

# ESTUDO DA MICROESTRUTURA E TEXTURA APÓS RECOZIMENTO DE UM AÇO LIVRE DE INTERSTICIAIS DEFORMADO VIA Prensagem em Canais Equiangulares<sup>1</sup>

Fabiane Roberta Freitas da Silva<sup>2</sup>  
Jefferson Fabrício Cardoso Lins<sup>3</sup>  
Neil de Medeiros<sup>4</sup>  
Jayme Pereira de Gouvêa<sup>5</sup>

## Resumo

A evolução microestrutural e da textura de um aço livre de intersticiais (*Interstitial Free Steel* - IF) deformado a frio por prensagem em canais equiangulares (PCEA), empregando-se a rota A num total de dois passes consecutivos, e posterior recozimento a 800°C foi estudada. Após o processamento termomecânico, a textura cristalográfica do material foi caracterizada utilizando-se a técnica de Difração de Elétrons Retroespalhados (*Electron Backscattered Diffraction* – EBSD). Foram observados aglomerados de pequenos grãos localizados em regiões de elevado fator de Taylor (M), sugerindo a presença de heterogeneidades de deformação anteriores ao recozimento. Pode-se concluir que o material sofreu um processo de recuperação seguido de recristalização primária da sua microestrutura. Em função das suas características microestruturais após deformação e do processo de recozimento, os potenciais mecanismos de recristalização envolvidos podem ser migração de contornos de baixo ângulo ou coalescimento de subgrãos.

**Palavras-chave:** Textura; Aço IF; Recozimento; PCEA.

## STUDY OF MICROSTRUCTURE AND TEXTURE AFTER ANNEALING OF A INTERSTITIAL FREE STEEL DEFORMED BY EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING

### Abstract

The evolution of microstructure and texture of an interstitial free steel (IF) deformed at room temperature by Equal Channel Angular Pressing (ECAP) after two passes using route A and subsequent annealing at 800°C was studied. After the termomechanical processing, the crystallographic texture was characterized by Electron Back-Scattered Diffraction (EBSD). Small grain clusters were observed in regions of high Taylor Factor (M), suggesting the presence of heterogeneities of deformation prior to annealing. It can be concluded that the material undergone a recovery process followed by primary recrystallization of the microstructure. In view of their characteristics of deformation and microstructure after annealing process, the potential recrystallization mechanisms which can be involved are either migration of low angle boundaries or coalescence of subgrains.

**Key words:** Texture; IF steel; Annealing; ECAP.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Mestre em Engenharia Metalúrgica, PPGEM, Universidade Federal Fluminense (UFF), RJ, Brasil.

<sup>3</sup> Doutor em Engenharia de Materiais, PPGEM, UFF, RJ, Brasil.

<sup>4</sup> Doutor em Engenharia Metalúrgica, PPGEM, UFF, RJ, Brasil.

<sup>5</sup> Doutor em Engenharia Mecânica, PPGEM, UFF, RJ, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

A demanda por materiais com propriedades características superiores é cada vez maior nos dias atuais. É consenso que uma microestrutura composta por grãos de tamanho reduzido pode apresentar tais propriedades. Entretanto, os processos de deformação mais comumente empregados, além de refinar a microestrutura dos metais, alteram de forma drástica seu formato final, resultando na maior parte das vezes em materiais com formato de chapas, limitando sua aplicação. Outra inconveniência de tais processos é a necessidade de vários passes de deformação a fim de se obter o tamanho desejado dos grãos.

Ao sofrer deformação, é esperada uma evolução na textura do metal. Por textura se entende a distribuição de orientações dos grãos que compõe um agregado cristalino<sup>(1)</sup>. Dessa forma, a textura desenvolvida em materiais após deformação pode influenciar propriedades como, por exemplo, limite de resistência e anisotropia plástica, entre outros<sup>(1)</sup>.

Uma forma bastante eficiente de se produzir metais com microestrutura ultrafina ou até mesmo nanocristalina, é através da aplicação de deformação plástica severa (DPS). Tal processo se caracteriza pela imposição de deformação plástica extremamente elevada ao material, obtendo-se assim uma microestrutura de grãos ultrafinos<sup>(2)</sup>. Esse refinamento da microestrutura se dá pela formação de subestruturas de deformação, ou seja, durante a deformação a textura do metal se desenvolve devido à rotação dos cristais ao redor de posições preferenciais em relação à deformação aplicada.

Uma das técnicas mais comuns baseada em DPS é a prensagem em canais equiangulares (PCEA) (da língua Inglesa *Equal Channel Angular Pressing*), onde a deformação plástica ocorre devido à passagem de um tarugo entre canais de seções transversais idênticas contidos no interior de uma matriz. Esta técnica visa promover a deformação via cisalhamento simples<sup>(3)</sup>.

No entanto, devido à elevada quantidade de energia armazenada em decorrência dos defeitos gerados na rede cristalina durante o processo de deformação, materiais com grãos ultrafinos se tornam termodinamicamente instáveis. Dessa forma, é imprescindível uma caracterização da sua microestrutura quando estes sofrem transformações devido à recuperação e recristalização decorrentes de tratamentos térmicos de recozimento<sup>(4)</sup>. Existem teorias que relacionam a energia armazenada com a deformação plástica. A mais utilizada é o fator de Taylor (M). Este fator verifica a suscetibilidade do material à deformação plástica, podendo prever em quais regiões ou grãos podem ocorrer heterogeneidades de deformação. Dessa forma, uma análise de M após o recozimento pode auxiliar no entendimento do comportamento da microestrutura de um material submetido a tratamentos térmicos, caso o crescimento de grão seja controlado pela energia armazenada.

A literatura a respeito do comportamento de aços deformados por DPS a temperatura ambiente e posteriormente submetidos a processos de recozimento ainda é escassa<sup>(4)</sup>. De Messemaeker e seus colaboradores<sup>(5)</sup> relataram a ocorrência de recristalização contínua após recozimento a 200°C de um aço livre de intersticiais (da língua Inglesa *Interstitial Free Steel* – IF) estabilizado ao Ti após PCEA utilizando a rota B<sub>A</sub>. Hazra e seus colaboradores<sup>(4)</sup> também relataram a mesma ocorrência para o aço IF, seguido de crescimento anormal de grão para temperaturas de 525°C, 600°C e 710°C, porém neste caso empregando a rota B<sub>C</sub>.

Neste contexto, o objetivo do presente trabalho é caracterizar a evolução microestrutural de um aço livre de intersticiais (IF) estabilizado ao Ti deformado via

PCEA em dois passes empregando a rota A durante recozimento isotérmico à temperatura de 800°C, bem como a influência do recozimento sobre a textura desse material.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

Um aço IF estabilizado ao Ti (Tabela 1) fornecido pela Companhia Siderúrgica Nacional (CSN) na forma de chapa com dimensões de 250 x 300 x 38 mm foi cortado no formato de tarugos com dimensões de 10 x 10 x 70 mm.

**Tabela 1.** Composição química do aço IF estabilizado ao titânio (teores em %-peso)

<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>Si</b>	<b>N</b>	<b>O</b>
0,003	0,190	0,027	0,005	0,011	0,0025	0,005
<b>Ni</b>	<b>Cr</b>	<b>Mo</b>	<b>Al</b>	<b>Nb</b>	<b>V</b>	<b>Ti</b>
0,004	0,002	0,002	0,049	0,001	0,003	0,069

Para a deformação foi utilizada uma matriz bipartida contendo em seu interior dois canais de seções transversais retangulares idênticos formando um ângulo ( $\Phi$ ) de 90° entre si. Na interseção exterior entre os canais foi inserido um raio de adoçamento<sup>(6)</sup> de 5 mm, com o objetivo facilitar a passagem da amostra pelo interior da matriz. Tanto os canais como o tarugo foram lubrificadas com MoS<sub>2</sub>. A operação de prensagem foi realizada com o auxílio de uma máquina de testes universal Wolpert com capacidade máxima de carga de 200 kN e o ensaio ocorreu sob taxa de deformação constante ( $\sim 10^{-2}$ /s). O segundo passe de deformação se caracterizou pela ausência de rotação do tarugo em relação à direção de prensagem inicial empregada no primeiro passe, levando a uma deformação plástica efetiva de aproximadamente 2,30. Posteriormente, as amostras foram submetidas a um processo de recozimento isotérmico a 800°C por 1 e 5 min num forno tubular Lindberg Blue instalado no DEMAR/EEL/USP.

A preparação metalográfica das amostras foi realizada segundo os procedimentos tradicionais. Sua microestrutura foi revelada após a imersão numa solução de Nital 3% à temperatura ambiente.

As medidas de microdureza Vickers foram realizadas com o auxílio de um microdurômetro Shimadzu, modelo HMV-2, aplicando-se uma carga de 100 gf durante 20 s. Foi traçado o perfil de dureza das amostras no sentido perpendicular à direção de prensagem numa área de 4 x 9 mm.

A microestrutura foi observada com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura Zeiss modelo EVO MA10 com canhão de elétrons de LaB<sub>6</sub>, instalado no Laboratório Multiusuário de Microscopia Eletrônica da Universidade Federal Fluminense. A difração de elétrons retroespalhados (*Electron Backscattered Diffraction* – EBSD) foi realizada com um sistema da EDAX com câmera de alta velocidade Hikari. Os dados foram analisados com o auxílio do *software* OIM 5.3 para a geração dos mapas de orientação, Funções de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC), figuras de polo e também para o cálculo do tamanho de grão e determinação do fator de Taylor.

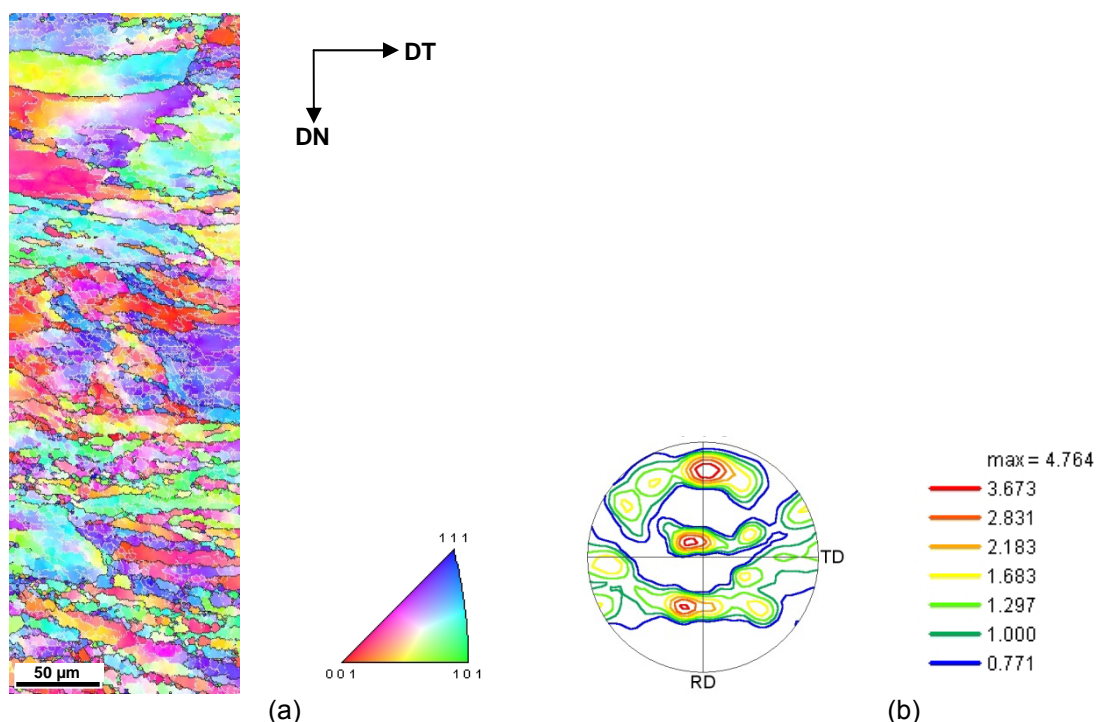
### 3 RESULTADOS

#### 3.1 Textura Após Deformação por PCEA

A Figura 1a mostra o mapa de orientação da região normal à direção de extrusão após o segundo passe de deformação à temperatura ambiente. Nela é possível observar a presença de uma subestrutura parcialmente lamelar.

O material de partida foi caracterizado por Lins e seus colaboradores<sup>(7)</sup>. Em seu trabalho, os autores observaram a presença de menos de 5% de contornos de baixo ângulo ( $\theta < 15^\circ$ ) na microestrutura. Entretanto, após dois passes de deformação, a fração de contornos de baixo ângulo se mostrou superior à de contornos de alto ângulo ( $\theta > 15^\circ$ ), em torno de 78%, indicando a ocorrência de um refinamento não homogêneo dos grãos do metal, como mostrado na Figura 1a. Resultado semelhante foi obtido por Fukuda e seus colaboradores<sup>(8)</sup> para um aço baixo carbono após deformação em um, dois e três passes. Segundo os autores, após o terceiro passe de deformação foi possível a observação de estruturas que sugeriam a presença de uma razoável quantidade de contornos de alto ângulo.

A textura cristalográfica, que se apresentava de forma fraca e difusa<sup>(7)</sup> antes do processo PCEA, após deformação se mostrou semelhante à textura desenvolvida em cisalhamento negativo, calculada pelo modelo de Taylor para um passe de deformação<sup>(9)</sup>. A Figura 1b mostra a figura de polo (110) em que se observa que as componentes mais intensas se encontram próximas às orientações: (i) (110)[112], (ii) (110)[1 $\bar{1}$ 2] e (iii) (112)[111].



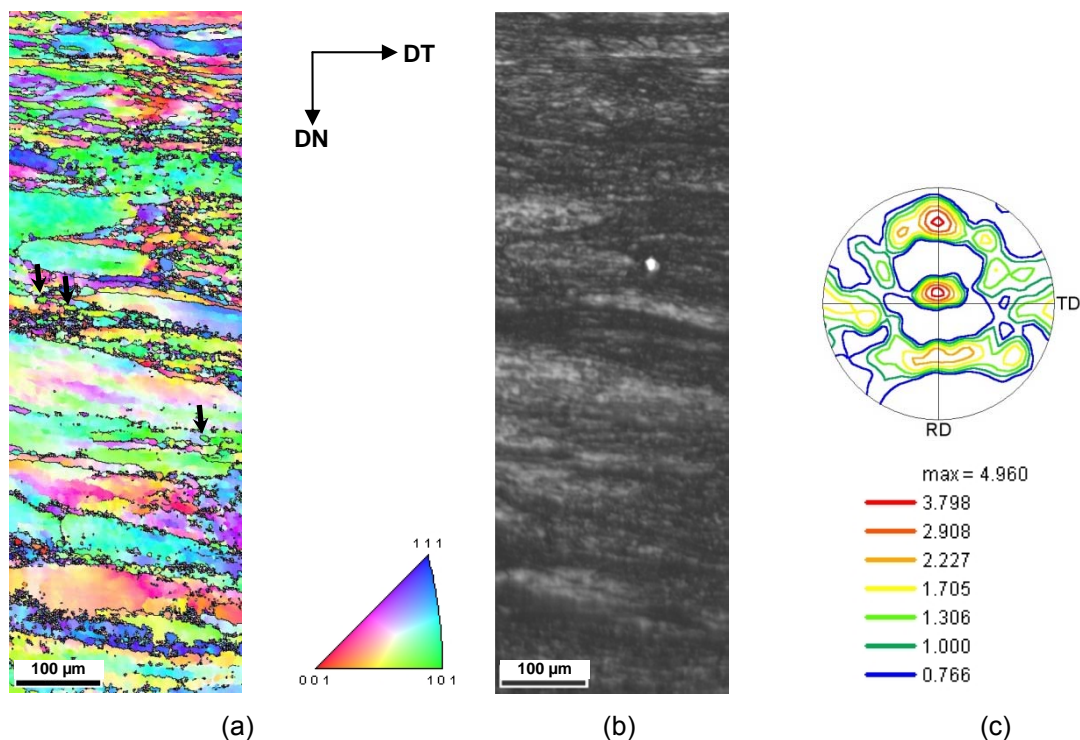
**Figura 1.** Microscopia por imagem de orientação (MIO) após a deformação do aço IF: (a) Mapa de orientação; (b) Figura de polo (110).

#### 3.2 Evolução Microestrutural e da Textura Após Recozimento

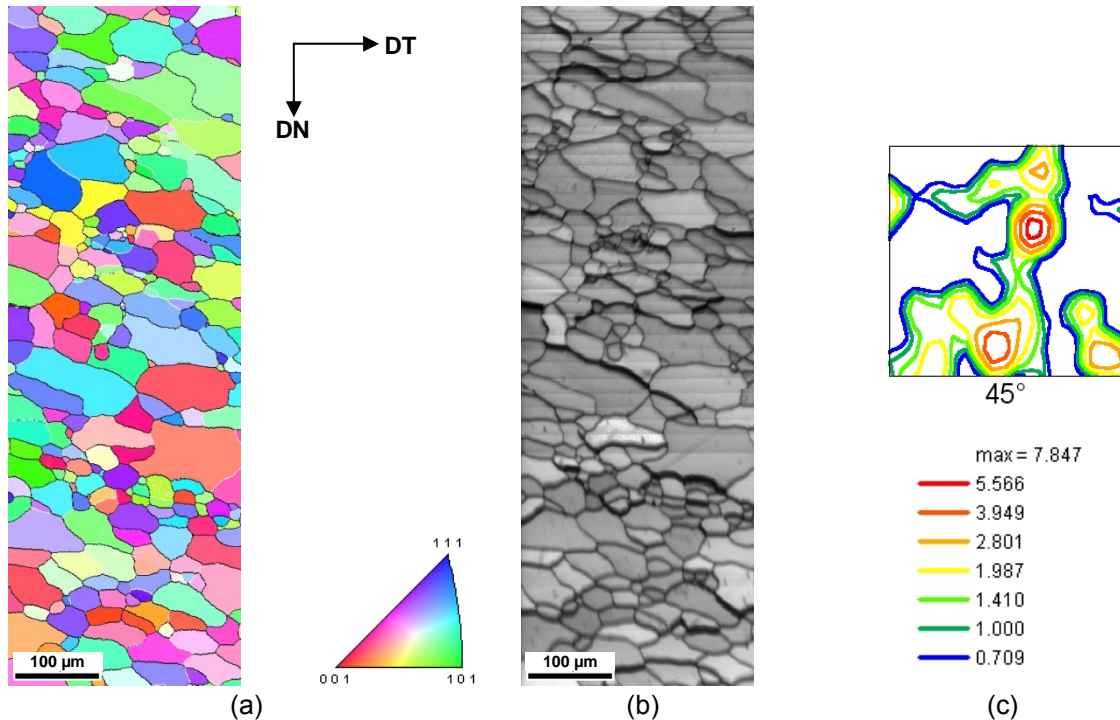
O material como deformado apresentava uma dureza inicial de  $200 \pm 19,4$  Vickers. Logo após 1 min de recozimento não foi observada queda na dureza, ficando o valor

próximo ao original ( $199 \pm 10,5$  Vickers). No entanto, após 5 min aconteceu uma queda brusca, chegando a  $79,8 \pm 4,6$  Vickers.

As Figuras 2 e 3 mostram a evolução microestrutural e da textura durante o recozimento. É possível perceber a mudança da subestrutura lamelar e a subsequente evolução tanto de grãos como subgrãos equiaxiais. Após o recozimento por 1 e 5 min, o tamanho de grão aumentou de  $5,34 \pm 7,24 \mu\text{m}$  para  $26,73 \mu\text{m}$ , respectivamente. Como mostrado na Figura 2a, a microestrutura ainda apresentava uma morfologia, em sua maior parte, lamelar. Em relação à fração de contornos de baixo ângulo, os efeitos do recozimento num tempo de 1 min não se mostraram perceptíveis, já que os valores seguiram estáveis, ainda mantendo-se em torno de 78%. Entretanto, foi possível observar a presença de pequenos grãos localizados nas regiões que sofreram maior deformação, como indicado pelas setas na Figura 2a.



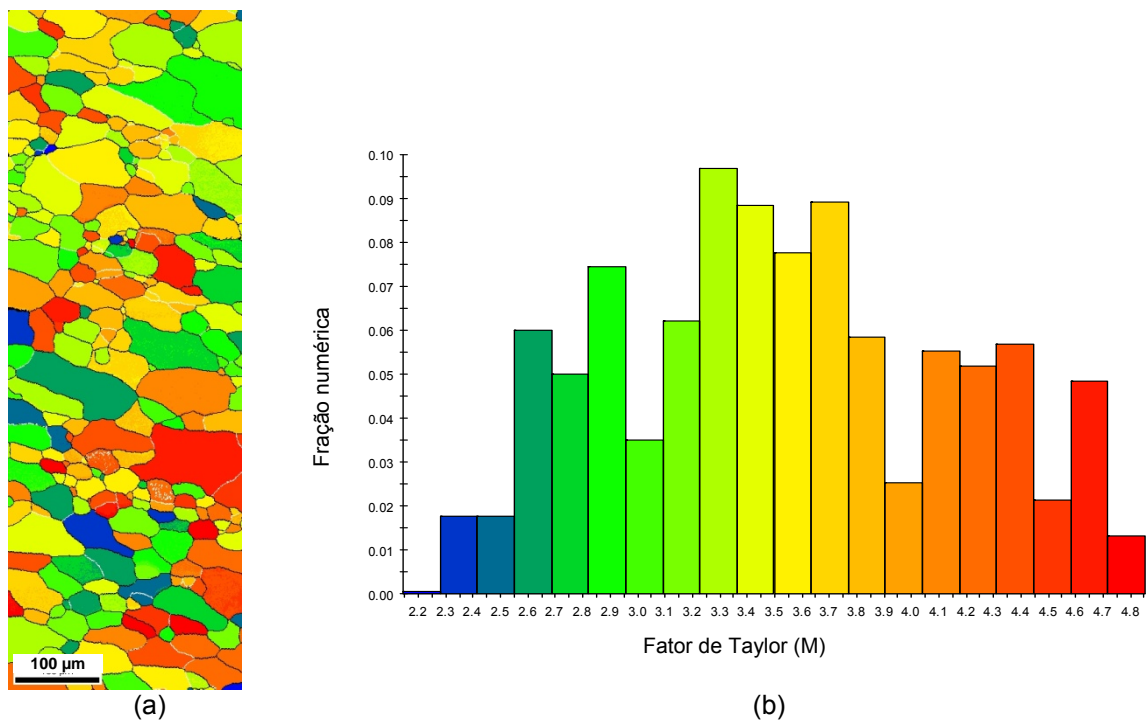
**Figura 2.** MIO após recozimento do aço IF a 800°C por 1 min: (a) Mapa de orientação; (b) Mapa de qualidade; (c) Figura de polo (110).



**Figura 3.** MIO após recozimento do aço IF a 800°C por 5 min: (a) Mapa de orientação; (b) Mapa de qualidade; (c) FDOC para  $\varphi_2 = 45^\circ$ .

Após recozimento por 1 min a textura do material (Figura 2c) ainda se apresentou com componentes intensas próximas às orientações (110)[112] e (110)[1 $\bar{1}$ 2], porém com um enfraquecimento da componente (112)[111]. Entretanto, para a amostra recozida durante 5 min (Figura 3c) foram observadas componentes de maior intensidade próximas às orientações (331)[2 $\bar{3}$ 3] e (225)[ $\bar{1}$ 94].

O recozimento por 5 min resultou num aumento substancial da fração de contornos de alto ângulo, para aproximadamente 86%. Para este tempo também foi observada uma evolução não uniforme da microestrutura (Figura 3a), onde fica evidenciada a presença de grãos e subgrãos equiaxiais com tamanhos que variam entre aproximadamente 10 µm e 120µm. O mapa de qualidade (Figura 3b) mostra de maneira mais clara a presença de aglomerados de pequenos grãos circundados por grãos de tamanhos maiores. A análise da Figura 4 mostra que estes grãos que circundam os aglomerados, em sua maioria, possuem um valor elevado do fator de Taylor (M), da ordem de aproximadamente 3,5.



**Figura 4.** (a) Mapa de orientação mostrando a intensidade dos fatores de Taylor (M) associados a cada grão; (b) Gráfico da distribuição de M para a região analisada.

#### 4 DISCUSSÃO

A literatura atual<sup>(10,11)</sup> demonstrou o sucesso da aplicação de deformação plástica severa, em especial a técnica PCEA, no controle da microestrutura e textura dos materiais. Outro parâmetro importante, porém pouco explorado<sup>(4,12)</sup> até o momento, no que concerne a materiais cúbicos de corpo centrado é o recozimento após deformação.

O recozimento de materiais deformados a frio é acompanhado por três processos termicamente ativados. São eles: recuperação, recristalização primária e recristalização secundária<sup>(13)</sup>.

Tratamentos térmicos após PCEA exercem uma influência importante sobre a microestrutura e textura dos materiais deformados. Segundo Ferrasse e seus colaboradores<sup>(12)</sup>, materiais deformados por PCEA até quatro passes se comportam como aqueles fortemente deformados por processos convencionais. Após o primeiro passe de deformação, a microestrutura apresenta uma grande quantidade de defeitos, como bandas de deformação, por exemplo, e após dois e três passes ocorre a geração de contornos de baixo ângulo<sup>(14)</sup>. No presente estudo, após o segundo passe de deformação empregando a rota A foi observada uma elevada fração de contornos de baixo ângulo (Figura 1a), resultando assim num comportamento instável durante o tratamento térmico. Entretanto, após 1 min de recozimento as características microestruturais não foram completamente eliminadas, fato este demonstrado pela estabilidade da fração de contornos de baixo ângulo, bem como pelo enfraquecimento da componente (112)[111]. Estes resultados caracterizariam um processo de recuperação, porém também foi observada a presença de pequenos grãos localizados nas regiões de deformação mais intensa, como mostrado na Figura 2a. Logo, pode-se dizer que durante este primeiro estágio de recozimento ocorreu, um processo de recuperação e nucleação de novos grãos.

Após 5 min foi observada uma queda brusca na dureza do material. Esse acentuado amolecimento pode estar associado à alta energia de defeito empilhamento<sup>(4)</sup> do aço IF. Uma comparação mais detalhada das Figuras 2 e 3 mostrou que depois de 1 min eram visíveis poucos núcleos de recristalização na microestrutura e que após 5 min a mesma se mostrava recristalizada, com as técnicas de caracterização empregadas nesse trabalho. Trabalhos anteriores<sup>(4,12,15)</sup> utilizando-se aço IF e empregando o processo PCEA, também reportaram um amolecimento instantâneo do material, todavia sem uma sequência de nucleação e crescimento perceptível. Tal processo pode ser descrito como uma “recristalização contínua”<sup>(16)</sup>. Em seu trabalho, Hazra e seus colaboradores<sup>(4)</sup> atribuíram este comportamento à presença de uma elevada fração de contornos de alto ângulo (~80%) após a deformação, reforçando a teoria da migração de contornos pré-existentes<sup>(17)</sup>. Este resultado contrasta com o obtido nessa presente investigação, pois após dois passes de deformação a fração de contornos de baixo ângulo se mostrou superior à de alto ângulo, e o mecanismo de migração de contornos pré-existentes privilegia materiais com alta fração de contornos de alto ângulo<sup>(17)</sup>.

As características apresentadas neste estudo, tais como elevada deformação do material ( $\epsilon = 2,3$ ), alta temperatura de recozimento, tamanhos de subgrãos não-homogêneos e alta energia de defeito de empilhamento, sugerem a ocorrência de mecanismos de migração de contornos de baixo ângulo ou coalescimento de subgrãos. Entretanto, uma investigação mais detalhada se faz necessária para se demonstrar de forma clara qual destes mecanismos é o responsável pela recristalização.

O fator de Taylor (M) expressa a tensão de escoamento em um material policristalino como função da tensão de cisalhamento aplicada em cada um dos cristais que constituem a sua estrutura<sup>(18)</sup>. Logo, quanto maior o valor de M, maior será a quantidade de energia armazenada. Para o caso da amostra recozida durante 5 min, a localização dos aglomerados de pequenos grãos em regiões com elevado M (Figura 4), mostra que estes grãos possivelmente nuclearam e cresceram em regiões onde anteriormente se localizavam heterogeneidades de deformação como bandas de deformação e cisalhamento, comuns em materiais que sofreram elevado grau de deformação.

## 5 CONCLUSÃO

A evolução microestrutural e da textura de um aço IF estabilizado ao Ti deformado por PCEA e recozido à 800°C durante 1 e 5 min foi investigada. Pode-se concluir que o material sofreu um processo de recuperação seguido de recristalização primária da sua microestrutura. Em função das características microestruturais do material deformado e do processo de recozimento, os potenciais mecanismos de recristalização envolvidos podem ser migração de contornos de baixo ângulo ou coalescimento de subgrãos. Estudos mais detalhados são necessários para elucidar qual dos dois mecanismos está efetivamente envolvido. A presença de aglomerados constituídos por pequenos grãos em regiões de elevado fator de Taylor (M) sugere que as mesmas abrigavam heterogeneidades de deformação numa etapa anterior ao recozimento.



## Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES, ao CNPq e ao DEMAR/EEL/USP pela realização do tratamento térmico das amostras utilizadas no presente trabalho.

## REFERÊNCIAS

- 1 BEYERLEIN, I. J., TÓTH, L. S. Texture evolution in equal-channel angular extrusion. *Progress in Material Science*, v. 54, p. 427-510, 2009.
- 2 ZHU, Y. T., LOWE, T. C., LANGDON, T. G. Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation, *Scripta Materialia*, v. 51, p. 825-830, 2004.
- 3 SEGAL, V. M., *Materials processing by simple shear. Materials Science and Engineering A*, v. 197, n. 2, p. 157-164, 1995.
- 4 HAZRA, S. S., PERELOMA, E. V., GAZDER, A. A. Microstructure and mechanical properties after annealing of equal-channel angular pressed interstitial-free steel. *Acta Materialia*, v. 59, p. 4015-4029, 2011.
- 5 De MESSEMAEKER, J., VERLINDEN, B., HUMBEEK, J. V. Structural evolution of IF steel during annealing after ECAP. *Materials Science Forum*, v. 467-470, p. 1295-1300, 2004.
- 6 MEDEIROS, N.; MOREIRA, L. P.; LINS, J. F. C.; SOUZA, M. C.; SILVA, F. R. F.; GOUVÊA, J. P. A numerical and experimental analysis of aluminium AA1100 deformed by different ECAP routes. In: *19th Congress of Mechanical Engineering, Brasília, 2007*.
- 7 LINS, J. F. C., SANDIM, H. R. Z., KESTENBACH, H. J. Microstructural and textural characterization of a hot-rolled IF steel. *Journal of Materials Science*, v. 42, p. 6572-6577, 2007.
- 8 FUKUDA, Y., OH-ISHI, K., HORITA, Z., LANGDON, T. G. Processing of a low-carbon steel by equal-channel angular pressing. *Acta Materialia*, v. 50, p. 1359-1368, 2002.
- 9 LI, S., BEYERLEIN, I. J., BOURKE, M. A. M. Texture formation during equal channel angular extrusion of fcc and bcc materials: comparison with simple shear. *Materials Science and Engineering A*, v. 394, p. 66-77, 2005.
- 10 FERRASSE, S., SEGAL, V. M., KALIDINDI, S. R., ALFORD, F. Texture evolution during equal channel angular extrusion: Part I. Effect of route, number of passes and initial texture. *Materials Science and Engineering A*, v.368, p. 28-40, 2004.
- 11 BEYERLEIN, J. J., LEBENSOHN, R. A., TOMÉ, C. N. Modeling texture and microstructural evolution in the equal channel angular extrusion process. *Materials Science and Engineering A*, v. 345, p. 122–138, 2003.
- 12 FERRASSE, S., SEGAL, V. M., ALFORD, F. Texture evolution during equal channel angular extrusion (ECAE) Part II. An effect of post-deformation annealing. *Materials Science and Engineering A*, v. 372, p. 235-244, 2004.
- 13 F. J., HUMPHREYS, HATHERLY, M. *Recrystallization and related annealing phenomena*. Oxford: Pergamon Press, 2004.
- 14 FERRASSE, S, SEGAL, V. M., HARTWIG, K. T., GOFORTH, R. E. Microstructure and properties of copper and aluminum alloy 3003 heavily worked by equal channel angular extrusion. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 28A, 1047-1057, 1997.
- 15 GAZDER, A. A., HAZRA, S. S., PERELOMA, E. V. Annealing behaviour and mechanical properties of severely deformed interstitial free steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 530, p. 492-503, 2011.
- 16 HUMPHREYS, F. J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures—I. The basic model. *Acta Materialia*, v. 45, 4231–4240, 1997.

- 17 LIMA, N. B., LIMA, L. M. G., PADILHA, A. F. Texturas de recristalização. In: TSCHIPTSCHIN, A. P., PADILHA, A. F., SCHÖN, C. G., LANDGRAF, F. J. G., GOLDENSTEIN, H., FALLEIROS, I. G. S., LIMA, N. B. (Ed). Textura e relações de orientação: Deformação plástica, recristalização, crescimento de grão. São Paulo: IPEN, 2003. cap. 7, p. 108-123.
- 18 MECKING, H., KOCKS, U. F., HARTIG, C. H. Taylor factors in materials with many deformation modes, Scripta Materialia, v. 35, p. 465-471, 1996.