. 141-168, 2011.

BLUM, W. and ZENG, X. H. A Simple Model of Deformation Resistance of Ultrafine-Grained Materials Explaining Hall-Petch Strengthening and Enhanced Strain Rate Sensitivity. *Acta Materialia*, v. 57, p. 1966-1974, 2009.

CALADO, W.R. and BARBOSA, R.A.N.M. Ultra Grain Refinement in a Plain Carbon Steel by Means of Warm Torsion Testing. *ISIJ International*, v. 50. n. 10, p. 1471-1475, 2010.

DEGHAN-MANSHADI, A., BARNETT, M. R. and HODGSON, P. D. Recrystallization in AISI 304 Austenitic Stainless Steel During and After Hot Deformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 485, p. 664-672, 2008.

DI SCHINO, A., SALVATORI, I. and KENNY, J. M. Effects of Martensite Formation and Austenite Reversion on Grain Refining of AISI 304 Stainless Steel. *Journal of Materials Science*, v. 37, p. 4561-4565, 2002.

(A) ESKANDARI, M., NAJAFIZADEH, A. and KERMANPUR, A. Effect of Strain-Induced Martensite on the Formation of Nanocrystalline 316L Stainless Steel After Cold Rolling and Annealing. *Materials Science and Engineering A*, v. 519, p. 46-50, 2009.

(B) ESKANDARI, M., KERMANPUR, A. and NAJAFIZADEH, A. Formation of Nanocrystalline Structure in 301 Stainless Steel Produced by Martensite Treatment. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 40A, p. 2241-2249, 2009.

FOROUZAN, F., NAJAFIZADEH, A., KERMANPUR, A., HEDAYATI, A. and SURKIALIABAD, R. Production of Nano/Submicrom Grained AISI 304L Stainless Steel Through the Martensite Reversion Process. *Materials Science and Engineering A*, V. 527, P. 7334-7339, 2010.

FROMMEYER, G., BRÜX, U. and NEUMANN, P. Supra-Ductile and High-Strength Manganese-TRIP/TWIP Steels for High Energy Absorption Purposes. *ISIJ International*, v. 43, n. 3, p. 438-446, 2003.

GOURDET, S. and MONTHEILLET, F. An Experimental Study of the Recrystallization Mechanism During Hot Deformation of Aluminum. *Materials Science & Engineering A*, v. 283, p. 274-288, 2000.

GOURDET, S. and MONTHEILLET, F. A Model of Continuous Dynamic Recrystallization. *Acta Materialia*, v. 51, p. 2685-2699, 2003.

GRÄSSEL, O., KRÜGER, L., FROMMEYER, G. and MEYER, L. W. High Strength Fe-Mn-(Al-Si) TRIP/TWIP Steels Development – Properties – Application. *International Journal of Plasticity*, v. 16, p. 1391-1409, 2000.

HUANG, C. X., YANG, G., WANG, C., ZHANG, Z. F. and WU, S. D. Mechanical Behaviors of Ultrafine-Grained 301 Austenitic Stainless Steel Produced by Equal-Channel Angular Pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 42A, p. 2061-2071, 2011.

JAFARI, M., NAJAFIZADEH, A. and RASTI, J. Dynamic Recrystallization by Necklace Mechanism During Hot Deformation of 316 Stainless Steel. *International Journal of ISSI*, v. 4, n. 1-2, p. 16-23, 2007.

KARIMI, M., NAJAFIZADEH, A., KERMANPUR, A. and ESKANDARI, M. Effect of Martensite to Austenite Reversion on the Formation of Nano/Submicron Grained AISI 301 Stainless Steel. *Materials Characterization*, v. 60, p. 1220-1223, 2009.

KARJALAINEN, L. P., TAULAVUORI, T., SELLMAN, M. and KYRÖLÄINEN, A. Some Strengthening Methods for Austenitic Stainless Steels. *Steel Research International*, v. 79, n. 6, p. 404-412, 2008.

KIM, J. K., CHEN, L., KIM, H. S., ESTRIN, Y. and COOMAN, B. C. On the Tensile Behavior of High-Manganese Twinning-Induced Plasticity Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 40A, p. 3147-3158, 2009.

KUMAR, B. R., SHARMA, S. and MAHATO, B. Formation of Ultrafine Grained Microstructure in the Austenitic Stainless Steel and its Impact on Tensile Properties. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, p. 2209-2216, 2011.

MOHAMMAD, M., NAJAFIZADEH, A., KERMANPUR, A. and REZAEI, A. Effect of Reversion Annealing on the Formation of Nano/Ultrafine Grained Structure in 201

Austenitic Stainless Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 30, p. 378-381, 2011.

NAKAO, Y. and MIURA, H. Nano-Grain Evolution in Austenitic Stainless Steel During Multi-Directional Forging. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, p. 1310-1317, 2011.

PAVLINA, E.J, VAN TYNE, G.I.V. Correlation of Yield Strength and Tensile Strength With Hardness for Steels. *Journal of Materials Engineering and Performance* v. 17, n. 6, p. 888-893, 2008.

SENUMA, T. Physical Metallurgy of Modern High Strength Steel Sheets. *ISIJ International*, v. 41, n. 6, p. 520-532, 2001.

SHI, J., SUN, X., WANG, M., HUI, W., DONG, H. and CAO, W. Enhanced Work-Hardening Behavior and Mechanical Properties in Ultrafine-Grained Steels With Large-Fractioned Metastable Austenite. *Scripta Materialia*, v. 63, p. 815-818, 2010.

SONG, R., PONGE, D., RAABE, D., SPEER, J. G. and MATLOCK, D. K. Overview of Processing, Microstructure and Mechanical Properties of Ultrafine Grained BCC Steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 441, pp. 1-17, 2006.

TSUJI, N., MATSUBARA, Y. and SAITO Y. Dynamic Recrystallization of Ferrite in Interstitial Free Steel. *Scripta Materialia*, v. 37, n. 4, p. 477-484, 1997.

YOO, C. -S., PARK, Y. -M., JUNG, Y. -S., LEE, Y. -K. Effect of Grain Size on Transformation-Induced Plasticity in an Ultrafine-Grained Metastable Austenitic Steel. *Scripta Materialia*, (2008), doi: 10.1016/j.scriptamat.2008.02.024

## CAPÍTULO 10

### CONCLUSÕES FINAIS

O objetivo inicial do trabalho era utilizar os ensaios de torção a morno para simular o processo de produção de metais de grãos ultrafinos através da deformação plástica severa, especificamente o processo *Acumulative Roll-Bonding*. No desenrolar dos estudos os ensaios de torção a morno aplicando deformação plástica severa se configuraram como um novo processo de produção de metais de grãos ultrafinos.

Foi simulado o processamento ARB em um aço carbono SAE-1010 e SAE-1045 e em um aço inoxidável austenítico do tipo AISI-304. Os ensaios foram realizados nas temperaturas de 500, 550, 600, 650 e 700°C, a uma taxa de deformação constante de  $10^{-1}\text{s}^{-1}$ . Na simulação do processo ARB foi aplicada uma deformação equivalente total de 4,0, com incremento de 0,8 por passe.

As conclusões específicas desse estudo são:

- a) O tamanho médio de grão mínimo alcançado no aço SAE-1010 é de aproximadamente 0,4 $\mu\text{m}$  e 0,3 $\mu\text{m}$  no aço SAE-1045 para processamento na temperatura de 500°C;
- b) A microestrutura dos aços após processamento consiste de grãos alongados e alinhados na direção de deformação, semelhante às microestruturas obtidas em metais processados através do processo ARB;
- c) O tamanho médio de grão ferrítico é adequadamente modelado pela equação de Hall-Petch;
- d) O refino de grão no aço SAE-1010 e SAE-1045 é atribuído a recuperação dinâmica e a recristalização dinâmica contínua da ferrita;

- e) As partículas de cementita parecem contribuir para um menor tamanho de grão através do aumento da densidade de deslocações geometricamente necessárias;
- f) A resistência a indentação (dureza) dos aços aumenta consideravelmente após o refino de grão. Há evidências que também ocorre um aumento considerável do limite de escoamento e de resistência, bem como a presença de encruamento após refino de grão;
- g) Existe uma deformação crítica a partir da qual os mecanismos de refino de grão se tornam efetivos. No caso do aço SAE-1010 estudado aqui essa deformação é de aproximadamente 2,4 e no caso do aço SAE-1045 de apenas 0,8. A deformação crítica reduz com a elevação do teor de carbono;
- h) Existe uma deformação máxima a partir da qual deixa de ocorrer refino de grão (deformação de saturamento), ou seja, o tamanho de grão se torna constante mesmo aumentando a deformação equivalente total. Essa deformação é de aproximadamente 3,0 para o aço SAE-1010 e 1,8 para o aço SAE-1045. A deformação de saturamento também reduz com o aumento do teor de carbono. Também há uma deformação máxima a partir da qual as propriedades mecânicas se tornam constantes, parece não haver relação dessa deformação com a deformação de saturamento;
- i) Os resultados experimentais podem ser qualitativamente analisados e explicados em termos do modelo de Kocks-Mecking para a dependência da densidade média de deslocações com a deformação total acumulada;
- j) O aumento da temperatura de processamento provoca o aumento do tamanho médio de grão ferrítico e queda da dureza nos aços SAE-1010 e SAE-1045;
- k) Parece haver uma temperatura de transição entre 550 e 600°C onde há uma mudança dos mecanismos de refino de grão. Nas temperaturas abaixo de 550°C o refino de grão parece ser governado principalmente pela recuperação dinâmica da ferrita e acima de 600°C o refino de grão parece ser governado pela recristalização dinâmica contínua da ferrita;

- l) Uma maior fração de partículas de cementita contribui para um menor tamanho médio de grão com a elevação da temperatura de deformação;
- m) Da mesma forma como nos aços carbono SAE-1010 e SAE-1045, o mecanismo de refino de grão atuante no aço inoxidável austenítico AISI-304 parece ser a recristalização dinâmica contínua da austenita. A dureza desse aço teve um aumento superior a 200HV após processamento a 500°C, um aumento de aproximadamente 141%;
- n) Os ensaios de torção a morno se mostraram eficientes ferramentas na simulação do processo ARB;
- o) Os ensaios de torção a morno aplicando deformação plástica severa constituem uma nova técnica de produção de metais de grãos ultrafinos que proporciona um controle preciso de temperatura, dos ciclos de aquecimento e resfriamento, da velocidade de deformação bem como intervalo entre deformações.

## **CAPÍTULO 11**

### **CONTRIBUIÇÕES ORIGINAIS AO CONHECIMENTO**

A simulação do processo ARB através de ensaios de torção contribuiu para a geração de novos conhecimentos no estudo do aumento da resistência mecânica de materiais metálicos em termos de:

- a) Estabelecimento da torção como uma ferramenta eficiente na simulação do processo ARB, o que pode facilitar o estudo de materiais que apresentam dificuldade de processamento em laminadores de bancada;
- b) Estabelecimento da torção como um novo método de ultra-refino de grão;
- c) Possibilidade de estudar o refino de grão em variados metais e ligas com ensaios de torção severa, de forma mais dinâmica e precisa;

## CAPÍTULO 12

### SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Continuar o estudo do refino de grão nos aços SAE-1010 e SAE-1045 através de análises de solda EBSD. As imagens de EBSD são importantes pois permitiriam estimar a variação da fração de contornos de baixo e alto ângulo com a deformação equivalente acumulada.
- Utilizar corpos de prova de torção após simulação do processo ARB em ensaios de tração visando avaliar as propriedades mecânicas. É esperado que o aço com maior concentração de carbono apresente melhor ductilidade e que os dois aços apresentam ductilidade satisfatórias devido a presença de partículas de cementita dispersas na matriz ferrítica.
- Deformar o aço inoxidável austenítico AISI-304 na temperatura ambiente para induzir a formação martensita, em seguida realizar recozimento para formar austenita por reversão de fase e conseqüentemente obter uma microestrutura com grãos ultrafinos.
- Deformar o aço inoxidável austenítico AISI-304 na temperatura de 500°C para refinar o grão, deformar a temperatura ambiente para formar martensita induzida por deformação e recozer para induzir a martensita se transformar em austenita por reversão de fases.
- Avaliar a dureza do aço AISI-304 com o grau de deformação acumulada.
- Fazer análises em EBSD do aço AISI-304 em função da temperatura de deformação e do grau de deformação acumulada.
- Utilizar os corpos de prova de torção do aço AISI-304 (processados) para ensaios de tração.

## CAPÍTULO 13

### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS GERAL

- ABDOLLAH *et al.* (2007) ABDOLLAH, A. Z. and EGHBALI, B. Mechanism of Ferrite Grain Refinement During Warm Deformation of a Low Carbon Nb-Microalloyed Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 457, pp. 219-225, 2007.
- APPS *et al.* (2003) APPS, P. J., BOWEN, J.R. and PRANGNELL, P.B. The Effect of Second-Phase Particles on the Rate of Grain Refinement During Severe Deformation Processing. *Acta Materialia*, v. 51, p. 2811-2822, 2003.
- ASTM INTERNATIONAL (2002) ASTM INTERNATIONAL, USA. *ASTM DS67A*; Handbook of Comparative World Steel Standards. Baltimore, 2002. 660p.
- ASME BOILER AND PRESSURE VESSEL CODE (2007) ASME BOILER AND PRESSURE VESSEL CODE, New York. *SA-240*; Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications. New York, 2007, 12p.
- AZEVEDO *et al.* (2005) AZEVEDO, G., BARBOSA, R., PERELOMA, E. V. and SANTOS, D. B. Development of an Ultrafine Grained Ferrite in a Low C-Mn and Nb-Ti Microalloyed Steels After Warm and Intercritical Annealing. *Materials Science and Engineering A*, v. 402 pp. 98-108, 2005.

- AZUSHIMA *et al.* (2008) AZUSHIMA, A., KOPP, R., KORHONEN, A., YANG, D.Y., MICARI, F., LAHOTI, G.D., GROCHE, P., YANAGIMOTO, J., TSUJI, N., ROSOCHOWSKI, A. and YANAGIDA, A. Severe Plastic Deformation (SPD) Processes for Metals. *Manufacturing Technology*, v. 57, p. 716-735, 2008.
- BELADI *et al.* (2004A) BELADI, H., KELLY, G.L., SHOKOUHI, A. and HODGSON P.D. The Evolution of Ultrafine Ferrite Formation Through Dynamic Strain-Induced Transformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 371, p. 343-352, 2004.
- BELADI *et al.* (2004B) BELADI, H., KELLY, G.L., SHOKOUHI, A. and HODGSON, P.D. Effect of Thermomechanical Parameters on the Critical Strain for Ultrafine Ferrite Formation Through Hot Torsion Testing. *Materials Science and Engineering A*, v. 367, p. 152-161, 2004.
- BELYAKOV *et al.* (2001) BELYAKOV, A., SAKAI, T. and MIURA, H. Microstructure and Deformation Behavior of Submicrocrystalline 304 Stainless Steel Produced by Severe Plastic Deformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 319-321, p. 867-871, 2001.
- BELYAKOV *et al.* (2003) BELYAKOV, A., TSUSAKI, K., MIURA, H. and SAKAI, T. Effect of Initial Microstructures on Grain Refinement in a Stainless Steel by Large strain Deformation. *Acta Materialia*, v. 51, p. 847-861, 2003.
- BELYAKOV *et al.* (2004) BELYAKOV, A., MIURA, H. and SAKAI, T. Dynamic Recrystallization in Ultra Fine-Grained 304 Stainless Steel. *Scripta Materialia*, v. 43, p. 21-26, 2000.

- BELYAKOV *et al.* (2004) BELYAKOV, A., SAKAI, T. and MIURA, H. Fine-Grained Formation in Austenitic Stainless Steel Under Multiple Deformation at 0.5Tm. *Materials Transactions JIM*, v. 41, n. 4, p. 476-484, 2000.
- BERGWERF (2007) BERGWERF, R. *Ultrafine-Grained Ferritic Steels; A Literature Review to Their Formation, Production and Properties*. Delft: Delft University of Technology, Department of Materials Science and Engineering, 2007. 92p.
- BHADESHIA and HONEYCOMBE (2006) BHADESHIA, H.K.D.H., HONEYCOMBE, R.W.K. *Steels: Microstructure and Properties*. Third ed. Oxford: Butterworth-Heinemann Elsevier, 2006. 344p.
- BLUM *et al.* (1996) BLUM, W., ZHU, Q., MERKEL, R. and MCQUEEN, H.J. Geometric Dynamic Recrystallization in Hot Torsion of Al-5Mg-0.6Mn (AA5083). *Materials Science & Engineering A*, v. 205, p. 23-30, 1996.
- BLUM and ZENG (2009) BLUM, W. and ZENG, X. H. A Simple Model of Deformation Resistance of Ultrafine-Grained Materials Explaining Hall-Petch Strengthening and Enhanced Strain Rate Sensitivity. *Acta Materialia*, v. 57, p. 1966-1974, 2009.
- BOUAZIZ *et al.* (2011) BOUAZIZ, O., ALLAIN, S., SCOTT, C. P., CUGY, P. and BARBIER, D. High Manganese Austenitic Twinning Induced Plasticity Steels: A Review of the Microstructure Properties Relationships. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, v. 15, p. 141-168, 2011.

- CAHOON *et al.* (1971) CAHOON, J.R., BROUGHTON, W.H. and KUTZAK A.R. The Determination of Yield Strength From Hardness Measurements. *Metall. Trans.*, v. 2, p. 1979-1983, 1971.
- CAHOON (1972) CAHOON, J.R. An Improved Equation Relating Hardness to Ultimate Strength. *Metall. Trans.*, v. 3, p. 3040, 1972.
- CAHN and HAASEN (1996) CAHN, R. W. and HAASEN P. *Physical Metallurgy*, 4.ed. Amsterdam: North-Holland, 1996, 3v.
- CALADO *et al.* (2010) CALADO, W.R. and BARBOSA, R.A.N.M. Ultra Grain Refinement in a Plain Carbon Steel by Means of Warm Torsion Testing. *ISIJ International*, v. 50. n. 10, p. 1471-1475, 2010.
- CHATTOPADHYAY and SELLARS(1982) CHATTOPADHYAY, S. and SELLARS, C.M. Kinetics of Pearlite Spheroidisation During Static Annealing and During Hot Deformation. *Acta Metallurgica*, v. 30, p. 157-170, 1982.
- CHERUKURI *et al.* (2005) CHERUKURI, B., NEDKOVA, T. S., SRINIVASAN, R. A Comparison of the Properties of SPD-Processed AA 6061 by Equal-Channel Angular Pressing, Multi-Axial Compressions/Forgings and Accumulative Roll Bonding. *Materials Science and Engineering A*, v. 410-411, pp. 394-397, 2005.
- CHO *et al.* (2001) CHO, S. H., KANG, K. B. and JONAS, J. J. The Dynamic, Static and Metadynamic Recrystallization of a Nb-Microalloyed Steel. *ISIJ International*, v. 41, pp. 63-69, 2001.

- COSTA *et al.* (2005) COSTA, A. L. M., REIS, A. C. C., KESTENS, L. and ANDRADE, M. S. Ultra Grain Refinement and Hardening of IF-Steel During Accumulative Roll-Bonding. *Materials Science & Engineering A*, v. 406, p. 279-285, 2005.
- DENGHAN-MANSHADI *et al.* (2008) DEHGHAN-MANSHADI, A., BARNETT, M. R. and HODGSON, P. D. Recrystallization in AISI 304 Austenitic Stainless Steel During and After Hot Deformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 485, p. 664-672, 2008.
- DIETER (1986) DIETER, G.E. *Mechanical Metallurgy*. 3.ed. Boston: McGraw-Hill, 1986. 751p. Materials Science and Engineering Series.
- DINI *et al.* (2010) DINI, G., NAJAFIZADEH, A., UEJI, R. MONIR-VAGHEFI, S. M. Improved Tensile Properties of Partially Recrystallized Submicron Grained TWIP Steel. *Materials Letters*, v. 64, p. 15-18, 2010.
- DI SCHINO *et al.* (2002) DI SCHINO, A., SALVATORI, I. and KENNY, J. M. Effects of Martensite Formation and Austenite Reversion on Grain Refining of AISI 304 Stainless Steel. *Journal of Materials Science*, v. 37, p. 4561-4565, 2002.
- DOERTY *et al.* (1997) DOERTY, R. D., HUGHES, D. A., HUMPHREYS, F. J., JONAS, J. J., JENSEM JUUL, D., KASSNER, M. E., KING, W. E., MCNELLEY, T. R., MCQUEEN, H. J. and ROLLETT, A. D. Current Issues in Recrystallization: a review. *Materials Science and Engineering A*, v. 238, p. 219-274, 1997.

- DONGSHENG *et al.* (1997) DONGSHENG, S., MUSEN, L., YOUNG, Z. RUI, Y. and FENGZHAO. L. A Model for Dynamic Recovery of BCC Structure. *Chinese Science Bulletin*, v. 42, n. 14, p. 1211-1215, 1997.
- EGHBALI (2007) EGHBALI, B. EBSD Study on the Formation of Fine Ferrite Grains in Plain Carbon Steel During Warm Deformation. *Materials Letters*, v. 61, pp. 4006-4010, 2007.
- EGHBALI *et al.* (2007) EGHBALI, B., ABDOLLAH, A. Z. and HODGSON, P. D. Dynamic Softening of Ferrite During Large Strain Warm Deformation of a Plain-Carbon Steel. *Materials Science & Engineering A*, v. 462, pp. 259-263, 2007.
- EGHBALI (2010) EGHBALI, B. Effect of Strain Rate on Microstructural Development Through Continuous Dynamic Recrystallization in a Microalloyed Steel. *Materials Science & Engineering A*, v. 527, p. 3402-3406, 2010.
- EIZDJOU *et al.* (2009) EIZADJOU, M., MANESH, H.D. and JANGHORBAN, K. Microstructure and Mechanical Properties of Ultra-fine Grains (UFGs) Aluminum Strips Produced by ARB Process. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 474, p. 406-415, 2009.
- ESKANDARI *et al.* (2009) ESKANDARI, M., NAJAFIZADEH, A. and KERMANPUR, A. Effect of Strain-Induced Martensite on the Formation of Nanocrystalline 316L Stainless Steel After Cold Rolling and Annealing. *Materials Science and Engineering A*, v. 519, p. 46-50, 2009.

- ESKANDARI *et al.* (2009) ESKANDARI, M., KERMANPUR, A. and NAJAFIZADEH, A. Formation of Nanocrystalline Structure in 301 Stainless Steel Produced by Martensite Treatment. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 40A, p. 2241-2249, 2009.
- DJAVANROODI  
*et al.* (2010) DJAVANROODI, F. and EBRAHIMI M. Effect of Die Parameters and Material Properties in ECAP With Parallel Channels. *Materials Science and Engineering A*, v. 527, p. 7593-7599, 2010.
- FIGUEIREDO *et al.* (2010) FIGUEIREDO, R.B., LANGDON, T.G. Grain Refinement and Mechanical Behavior of Magnesium Alloy Processed by ECAP. *Journal of Materials Science*, v. 45, p. 4827-4836, 2010.
- FOROUZAN *et al.* (2010) FOROUZAN, F., NAJAFIZADEH, A., KERMANPUR, A., HEDAYATI, A. and SURKIALIABAD, R. Production of Nano/Submicrom Grained AISI 304L Stainless Steel Through the Martensite Reversion Process. *Materials Science and Engineering A*, V. 527, P. 7334-7339, 2010.
- FROMMEYER *et al.* (2003) FROMMEYER, G., BRÜX, U. and NEUMANN, P. Supra-Ductile and High-Strength Manganese-TRIP/TWIP Steels for High Energy Absorption Purposes. *ISIJ International*, v. 43, n. 3, p. 438-446, 2003.
- FUKUDA *et al.* (2002) FUKUDA, Y., OH-ISHI K., HORITA Z. and LANGDON T. G. Processing of a Low-Carbon Steel by Equal-Channel Angular Pressing. *Acta Materialia*, v. 50, pp. 1359-1368, 2002.

- GHOLINA *et al.* (2002) GHOLINIA, A., HUMPHREYS, F.J. and PRANGNELL, P.B. Production of Ultra-fine Grain Microstructures in Al-Mg Alloys by Conventional Rolling. *Acta Materialia*, v. 50, p. 4461-4476, 2002.
- GOURDET and  
MONTHEILLET (2000) GOURDET, S. and MONTHEILLET, F. An Experimental Study of the Recrystallization Mechanism During Hot Deformation of Aluminum. *Materials Science and Engineering A*, v. 283, p. 274-288, 2000.
- GOURDET and  
MONTHEILLET (2003) GOURDET, S. and MONTHEILLET, F. A Model of Continuous Dynamic Recrystallization. *Acta Materialia*, v. 51, p. 2685-2699, 2003.
- GRÄSSEL *et al.* (2000) GRÄSSEL, O., KRÜGER, L., FROMMEYER, G. and MEYER, L. W. High Strength Fe-Mn-(Al-Si) TRIP/TWIP Steels Development – Properties – Application. *International Journal of Plasticity*, v. 16, p. 1391-1409, 2000.
- HALL (1951) HALL, E.O. The deformation and Aging of Mild Steel. *Proc. Phys. Soc. London*, v. 64, p. 747, 1951.
- HAN and YUE (2003) HAN, B. Q. and YUE, S. Processing of Ultrafine Ferrite Steels. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 136, pp. 100-104, 2003
- HANSEN *et al.* (2004) HANSEN, N., HU *et al.* (2005) ANG. X., UEJI, R. and TSUJI, N. Structure and Strength After Large Strain Deformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 387-389, p. 191-194, 2004.

- HAUSEROVÁ *et al.* (2011) HAUSEROVÁ , D., DLOUHÝ, J., NOVÝ, Z., ZRNÍK, J. and DUCHEK, M. Foming of C45 Steel at Critical Temperature. *Engineering Procedia*, v. 10, p. 2955-2960, 2011.
- HE *et al.* (2012) HE, T., XIONG, Y., REN, F., GUO, Z. and VOLINSKY, A.A. Microstructure of Ultra-Fine Grained High Carbon Steel Prepared by Equal Channel Angular Pressing. *Materials Science and Engineering A*, v. 535, p. 306-310, 2012.
- HEMSHALL *et al.* (1992) HENSHALL, G. A., KASSNER, M. E. and MCQUEEN, H. J. Dynamic Restoration Mechanisms in Al-5.8 At. Pct Mg Deformed to Large Strains in the Solute Drag Regime. *Metallurgical Transactions A*, v. 23A, p. 881-889, 1992.
- HICKSON *et al.* (2002) HICKSON, M.R., HURLEY, P.J., GIBBS, R.K., KELLY, G.L. and HODGSON, P.D. The Production of Ultrafine Ferrite in Low-Carbon Steel by Strain-Induced Transformation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 33A, p. 1019-1026, 2002.
- HOSEINI *et al.* (2008) HOSEINI, M., MERATIAN, M., TOGOROGHINEJAD, M.R. and SZPUNAR J.A. Texture Contribution in Grain Refinement Effectiveness of Different Routes During ECAP. *Materials Science and Engineering A*, v. 497, p. 87-92, 2008.
- HUANG *et al.* (2003) HUANG, C. X, TSUJI, N., HANSEN, N. and MINAMINO Y. Microstructural Evolution During Accumulative Roll-Bonding of Commercial Purity Aluminum. *Materials Science and Engineering A*, v. 340, p. 265-271, 2003.

- HUANG *et al.* (2011) HUANG, C. X., YANG, G., WANG, C., ZHANG, Z. F. and WU, S. D. Mechanical Behaviors of Ultrafine-Grained 301 Austenitic Stainless Steel Produced by Equal-Channel Angular Pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 42A, p. 2061-2071, 2011.
- HUNG *et al.* (2005) HUNG, P. C., SUN, P. L., YU, C. Y., KAO, P. W. and CHANG, C. P. Inhomogenous Tensile Deformation in Ultrafine-Grained Aluminum. *Scripta Materialia*, v. 53, p. 647-652, 2005.
- HURLEY *et al.* (2002) HURLEY, P.J., MUDDLE, B.C. and HODGSON P.D. The Production of Ultrafine Ferrite during Hot Torsion Testing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 33A, p. 2985-2993, 2002.
- JAFARI *et al.* (2007) JAFARI, M., NAJAFIZADEH, A. and RASTI, J. Dynamic Recrystallization by Necklace Mechanism During Hot Deformation of 316 Stainless Steel. *International Journal of ISSI*, v. 4, n. 1-2, p. 16-23, 2007.
- JAZAERI *et al.* (2004) JAZAERI, H. and HUMPHREYS, F.J. The Transition from Discontinuous to Continuous Recrystallization in some Aluminium Alloys I – The Deformed State. *Acta Materialia*, v. 52, p. 3239-3250, 2004.
- JAZAERI *et al.* (2004) JAZAERI, H. and HUMPHREYS, F.J. The Transition from Discontinuous to Continuous Recrystallization in some Aluminium Alloys II – Annealing Behaviour. *Acta Materialia*, v. 52, p. 3251-3262, 2004.
- ISHI *et al.* (2005) ISHI, K.-O., ZHILYAEV, A.P. and MCNELLEY, T.R. Effect of Strain Path on Evolution of Deformation Bands During ECAP of Pure Aluminum. *Materials Science and Engineering A*, v. 410-411, p. 183-187, 2005.

IVANISENKO

et al. (2003)

IVANISENKO, Y., LOJKOWSKI, W., VALIEV, R. Z., FECHT, H.-J. The Mechanism of Formation of Nanostructure and Dissolution of Cementite in a Pearlitic Steel During High Pressure Torsion. *Acta Materialia*, v. 51, pp. 5555-5570, 2003.

KAIBYSHEV

et al. (2005)

KAIBYSHEV, R., SHIPILOVA, K, MUSIN, F. and MOTOHASHI Y. Continuous Dynamic Recrystallization in an Al-Li-Mg-Sc alloy During Equal-Channel Angular Extrusion. *Materials Science and Engineering A*, v. 396, p. 341-3451, 2005.

KAMIKAWA et al. (2007)

KAMIKAWA, N., SAKAI, T. and TSUJI, N. Effect of Redundant Shear Strain on Microstructure and Texture Evolution During Accumulative Roll-Bonding in ultralow Carbon IF Steel. *Acta Materialia*, v. 55, 5873-5888, 2007.

KARIMI et al. (2009)

KARIMI, M., NAJAFIZADEH, A., KERMANPUR, A. and ESKANDARI, M. Effect of Martensite to Austenite Reversion on the Formation of Nano/Submicron Grained AISI 301 Stainless Steel. *Materials Characterization*, v. 60, p. 1220-1223, 2009.

KARJALAINEN

et al. (2008)

KARJALAINEN, L. P., TAULAVUORI, T., SELLMAN, M. and KYRÖLÄINEN, A. Some Strengthening Methods for Austenitic Stainless Steels. *Steel Research International*, v. 79, n. 6, p. 404-412, 2008.

- KIM *et al.* (2009) KIM, J. K., CHEN, L., KIM, H. S., ESTRIN, Y. and COOMAN, B. C. On the Tensile Behavior of High-Manganese Twinning-Induced Plasticity Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 40A, p. 3147-3158, 2009.
- KOCK (2003) KOCK, CC. Optimization of Strength and Ductility in Nanocrystalline and Ultrafine Grained Metals. *Scripta Materialia*, v. 49, p. 657-662, 2003.
- KOCKS and MECKING (2003) KOCKS, U.F. and MECKING H. Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. *Progress in Materials Science*, v. 48, p. 171-273, 2003.
- KOLAHİ *et al.* (2009) KOLAHİ, A., AKBARZADEH, A. and BARNETT M.R. Electron Back Scattered Diffraction (EBSD) Characterization of Warm Rolled and Accumulative Roll Bonding (ARB) Processed Ferrite. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 209, p. 1436-1444, 2009.
- KRALLICS and LENARD (2004) KRALLICS, G. and LENARD, J. G. An examination of the Accumulative Roll-Bonding Process. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 152, p. 154-161, 2004.
- KRAUSS (2005) KRAUSS, G. *Steel; processing, structure and performance*. 2005ed. Ohio: ASM International, 2005. 602p.
- KUMAR *et al.* (2011) KUMAR, B. R., SHARMA, S. and MAHATO, B. Formation of Ultrafine Grained Microstructure in the Austenitic Stainless Steel and its Impact on Tensile Properties. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, p. 2209-2216, 2011.

- KWAN *et al.* (2008) KWAN, C., WANG, Z. and KANG S.-B. Mechanical Behavior And Microstructural Evolution Upon Annealing of The Accumulative Roll-Bonding (ARB) Processed Al Alloy 1100. *Materials Science and Engineering A*, v. 480, p. 148-159, 2008.
- LEE *et al.* (2002) LEE, S. H., SAITO, Y., TSUJI, N., UTSUNOMIYA, H. and SAKAI, T. Role of Shear Strain in Ultragrain Refinement by Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. *Scripta Materialia*, v. 46, p. 281-285, 2002.
- LI *et al.* (2006) LI, B. L., TSUJI, N. and KAMIKAWA, N. Microstructure Homogeneity in Various Metallic Materials Heavily Deformed by Accumulative Roll-Bonding. *Materials Science & Engineering A*, v. 423, p. 331-342, 2006.
- MCQUEEN (2004) MCQUEEN, H. J. Development of Dynamic Recrystallization Theory. *Materials Science and Engineering A*, v. 387-389, p. 203-208, 2004.
- MCQUEEN and KASSNER (2004) MCQUEEN, H. J. and KASSNER, M. E. Comments on 'a model of continuous dynamic Recrystallization' proposed for aluminum. *Scripta Materialia*, v. 51, p. 461-465, 2004.
- MEYERS and CHAWLA (2009) MEYERS, M.A. and CHAWLA, K.K. *Mechanical Behavior of Materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 2009.
- MOHAMMAD *et al.* (2011) MOHAMMAD, M., NAJAFIZADEH, A., KERMANPUR, A. and REZAEI, A. Effect of Reversion Annealing on the Formation of Nano/Ultrafine Grained Structure in 201 Austenitic Stainless Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 30, p. 378-381, 2011.

- MZURINA *et al.* (2008) MAZURINA, I., SAKAI, T., MIURA, H., SITDIKOV, O. and KAIBYSHEV, R. Grain Refinement in Aluminum Alloy 2219 During ECAP at 250C. *Materials Science and Engineering A*, v. 473, p. 297-305, 2008.
- NAGAI (2001) NAGAI, K. Ultrafine Grained Steel With Dispersed Cementite Particles. *Journal of Materials Science Technology*, v. 117, p. 329-332, 2001.
- NAJAFI-ZADEH *et al.* (1992) NAJAFI-ZADEH, A., JONAS, J. J. and YUE S. Grain Refinement by Dynamic Recrystallization During the Simulated Warm-Rolling of Interstitial Free Steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 23A, p. 2607-2617, 1992.
- NAKAO and MIURA (2011) NAKAO, Y. and MIURA, H. Nano-Grain Evolution in Austenitic Stainless Steel During Multi-Directional Forging. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, p. 1310-1317, 2011.
- NAM and BAE (1999) NAM, W.J. and BAE, C.M. Coarsening Behavior of Cementite Particles at a Subcritical Temperature in a Medium Carbon Steel. *Scripta Materialia*, v. 41, n. 3, p. 313-318, 1999.
- NARAYANA MURTY *et al.* (2005) NARAYANA MURTY, S.V.S., TORIZUKA, S., NAGAI, K., KITAI, T. and KOGO, Y. Dynamic Recrystallization of Ferrite During Warm Deformation of Ultrafine Grained Ultra-Low Carbon Steel. *Scripta Materialia*, v. 53, p. 763-768, 2005.

NARAYANA

and TORIZUKA (2008)

NARAYANA MURTY, S. V. S. and TORIZUKA, S. Microstructure-Mechanical Properties Correlation in Ultrafine Grained Steels Processed by Large Strain Warm Deformation. *ISIJ International*, v. 48, n. 8, pp. 1088-1095, 2008.

OHMORI *et al.* (2004)

OHMORI, A., TORIZUKA, S. and NAGAI, K. Strain-Hardening due do Dispersed Cementite for Low Carbon Ultrafine-Grained Steels. *ISIJ International*, v. 44, n. 6, p. 1063-1071, 2004.

OKITSU *et al.* (2009)

OKITSU, Y., TAKATA, N. and TSUJI, N. A New Route to Fabricate Ultrafine-Grained Structures in Carbon Steels Without Severe Plastic Deformation. *Scripta Materialia*, v. 60, pp. 76-79, 2009.

PRANGNELL *et al.* (2004)

PRANGNELL, P.B., HAYES, J.S., BOWEN, J.R., APPS, P.J. and BATE, P. S. Continuous Recrystallization of Lamellar Deformation Structures Produced by Severe Deformation. *Acta Materialia*, v. 52, p. 3193-3206, 2004.

PARK *et al.* (2000)

PARK, K.-T., KIM, Y.-S., LEE, J. G. and SHIN, D. H. Thermal Stability and Mechanical Properties of Ultrafine Grained Low Carbon Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 293, pp. 165-172, 2000.

PAVLINA and

TINE (2008)

PAVLINA, E.J, VAN TYNE, G.I.V. Correlation of Yield Strength and Tensile Strength With Hardness for Steels. *Journal of Materials Engineering and Performance* v. 17, n. 6, p. 888-893, 2008.

- PETCH (1953) PETCH, N. J. The Cleavage Strength of Crystals. *Journal of Iron and Steel Institute*, v. 174, p. 25, 1953.
- PICKERING (1978) PICKERING, F. B. *Physical Metallurgy and the Design of Steels*. London: Applied Science Publishers, 1978.
- PIRGAZI *et al.* (2008) PIRGAZI, H., AKBARZADEH, A., PETROV, R. and KESTENS L. Microstructure Evolution and Mechanical Properties of AA1100 Aluminum Sheet Processed by Accumulative Roll Bonding. *Materials Science and Engineering A*, v. 497, p. 132-138, 2008.
- SAE INTERNATIONAL (2001) SAE INTERNATIONAL. J403; chemical compositions of SAE carbon steels. 2001, 9p.
- SAITO *et al.* (1998) SAITO, Y., TSUJI, N., UTSUNOMIYA, H., SAKAI, T. and HONG, R.G. Ultra-Fine Grained Bulk Aluminum Produced By Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. *Scripta Materialia*, v. 39, n. 9, p. 1221-1227, 1998.
- SAITO *et al.* (1999) SAITO, Y., UTSUNOMIYA H., TSUJI, N. and 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.
- SEGAL (1999) SEGAL, V. M. Equal Channel Angular Extrusion: From Macromechanics to Structure Formation. *Materials Science and Engineering A*, v. 271, pp. 322-333, 1999.
- SENUMA (2001) SENUMA, T. Physical Metallurgy of Modern High Strength Steel Sheets. *ISIJ International*, v. 41, n. 6, p. 520-532, 2001.

- SHAARBAF and TOROGHINEJAD (2008) SHAARBAF, M. and TOROGHINEJAD, M.R. Nano-Grained Copper Strip Produced by Accumulative Roll Bonding Process. *Materials Science and Engineering A*, v. 473, p. 28-33, 2008.
- SHI *et al.* (2010) SHI, J., SUN, X., WANG, M., HUI, W., DONG, H. and CAO, W. Enhanced Work-Hardening Behavior and Mechanical Properties in Ultrafine-Grained Steels With Large-Fractioned Metastable Austenite. *Scripta Materialia*, v. 63, p. 815-818, 2010.
- SHIN *et al.* (2001) SHIN, D. H., KIM, I., KIM, J. and PARK, K. T. Grain Refinement Mechanism During Equal-Channel Angular Pressing of a Low-Carbon Steel. *Acta Materialia*, v. 49, pp. 1285-1292, 2001.
- SHIN *et al.* (2002) SHIN, D.H., PARK, J.-J., CHANG, S.Y., LEE, Y.-K. and PARK, K.-T. Ultrafine Grained Low Carbon Steel Fabricated by Equal Channel Angular Pressing: Microstructures and Tensile Properties. *ISIJ International*, v. 42, n. 12, p. 1490-1496, 2002.
- SHIN and PARK (2005) SHIN, D.H and PARK, K.T. Ultrafine Grained Steels Processed by Equal Channel Angular Pressing. *Materials Science and Engineering A*, v. 410-411, p. 299-302, 2005.
- SKOBIR (2011) SKOBIR, D.A. High-Strength Low-Alloy (HSLA) Steels. *Materials and technology*, v. 45, n. 4, p. 295-301, 2011.
- SONG *et al.* (2005) SONG, R., PONGE, D., RAABE, D. and KASPAR, R. Microstructure and Crystallographic Texture of an Ultrafine Grained C-Mn Steel and their Evolution During

- Warm Deformation and Annealing. *Acta Materialia*, v. 53, pp. 845-858, 2005.
- SONG *et al.* (2005) SONG, R., PONGE, D. and RAABE, D. Influence of Mn Content on the Microstructure and Mechanical Properties of Ultrafine Grained C-Mn Steel. *ISIJ International*, v. 45, n. 11, pp. 1721-1726, 2005.
- SONG *et al.* (2005) SONG, R., PONGE, D. and RAABE, D. Improvement of the Work Hardening Rate of Ultrafine Grained steels Through Second Phase Particles. *Scripta Materialia*, v. 52, p. 1075-1080, 2005.
- SONG *et al.* (2005) SONG, R., PONGE, D. and RAABE, D. Mechanical Properties of an Ultrafine Grained C-Mn Steel Processed by Warm Deformation and Annealing. *Acta Materialia*, v. 53, pp. 4881-4892, 2005.
- SONG *et al.* (2006) SONG, R., PONGE, D., RAABE, D., SPEER, J. G. and MATLOCK, D. K. Overview of Processing, Microstructure and Mechanical Properties of Ultrafine Grained BCC Steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 441, pp. 1-17, 2006.
- STEEL HEAT  
TREATMENT AND  
HANDBOOK (2006) STEEL HEAT TREATMENT HANDBOOK; steel heat treatment, metallurgy and technologies. Edited by TOTTEN, G. E. Taylor & Francis Group, London, 2006, 820p.
- SUN and  
HAWBOLT (1997) SUN, W.P. and HAWBOLT, E.B. Comparison Between Static and Metadynamic Recrystallization – An Application to the Hot Rolling of Steels. *ISIJ International*, v. 37, n. 10, p. 1000-1009, 1997.

- TABOR (1947) TABOR, D. A simple Theory of Static and Dynamic Hardness. *Proc. Roy. Society Series A*, v. 192, p. 247-274, 1947.
- TABOR (1951) TABOR, D. The Hardness and Strength of Metals. *J. Inst. Met.*, v. 79, p. 1-18, 1951.
- TAKATA *et al.* (2009) TAKATA, N., OHTAKE, Y., KITA, K., KITAGAWA, K. and TSUJI, N. Increasing the ductility of ultrafine-grained copper alloy by introducing fine precipitates. *Scripta Materialia*, v. 60, p. 590-593, 2009.
- TAKATA *et al.* (2009) TAKATA, N., LEE, S.-H. and TSUJI, N. Ultrafine Grained Copper Alloy Sheets Having Both High Strength and High Electric Conductivity. *Materials Letters*, v. 63, p. 1757-1760, 2009.
- THEODORE and LOWE (2000) THEODORE *et al.* (2000) THEODORE, Y. and LOWE, T. C. Observations and Issues on Mechanisms of Grain Refinement During ECAP Process. *Materials Science and Engineering A*, v. 291, pp. 46-53, 2000.
- TORIZUKA *et al.* (2006) TORIZUKA, S., MURAMATSU, E., NARAYANA MURTY, S.V.S. and NAGAI, K. Microstructure Evolution and Strength-Reduction in Area Balance of Ultrafine-Grained Steels Processed by Warm Caliber Rolling. *Scripta Materialia*, v. 55, p. 751-754, 2006.
- TSUCHIDA *et al.* (2008) TSUCHIDA, N., MASUDA, H., HARADA, Y., FUKAURA, K., TOMOTA Y. and NAGAI, K. Effect of Ferrite Grain Size on Tensile Deformation Behavior of a Ferrite-Cementite Low Carbon Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 488, pp. 446-452, 2008.

- TSUJI *et al.* (1997) TSUJI, N., MATSUBARA, Y. and SAITO Y. Dynamic Recrystallization of Ferrite in Interstitial Free Steel. *Scripta Materialia*, v. 37, n. 4, p. 477-484, 1997.
- TSUJI *et al.* (1999) TSUJI, N., SAITO, Y., UTSUNOMIYA, H. and TANIGAWA, S. Ultra-Fine Grained Bulk Steel Produced By Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. *Scripta Materialia*, v. 40, n. 7, p. 795-800, 1999.
- TSUJI *et al.* (2002) TSUJI, N., ITO, Y., SAITO, Y. and MINAMINO Y. Strength and Ductility of Ultrafine Grained Aluminum and Iron Produced by ARB and Annealing. *Scripta Materialia*, v. 47, pp. 893-899, 2002.
- TSUJI *et al.* (2002) TSUJI, N., UEJI, R. and MINAMINO, Y. Nanoscale Crystallographic Analysis of Ultrafine Grained IF Steel Fabricated by ARB Process. *Scripta Materialia*, v. 47, p. 69-76, 2002.
- TSUJI *et al.* (2003) TSUJI, N., TOYODA, T., MINAMINO, Y., KOIZUMI, Y., YAMANE, T., KOMATSU, M. and KIRITANI, M. Microstructural Change of Ultrafine-Grained Aluminum During High Speed Plastic Deformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 350, p. 108-116, 2003.
- TSUJI *et al.* (2003) TSUJI, N., SAITO, Y., LEE, S. H. and MINAMINO, Y. ARB (Accumulative Roll-Bonding) and Other New Techniques to Produce Bulk Ultrafine Grained Materials. *Advanced Engineering Materials*, v. 5, p. 338-344, 2003.
- TSUJI *et al.* (2008) TSUJI, N., KAMIKAWA, N., UEJI, R., TAKATA, N., KOYAMA, H. and TERADA, D. Managing Both Strength and Ductility in Ultrafine Grained Steels, *ISIJ International*, v. 48, p. 1114-1121, 2008.

- TSUZAKI *et al.* (1996) TSUZAKI, K., XIAOXU, H. and MAKI T. Mechanism of Dynamic Continuous Recrystallization During Superplastic Deformation in a Microduplex Stainless Steel. *Acta Materilia*, v. 44, n. 11, p. 4491-4499, 1996.
- VERHOEVER (1975) VERHOEVEN, J. D. *Fundamentals of Physical Metallurgy*. 1.ed. New York: John Wiley & Sons, 1975. 567p.
- VALIEV (1997) VALIEV, R.Z. Structure and Mechanical Properties of Ultrafine-Grained Metals *Materials Science and Engineering A*, v. 234-236, p. 59-66, 1997.
- WEI *et al.* (2009) WEI, K.X., WEI, W., DU, Q.B. and HU, J. Microstructure and Tensile Properties of Al-Mn Alloy Processed by Accumulative Roll Bonding. *Materials Science and Engineering A*, v. 525, p. 55-59, 2009.
- WILLIAM (2008) WILLIAM, J. Comments on the microstructure and properties of ultrafine grained steel. *ISIJ International*, v. 48, n. 8, p. 1063-1070, 2008.
- WONG *et al.* (1995) WONG, S. F., HODGSON, P. D. and THOMSON, P. F. Comparison of Torsion and Plane-Strain Compression for Predicting Mean Yield Strength in Single and Multiple Pass Flat Rolling Using Lead to Model Hot Steel. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 53, pp. 601-616, 1995.
- YAVUZ and TEKKAYA YAVUZ, B. and TEKKAYA, A.E. Correlation Between Vickers Hardness Number and Yield Stress of Cold-Formed Products.

- YAZDIPOUR (2008) YAZDIPOUR et al., 2008, Microstructural Modeling of Dynamic Recrystallization Using Irregular Cellular Automata. *Computacional Materials Science*, v. 44, p. 566-576, 2008.
- YOO *et al.* (2008) YOO, C. -S., PARK, Y. -M., JUNG, Y. -S., LEE, Y. -K. Effect of Grain Size on Transformation-Induced Plasticity in an Ultrafine-Grained Metastable Austenitic Steel. *Scripta Materialia*, (2008), doi: 10.1016/j.scriptamat.2008.02.024
- YVANISENKO *et al.* (2003) YVANISENKO, Y., LOJKOWSKI, W., VAILEV, R.Z. and FECHT H.-J. The Mechanism of Formation of Nanosctruture and Dissolution of Cementite in a Pearlitic Steel During High Pressure Torsion. *Acta Materialia*, v. 51, p. 5555-5570, 2003.
- YU *et al.* (2005) YU, C.Y., KAO, P.W. and CHANG, C.P. Transition of Tensile Deformation Behaviors in Ultrafine-Grained Aluminum. *Acta Materialia*, v. 53, p. 4019-4028, 2005.
- ZHANG *et al.* (2006) ZHANG, S.L., SUN, X.J. and DONG, H. Effect of Deformation on the Evolution of Spheroidization for the Ultra High Carbon Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 432, p. 324-332, 2006.
- ZHAO *et al.* (2006) ZHAO, M.C, HANAMURA, T., QIU, H., NAGAI, K. and YANG K. Dependence of Strength and Strength-Elongation Balance on the Volume Fraction of Cementite Particles in Ultra-Fine Grained Ferrite/Cementite Steels. *Scripta Materialia*, v. 54, p. 1385-1389, 2006.

- ZHAO *et al.* (2007) ZHAO, M. C., YIN, F., HANAMURA, T., NAGAI, K. and ATRENS, A. Relationship Between Yield Strength and Grain Size for a Bimodal Structural Ultrafine-Grained Ferrite/Cementite Steel. *Scripta Materialia*, v. 57, p. 857-860, 2007.
- ZHILYAEV *et al.* (2006) ZHILYAEV, A.P., ISHI, K.-O., RAAB, G.I. and MCNELLEY, T.R. Influence of ECAP Processing Parameters on Texture and Microstructure of Commercially Pure Aluminum. *Materials Science and Engineering A*, v. 441, p. 245-252, 2006.
- ZHU and LOWE (2000) ZHU, Y.T. and LOWE T.C. Observations and Issues on Mechanisms of Grain Refinement During ECAP Process. *Materials Science and Engineering A*, v. 291, p. 46-53, 2000.
- ZHU and LI (2010) ZHU, T. and LI, J. Ultra-Strength Materials. *Progress in Materials Science*, v. 55, p. 710-757, 2010.