

# GOVERNO DO ESTADO DE SÃO PAULO

SECRETARIA DA CIÊNCIA TECNOLOGIA E DESENVOLVIMENTO ECONÔMICO FACULDADE DE ENGENHARIA QUIMICA DE LORENA – FAENQUIL DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS - DEMAR PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS - PPGEM

# Tese de Doutorado

# "CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE BANDAS DE CISALHAMENTO ADIABÁTICAS NUM AÇO IF ESTABILIZADO AO TITÂNIO"

ALUNO: MSc. Jefferson Fabrício Cardoso Lins

**ORIENTADOR:** Prof. Dr. Hugo Ricardo Zschommler Sandim

31 de Março de 2005 Lorena - SP, Brasil

# **FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA DE LORENA - FAENQUIL** DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS - DEMAR PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

# "Caracterização Microestrutural de Bandas de Cisalhamento

# Adiabáticas num Aço IF Estabilizado ao Titânio"

# MSc. Jefferson Fabrício Cardoso Lins

Tese apresentada à Comissão Examinadora do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais (PPG-EM) da Faculdade de Engenharia Química de Lorena para a obtenção do título de "**Doutor em Engenharia de Materiais**".

**Área de Concentração:** Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos.

Orientador: Prof. Dr. Hugo Ricardo Zschommler Sandim

- Comissão Examinadora: Dr. Hugo R. Z. Sandim DEMAR FAENQUIL Dr. Angelo Fernando Padilha – EPUSP
  - Dr. Carlos Sérgio da Costa Viana EEIMVR-UFF
  - Dr. Miguel J. R. Barboza DEMAR FAENQUIL
  - Dr. Carlos Angelo Nunes DEMAR FAENQUIL

Lorena - SP, 31 de Março de 2005

**Ficha Catalográfica** Elaborada pela Biblioteca Especializada em Engenharia de Materiais DEMAR/FAENQUIL

L759c	Lins, Jefferson Fabrício Cardoso Caracterização microestrtural de bandas de cisalhamento adiabáticas num aço IF estabelizado ao titânio/ Jefferson Fabrício Cardoso Lins. – Lorena, 2005. 133f.: il.; 30cm.
	Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia Química de Lorena. Departamento de Engenharia de Materiais.
	Orientador: Hugo Ricardo Zschommler Sandim
	1. Aço IF 2. Bandas de cisalhamento adiabáticas 3. Recristalização 4. EBSD 5. Ensaio de compressão dinâmica 6. Deformação plástica severa I. Sandim, Hugo Ricardo Zschommler, Orient. II. Título.
	CDU 669.018

Esta Tese é dedicada a meus amados pais, Serafim Carlos de Andrade Lins e Claire Neibe Cardoso Lins.

# Sumário

Conteúdo	Página
Símbolos	i
Abreviações	ii
Lista de Tabelas	iii
Lista de Figuras	iv
Resumo	
Abstract	
1 – Introdução	1
2 – Revisão da Literatura	4
2.1 – Aço IF	4
2.2 – O estado deformado	7
2.2.1 – Energia armazenada na deformação plástica	7
2.2.2 – Subdivisão dos grãos	9
2.2.3 – Heterogeneidades de deformação	11
2.2.3.1 – Bandas de deformação	12
2.2.3.2 – Bandas de transição	13
2.2.3.3 – Bandas de dobramento	13
2.2.3.4 – Microbandas	14
2.3 – Bandas de cisalhamento	15
2.3.1 – Bandas de cisalhamento isotérmicas	15
2.3.2 – Bandas de cisalhamento adiabáticas	16
2.4 – Maclas de deformação	18
2.5 – Recuperação e recristalização	21
2.5.1 – Recuperação	21
2.5.2 – Recristalização	24
2.6 – Recristalização em bandas de cisalhamento adiabáticas	25
2.7 – Modelos constitutivos para materiais metálicos	27
2.7.1 – Johnson-Cook (JC)	27
2.7.2 – Zerilli-Armstrong	29
2.8 – Ensaio de compressão dinâmica (barra de impacto Hopkinson)	30

Conteúdo	Página
3 – Materiais e Métodos	33
3.1 – Material	33
3.2 – Métodos	33
3.2.1 – Ensaio de compressão dinâmica	33
3.2.2 – Caracterização microestrutural e textural	35
3.2.2.1 – Preparação metalográfica	36
3.2.2.2 – Microscopia ótica	38
3.2.2.3 – Microscopia eletrônica de varredura e microanálise eletrônica	38
3.2.2.4 – Microscopia eletrônica de transmissão	39
3.2.2.5 – Medidas de microtextura	39
3.2.2.6 – Medidas de macrotextura	41
3.2.2.7 – Metalografia quantitativa	42
3.2.2.8 – Microdureza Vickers	43
4 – Resultados e Discussão	
4.1 – Caracterização microestrutural do material na condição inicial	44
4.2 – Evolução microestrutural das bandas de cisalhamento adiabáticas	54
4.2.1 – O estado deformado	54
4.2.2 – Medidas de raios X via espectrometria de energia dispersiva	70
4.2.3 – Análise da superfície da fratura dos CP ensaiados a -196 °C	73
4.2.4 – Medidas de mesotextura e microtextura	76
4.2.4.1 – Grupo A	77
4.2.4.2 – Grupo C	96
4.2.5 – Medidas de microdureza Vickers	114
5 – Conclusões	117
Referências Bibliográficas	119
Anexo 1	131
Anexo 2	133

# Símbolos

С	Capacidade calorífica [kJ/kg·K]
$\alpha$ ,A,B,C,m,k	Constantes
3	Deformação longitudinal
γ	Deformação cisalhante
ρ	Densidade do material [g/cm <sup>3</sup> ]
δ	Deslocamento [mm]
Ψ	Diferença de orientação [º]
[uvw]	Direção cristalográfica
E, E <sub>(hkl)</sub>	Energia armazenada, energia armazenada num plano (hkl) qualquer [mJ/m <sup>2</sup> ]
n	Expoente de encruamento
<uvw></uvw>	Família de direções cristalográficas
{hkl}	Família de planos cristalográficos
بخ	Largura da banda de cisalhamento [µm]
σ	Limite de resistência [MPa]
Σ	Notação para os contornos especiais do tipo CSL
(hkl)[uvw]	Orientação cristalográfica
(hkl)	Plano cristalográfico
D	Tamanho médio de grão [µm]
• γ	Taxa de deformação cisalhante [s <sup>-1</sup> ]
T, T <sub>f</sub>	Temperatura, temperatura de fusão [ºC]
t	Tempo [s]
$\sigma_{o}$	Tensão de fricção que se opõem a movimentação de discordâncias [MPa]

# Abreviações

СВ	Blocos de células de discordâncias
CCC	Estrutura cúbica de corpo centrada
CFC	Estrutura cúbica de face centrada
CSL	Contornos especiais (coincidence site lattice)
DC	Direção de cisalhamento
DDW	Densas paredes de discordâncias
DL,DN,DT	Direção de laminação, normal e transversal
DNPC	Direção normal ao plano de cisalhamento
EBSD	Difração de elétrons retroespalhados
EDE	Energia de defeito de empilhamento
GNB	Contorno geometricamente necessário
HC	Estrutura hexagonal compacta
IDB	Contornos incidentais
IQ	Mapa de qualidade da imagem do mapa OIM
LB	Contorno lamelar
LEDS	Estruturas de discordâncias de baixa energia
MB	Microbanda
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MET	Microscopia eletrônica de transmissão
МО	Microscopia óptica

ODF Função distribuição de orientação cristalina

OIM Microscopia por imagem de orientação ou mapeamento de orientações

# Lista de Tabelas

Tabela	Descrição	Página
2.1	Modelos de reações de dissociação de discordâncias para formação (nucleação) de maclas de deformação.	20
3.1	Composição química do aço IF estabilizado ao titânio (%-peso).	33
3.2	Nomenclatura e dimensões dos corpos-de-prova de aço IF estabilizado ao titânio e os parâmetros do ensaio de compressão dinâmica realizado numa barra de impacto Hopkinson. Notar que as dimensões: $h_0$ , $d_0$ , $h_1$ , $d_1$ , $h_2$ e $d_2$ são as respectivas dimensões dos corpos-de-prova que aparecem indicadas na Figura 3.1a.	35
4.1	Resultados da microtextura da seção longitudinal da placa de aço IF obtidos via difração de elétrons retroespalhados (EBSD).	48
4.2	Resultados da microtextura da seção transversal da placa de aço IF obtidos via difração de elétrons retroespalhados (EBSD).	49
4.3	Resultados da determinação do tamanho de grãos determinados pelas técnicas de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e microscopia ótica de campo claro (MO).	52
4.4	Resultados do deslocamento, da largura da banda de cisalhamento e os respectivos valores da deformação cisalhante e longitudinal nos CP testados.	56
4.5	Valores críticos de microdureza Vickers para as bandas de cisalhamento e a matriz do aço IF-Ti deformado via compressão dinâmica.	114

# Lista de Figuras

Figura	Descrição	Página
2.1	Desenho esquemático de microestruturas no estado encruado: a) deformações intermediárias ( $\epsilon = 0,06-0,80$ ), b) grandes deformações ( $\epsilon > 1$ ).	11
2.2	Desenho esquemático mostrando uma: a) macla de deformação e o respectivo plano de maclação; b) estrutura possível de contornos de maclas para metais CCC em um plano {112}.	20
2.3	Modelo de recristalização dinâmica rotacional: a) distribuição homogênea de discordâncias; b) rearranjo de discordâncias (células de discordâncias); c) formação de subgrãos alongados; d) quebra dos subgrãos; e) grãos recristalizados.	27
2.4	Configuração simplificada de uma barra de impacto Hopkinson utilizada em experimentos de compressão dinâmica.	32
3.1	Desenho esquemático do: a) corpo-de-prova cilíndrico do tipo "hat shaped" referente a um corte da seção transversal (dimensões em milímetros); b) sistema simplificado de compressão dinâmica numa barra de impacto Hopkinson mostrando as bandas de cisalhamento que foram forçadas no CP após o impacto.	34
3.2	Representação esquemática das direções usadas como referencial para as medidas de EBSD convencional das amostras de aço IF na condição inicial. Notar que DL, DT e DN referem-se à direção: de laminação, transversal e normal, respectivamente.	40
3.3	Micrografia da amostra B-4 após o processo de deformação mostrando de forma esquemática as impressões de microdureza Vickers para caracterização do material. MO – campo escuro. Notar que ξ corresponde à espessura da banda adiabática de cisalhamento e DC é a direção de cisalhamento.	43
4.1	Micrografia da placa de aço IF estabilizado ao titânio referente à seção: a) longitudinal (plano DL-DT); b) transversal (plano DL-DN). MEV - imagem no modo de elétrons retroespalhados, 10 kV. DL, DN e DT indicam as direções de laminação, normal e transversal, respectivamente.	46
4.2	Micrografia da seção longitudinal da placa de aço IF estabilizado ao titânio referente à: a) um conjunto de subgrãos; b) região de contorno de grão. MET - imagem de campo claro, 100 kV. As setas indicam as partículas presentes.	47

Figura	Descrição	Página
4.3	Micrografia da seção transversal da placa de aço IF estabilizado ao titânio referente à: a) região de contornos de grão (ponto triplo); b) uma outra região da amostra mostrando algumas partículas de segunda fase. MET - imagem de campo escuro, 100 kV. As setas indicam as partículas presentes.	47
4.4	Resultados do mapeamento da seção longitudinal da placa de aço IF-Ti (varredura L2) referente à: a) OIM da região mapeada; b) mapa de qualidade da imagem da OIM; c) mapa de qualidade da imagem mostrando os ângulos de rotação dos contornos; d) ODF da OIM. A ODF segue a notação de Bunge para os ângulos de Euler com o ângulo φ2 constante.	49
4.5	Figura de pólo {211} da placa de aço IF-Ti referente à seção: a) longitudinal (plano DL-DT); b) longitudinal ( <i>mid-thickness</i> ); c) transversal (parte superior da chapa); d) transversal (parte inferior da chapa).	53
4.6	Curvas tensão versus deformação para o aço IF-Ti deformado via compressão estática e dinâmica com taxa de deformação entre 0,001-3200 s <sup>-1</sup> numa faixa de temperatura entre -196 e 300 °C.	55
4.7	Vista geral da região de cisalhamento referente ao corpo-de- prova: a) A-3; b) A-4; c) B-1; d) B-5; e) C-3; f) C-5. DNPC e DC referem-se às direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem no modo de elétrons retroespalhados, 10 kV.	59
4.8	Micrografia mostrando maclas de deformação referente ao corpo-de-prova: a) B-4, b) B-5; c) C-3; d) C-5; e) D-1; f) E-4. DNPC e DC referem-se as direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem no modo de elétrons retroespalhados, 20 kV.	60
4.9	Micrografia mostrando maclas de deformação obtidas com o auxílio da técnica de MET referente a amostra: a) A-1 (conjunto de maclas localizadas na região vizinha a banda de cisalhamento); b) A-4 (região distante da região cisalhada). MET - imagem de campo claro, 100 kV. As setas brancas indicam algumas maclas de deformação em a).	61
4.10	Micrografia mostrando a subdivisão (fragmentação) na região de cisalhamento do corpo-de-prova: a) A-2, b) B-1; c) B-2; d) B5; e) D-2; f) ampliação da região destacada em <i>e</i> ). DNPC e DC referem-se às direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem no modo de elétrons retroespalhados, 20 kV.	64

Figura	Descrição	Página
4.11	Micrografia mostrando a banda de cisalhamento adiabática formada nos corpos-de-prova: a) A-3, b) B-5; c) C-1; d) C-3; e) C-4; f) C-5. DNPC e DC referem-se às direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem de elétrons retroespalhados, 20 kV.	67
4.12	Micrografia mostrando a banda de cisalhamento adiabática do corpo-de-prova: a) D-2; b) D-3; c) D-4; d) E-1; e) E-3; f) E-5. DNPC e DC referem-se às direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem no modo de elétrons retroespalhados, 20 kV.	68
4.13	Micrografias mostrando uma microestrutura lamelar (a-c) e também subgrãos alongados (d) no interior das respectivas bandas de cisalhamento adiabáticas em diferentes regiões das amostras A-1 e A-4. MET – imagem em campo claro, 100 kV.	69
4.14	Curva da elevação localizada da temperatura nas bandas de cisalhamento adiabáticas em função da deformação cisalhante a partir do modelo de Zerilli-Armstrong [100].	69
4.15	Micrografia mostrando algumas partículas no corpo-de-prova: a) B-4; b) e c) B-5; d) e e) C-5; f) D-1. DNPC e DC referem-se a direção normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV - imagem no modo de elétrons retroespalhados, 20 kV. Nas Figuras 4.12b-d a imagem foi gerada misturando-se o sinal do modo de elétrons secundários com o de retroespalhados.	72
4.16	Fractografia de uma parte do corpo-de-prova D-5 referente à: a) vista geral; b), c) e d) detalhe de <i>a)</i> . DNPC e DC referem-se às direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem no modo de elétrons secundários, 20 kV.	74
4.17	Fractografia do corpo-de-prova E-5 referente à: a) vista geral; b) e c) detalhe de E-4 em <i>a</i> ). DNPC e DC referem-se às direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem no modo de elétrons secundários, 30 kV.	75
4.18	Mapeamento de orientação (OIM) obtido com o auxílio da técnica de EBSD de alta resolução na região de cisalhamento induzida na amostra A-2.	79
4.19	Mapa de qualidade da imagem (IQ) da OIM da <i>Figura 4.18</i> (a) e as figuras de pólo {110} referentes à região da banda de cisalhamento em cada uma das áreas acima indicadas no mapa IQ (b).	80

Figura	Descrição	Página
4.20	Resultados do mapeamento de orientações realizado no interior da banda da amostra A-2: a) OIM; b) mapa IQ da OIM mostrando os ângulos de rotação dos contornos; c) perfil de diferença de orientação ao longo da linha teste da OIM; d) figura de pólo referente às lamelas (lado direito da OIM).	82
4.21	Mapeamento de orientação (OIM) obtido em cinco áreas consecutivas com o auxílio da técnica de EBSD de alta resolução na região de cisalhamento induzida na amostra A-3. Notar as maclas de deformação destacadas pelo retângulo branco.	84
4.22	Mapa de qualidade da imagem (IQ) da OIM da <i>Figura 4.21</i> e as figuras de pólo {110} referentes à região da banda de cisalhamento em cada uma das áreas indicadas na OIM.	85
4.23	Histograma da distribuição da fração de contornos em função da diferença de orientação ( $\psi$ ) presente no interior da banda de cisalhamento adiabática da amostra A-3 na regiões indicada na <i>Figura 4.21</i> : a) área 1; b) área 2; c) área 3; d) área 4; e) área 5; f) fração de contornos de alto ângulo em cada área analisada. $\overline{\psi}$ representa o valor médio de diferença de orientação na distribuição.	86
4.24	Resultados do mapeamento de orientações da região de cisalhamento da amostra A-4 mostrando: a) vista geral da região cisalhada (OIM e o respectivo mapa de qualidade da imagem); b) OIM da área dentro do retângulo branco indicado em <i>a</i> ) (interior da banda de cisalhamento adiabática) com os ângulos de rotação dos contornos. Notar que os retângulos tracejados mostram algumas regiões que exibem bandas de deslizamento.	89
4.25	Resultados do mapeamento de orientações da banda de cisalhamento da amostra A-4: a) OIM com os contornos com caráter de alto ângulo; b) figura de pólo da banda; c) histograma da fração de contornos presentes na OIM; d) detalhe da OIM apresentada em <i>a</i> ) com os ângulos de rotação dos contornos. $\overline{\psi}$ representa o valor médio de $\psi$ na distribuição.	90
4.26	Resultados do mapeamento de orientações da amostra A-4 obtidos num sistema convencional de EBSD referente à: a) OIM da região mapeada mostrando as figuras de pólo do grão e das maclas de deformação, respectivamente; b) mapa de qualidade da imagem (IQ) da OIM; c) mapa IQ da OIM mostrando os ângulos de rotação dos contornos; d) mapa IQ da OIM mostrando os contornos especiais do tipo CSL.	91

Figura	Descrição	Página
4.27	Resultados do mapeamento de orientação da região de cisalhamento forçada na amostra A-5: a) OIM mostrando a vista geral; b) mapa IQ e a respectiva OIM referente ao interior da banda de cisalhamento adiabática com os ângulos de rotação dos contornos; c) figura de pólo {110} da banda mostrada em <i>a</i> ).	94
4.28	Resultados do mapa de orientações no interior da banda de cisalhamento adiabática da amostra A-5: a) OIM e o respectivo mapa de qualidade da imagem (IQ); b) histograma da distribuição de contornos presentes na OIM; c) figura de pólo $\{110\}$ da banda de cisalhamento. $\overline{\psi}$ representa o valor médio de diferenca de orientação na distribuição.	95
4.29	Resultados do mapeamento de orientações da amostra C-3 referente à: a) OIM e o mapa de qualidade do padrão (IQ) da região de cisalhamento; b) OIM do interior da banda de cisalhamento; c) histograma da distribuição de tamanho de grão no interior da banda; d) ODF mostrando a seção de $\varphi_2 = 45^{\circ}$ referente a banda. Observações: i) notar que o mapa de orientações apresentado em <i>a</i> ) foi obtido com um sistema de EBSD convencional; ii) <i>D</i> refere-se ao tamanho médio de grão.	98
4.30	Mapeamento de orientações obtido num sistema de EBSD de alta resolução referente a região de cisalhamento induzida na amostra C-3.	100
4.31	Resultados do mapeamento de orientações na região de cisalhamento da amostra C-3: a) mapa de qualidade da imagem da OIM da Figura 4.30 dividindo as áreas 1 e 2; b) histograma da distribuição de tamanho de grão; c) ODF's mostrando a seção de $\varphi_2 = 45^\circ$ referente somente aos grãos recristalizados dentro das respectivas áreas indicadas; d) ODF's mostrando a seção de $\varphi_2 = 45^\circ$ da microestrutura lamelar das áreas 1 e 2. <i>D</i> refere-se ao tamanho médio de grão.	101
4.32	Resultados do mapeamento de orientações (varreduras 1 e 2) no interior da banda de cisalhamento adiabática induzida na amostra C-3 referente à: a) micrografia da região mapeada da varredura 1 (MEV – imagem no modo de elétrons secundários, 15 kV); b) OIM e o respectivo mapa de qualidade da imagem (IQ) da varredura 1; a) micrografia da região mapeada da varredura 2 (MEV – imagem no modo de elétrons secundários, 15 kV); b) OIM e o respectivo mapa IQ da varredura 2.	104
4.33	Mapeamento de orientação (OIM) via EBSD de alta resolução na região de cisalhamento induzida na amostra C-4. Notar que as linhas pretas de maior espessura indicam contornos de alto ângulo e as mais finas os contornos em que a $\psi$ < 15°.	108

Figura	Descrição	Página
4.34	Resultados do mapeamento de orientações na região de cisalhamento da amostra C-4 obtido via um sistema de EBSD de alta resolução: a) mapa de qualidade da imagem da OIM da Figura 4.33; b) b) figura de pólo referente a microestrutura lamelar no interior da banda; c) ODF mostrando a seção de $\varphi_2 = 45^\circ$ referente somente aos grãos recristalizados dentro da banda de cisalhamento adiabática; d) histograma da distribuição de tamanho de grão; e) histograma da fração de contornos presentes na região recristalizada da banda. <i>D</i> refere-se ao tamanho médio de grão. $\overline{\psi}$ representa o valor médio de $\psi$ na distribuição.	109
4.35	Mapeamento de orientação (OIM) via EBSD de alta resolução na região de cisalhamento induzida na amostra C-5. Notar que as linhas pretas de maior espessura indicam contornos de alto ângulo e as mais finas os contornos em que a $\psi$ < 15°. Os círculos vermelhos destacam alguns grãos que possivelmente são o resultado de um processo de rotação e coalescimento de subgrãos.	112
4.36	Resultados do mapeamento de orientações da amostra C-5 referente à: a) mapa de qualidade do padrão (IQ) da banda de cisalhamento; b) mapa Kernel de diferença média de orientação; c) figura de pólo referente as lamelas; d) figura de pólo referente aos grãos recristalizados; d) histograma da distribuição de tamanho de grão recristalizado; d) histograma da distribuição de diferença de orientações do mapeamento.	113
4.37	Perfil de dureza ao longo da região cisalhada após o ensaio de compressão dinâmica referente ao CP: a) A-3; b) A-4; c) A-5; d) C-3; e) C-4; f) C-5. Notar que $\xi$ é a largura média da banda de cisalhamento adiabática.	116

#### Resumo

O presente trabalho reporta os principais resultados da caracterização microestrutural e textural realizada em bandas de cisalhamento adiabáticas induzidas num aço IF (Interstitial Free) estabilizado ao titânio. O material foi deformado via compressão dinâmica sob altas taxas de deformação numa barra de impacto Hopkinson. Amostras cilíndricas com formato de "chapéu" foram submetidas a taxas de deformação que variaram entre 1,0.10<sup>4</sup> e 7,9·10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup> sob condições controladas. Os testes foram conduzidos em três distintas: -196 °C, -50 °C 25 °C. е А caracterização temperaturas microestrutural foi realizada com o auxílio das técnicas de microscopia ótica (MO), eletrônica de varredura (MEV) e de transmissão (MET). Os mapas de orientação das regiões cisalhadas foram realizados com o auxílio da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) convencional e de alta resolução. Medidas de microdureza Vickers foram realizadas ao longo das micro-regiões cisalhadas e no material de partida. A placa de aço IF na condição inicial possuía uma textura bastante fraca e aleatória. A morfologia e a largura das bandas de cisalhamento foram avaliadas em detalhes. A largura das bandas variou de 40 µm até cerca de 270 µm. Na maioria dos casos, a microestrutura da banda de cisalhamento consiste de uma estrutura lamelar bastante fina, com a espessura das lamelas variando entre 0,2 e 0,5 µm. Além disso, também foi possível determinar a textura local no interior das bandas e nos grãos adjacentes. Maclas de deformação foram observadas nos grãos vizinhos à banda de cisalhamento. Evidências microestruturais sugerem que estas maclas formaram-se antes da banda, indicando a existência de uma hierarquia bem definida de eventos durante a deformação. Foram observadas texturas dos tipos fibra- $\gamma$  e fibra- $\alpha$  no interior das bandas nas três temperaturas investigadas. O mecanismo de recristalização dinâmica rotacional pode explicar o surgimento da nova estrutura de grãos ultrafinos (0,1-0,5 µm) observada no interior das bandas de cisalhamento. A presença de subgrãos alongados e também de grãos perfeitamente alinhados em regiões que lembravam lamelas préexistentes no interior da banda são evidências que corroboram a ocorrência deste mecanismo.

## Abstract

The present work reports the main results of the textural and microstructural characterization performed in shock-induced adiabatic shear bands in a titanium-stabilized interstitial-free steel. The material was dynamically compressed in a split Hopkinson bar at high strain rates. Cylindrical hat-shaped specimens were strained at strain rates varying from 1.0•10<sup>4</sup> to 7.9•10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>. The tests were carried out at temperatures of -196 °C, -50 °C, and 25 °C. Light optical microscopy (LOM), scanning electron microscopy (SEM), and transmission electron mioroscopy (TEM) were employed te perform the microestrutural characterization. Orientation Imaging Microscopy (OIM) maps of the shear regions were obtained with aid of conventional and high-resolution Electron Backscatter Diffraction (EBSD) techniques. Vickers microhardness testing was done in the vicinity and within shear bands and in the starting material. Results show a weak and diffuse (random) texture in the IE-steel plate (initial state). A detailed investigation on the morphology of the adiabatic shear bands was conducted. The width of the shear bands varied from 40µm to about 270 µm. In most of the cases, the microstructure of the adiabatic shear bands consists of a fine lamellar structure. The thickness of the lamellae is about 0.2-0.5µm. Furthermore, the local texture within bands and in the neighboring grains was determined. Deformation twins were observed in the vicinity of the shear bands. Microstructural evidence suggests mechanical twinning occurs before the flow associated te shear banding indicating a well-defined hierarchy of the events during straining. Independent of the test temperature  $\gamma$ - and  $\alpha$ fiber texture components are found within shear bands. Dynamic rotational recrystallization is a plausible mechanism te expiam the development of a new structure consisting of ultrafine grains (0.1-0.5  $\mu$ m) within shears bands. The presence of elongated subgrains and grama perfectly aligned within regions resembling a former lamellar structure within bands supports the occurrence of such a mechanism.

### 1 – Introdução

As heterogeneidades de deformação desempenham um importante papel no comportamento dos materiais frente ao recozimento. Estas regiões são descritas como locais em que existe uma enorme quantidade de defeitos cristalinos e onde predominam grandes diferenças de orientação entre os elementos da subestrutura, dentre as quais destacam-se as bandas de deformação, de transição, de cisalhamento e de dobramento [1,2]. Nos metais em que ocorre a formação destas bandas e também de maclas mecânicas, a nucleação ocorre, inicialmente, nas interseções dessas heterogeneidades ou junto a elas. De um modo geral, estes locais propiciam sítios preferenciais para a recristalização em virtude das grandes curvaturas desenvolvidas durante a deformação plástica.

As bandas de cisalhamento têm recebido bastante atenção na literatura por causa da sua considerável importância tecnológica e principalmente pelo seu caráter como precursor de falhas catastróficas [3-5]. Estas bandas são observadas em regiões que sofreram um cisalhamento concentrado. A microestrutura destas bandas é caracterizada por uma estrutura tipicamente lamelar, característica de materiais bastante deformados. Outra característica marcante destas bandas é a sua independência em relação à orientação cristalográfica local. Estas heterogeneidades atravessam um grande número de grãos e tendem a se desenvolver mais facilmente em condições de deformação plástica adiabática sob elevadas taxas de deformação (> 10<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>). Os metais são submetidos freqüentemente a elevadas tensões cisalhantes sob altas taxas de deformação em diversas operações tais como impacto balístico, usinagem, corte de metais, soldagem de peças ou chapas por explosão, deformação em temperaturas criogênicas e na conformação mecânica de alta velocidade [6,7].

Várias investigações têm sido realizadas visando avaliar e simular o comportamento mecânico dos materiais submetidos a tensões cisalhantes sob altas taxas de deformação por muitos modelos constitutivos. Dentre esses modelos, pode-se destacar os formulados por *Johnson-Cook* [8], *Zerilli-Armstrong* [9], *Bodner-Partom* [10] e *Follansbee-Kocks* [11].

Por definição, as bandas de cisalhamento adiabáticas são produtos de um processo bastante intenso e localizado de deformação plástica em tempos muito curtos. Neste tipo de processo, não há tempo suficiente para a dissipação do calor para as vizinhanças da região cisalhada, ocasionando, portanto, uma elevação de temperatura (*temperature rise*) bastante localizada nas bandas. Vários autores sugerem que este aquecimento localizado pode disparar o processo de recristalização no interior destas bandas. Além dos aspectos ligados à recristalização, o estudo da evolução microestrutural das bandas de cisalhamento adiabáticas tem abordado com bastante ênfase os fenômenos de recuperação dinâmica, amorfização e transformação de fases em diversos materiais, tais como: cobre de alta pureza [12-15], ferro [15], metais refratários [16-22], as ligas de alumínio [23-25], cerâmicas [26] e alguns tipos de aços ao carbono e ligados [23,27-32].

Até o presente momento, não existem relatos sobre o comportamento mecânico de um aço IF comercial estabilizado ao titânio deformado sob altas taxas de deformação e da ocorrência de competição microestrutural (recristalização versus recuperação) em bandas de cisalhamento adiabáticas forçadas neste material. Além disso, a escolha de um aço microligado comercial se justifica por sua microestrutura inicial ser relativamente simples. O material consiste de uma matriz ferrítica contendo pouco titânio em solução e baixa fração de partículas de segunda fase, em geral nitretos e carbonitretos de titânio. Uma outra relevante justificativa é que a maioria das investigações que empregam deformação plástica severa (DPS)<sup>1</sup> tem se limitado aos metais com estrutura cúbica de face centrada (CFC) [33].

Além de todas as justificativas apresentadas anteriormente, maiores informações sobre a evolução microestrutural após a aplicação de DPS em aços IF-Ti podem contribuir para significativos avanços no modelamento matemático dos processos industriais de conformação mecânica. Além disso, pode-se fornecer dados para utilização em simulações computacionais (análise por elementos finitos – *Finite Element Analysis* - FEA). Vale lembrar que a principal aplicação industrial destes aços IF é a manufatura de peças para o

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Vários autores argumentam que o método que introduz deformação de forma controlada sob altas taxas de deformação e/ou elevadas tensões cisalhantes pode ser considerado como uma técnica de DPS [30]. Estas técnicas podem alcançar valores elevados de deformação verdadeira em comparação aos processos convencionais de conformação plástica.

setor automobilístico. Estas peças são produzidas a partir da estampagem profunda de chapas laminadas a frio e posteriormente recozidas.

Neste contexto, o principal objetivo deste trabalho foi avaliar a evolução microestrutural e textural nas regiões que sofreram cisalhamento num aço IF estabilizado ao titânio comercial deformado sob condições controladas. Estas regiões referem-se ao interior das bandas de cisalhamento adiabáticas induzidas e também as áreas correspondentes aos seus grãos vizinhos. A deformação plástica severa foi aplicada no material via compressão dinâmica (shock-loading) utilizando-se uma barra de impacto Hopkinson em três temperaturas distintas (-196, -50 e 25 °C). A caracterização microestrutural das bandas e das regiões adjacentes foi realizada com o auxílio das técnicas de microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). Já a microtextura e as relações de orientação cristalográfica entre os elementos da subestrutura (mesotextura) foram obtidas via difração de elétrons retroespalhados (Electron Backscatter *Diffraction* – EBSD<sup>2</sup>) convencional e de alta resolução. A macrotextura do material na condição inicial também foi analisada com o auxílio da técnica de difração de raios X (DRX). A avaliação da variação da dureza ao longo das regiões cisalhadas foi conduzida por meio de impressões de microdureza Vickers e também foram realizadas medidas no material de partida.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> A técnica de EBSD também é conhecida e citada na literatura por diversos autores como EBSP – *Electron Backscatter Patterns* [34].

#### 2 – Revisão da Literatura

#### 2.1 – Aço IF

Os aços IF (*Interstitial Free*) ou livres de intersticiais são consumidos em grandes quantidades desde meados da década de 70. A grande aplicação deste tipo de aço concentra-se na indústria automobilística em função da sua excelente conformabilidade em operações de estampagem profunda. O material após o processamento termomecânico apresenta excelente ductilidade, alta percentagem de alongamento total e elevado índice de anisotropia plástica. Estas características permitem a fabricação e o constante desenvolvimento de novos projetos de carrocerias e painéis para automóveis.

Os baixíssimos teores de carbono e nitrogênio (~ 30-50 ppm) e a adição de elementos microligantes são responsáveis pela existência de uma matriz ferrítica bastante limpa. Assim sendo, a matriz é considerada livre de elementos em solução sólida e também de inclusões. A ausência de carbono em solução nestes aços explica o fato do material durante a deformação a quente não apresentar o fenômeno de envelhecimento dinâmico [35]. Estas características metalúrgicas favorecem uma conformabilidade bastante superior em comparação aos aços de baixo carbono convencionais. O controle da textura cristalográfica e as outras variáveis que influenciam o processo de estampagem profunda em aços de baixo carbono foram amplamente discutidas em [36].

Basicamente existem três concepções para o projeto dos aços IF: estabilização ao titânio, ao nióbio e ao Ti+Nb, podendo ter ainda adições de boro e/ou vanádio. A adição destes elementos nos aços tem um efeito bastante significativo nas variáveis do processamento termomecânico. Os metais podem precipitar como carbonetos, nitretos ou carbonitretos na austenita e também na ferrita durante o processamento termomecânico, contribuindo para alterar as propriedades mecânicas através de uma variedade de eventos microestruturais. Devido à semelhança das estruturas atômicas, os carbonetos e nitretos dos metais adicionados podem se misturar, formando carbonitretos com estrutura CFC do tipo NaCl. Pode-se, ainda, formar uma fina dispersão de precipitados dando origem aos seguintes produtos: NbC, TiC ou (Nb,Ti)C, TiC, TiCN, TiN, Nb(CN), AIN, NbC, MnS e Ti<sub>4</sub>C<sub>2</sub>S<sub>2</sub> [37-39].

A elevada ductilidade e as boas características de estampabilidade que aparece nos aços IF após o processamento termomecânico deve-se à existência de uma forte textura do tipo fibra  $\gamma$  (<111> // DN, onde DN é a direção normal à direção de laminação) e também da componente {554}<225>. Esta textura do tipo fibra  $\gamma$  é proveniente do processo de recristalização e aceita-se que este fenômeno ocorra via nucleação preferencial e/ou crescimento orientado dos grãos  $\gamma$ . Já a componente {554}<225> é atribuída ao processo de nucleação junto às *bandas de cisalhamento (in-grain shear bands*<sup>3</sup>) que são observadas durante o processo de laminação a frio [40]. Existem vários indicativos de que a nucleação orientada seja a teoria que melhor explique a evolução das componentes de textura encontradas depois do recozimento no material [35,38]. Além disso, tem-se ainda a influência da nucleação de novos grãos junto aos contornos de grão e a partir das heterogeneidades de deformação no processo de recristalização para melhor descrever a textura do material.

A literatura tem destacado o papel das bandas de cisalhamento na formação da textura de recozimento do aço IF laminado a frio. Em geral, a partir de reduções da seção transversal da ordem de 70% existe uma intensa formação de "bandas de cisalhamento" nos grãos com orientação do tipo {111}<112> que promove um ligeiro fortalecimento da textura de deformação e grande influência no processo de recristalização [41]. Jonas também reportou em [35] que as *in-grain shear bands* também influenciam a componente {111} // DN produzida após a laminação a quente no campo austenítico. A textura dos aços IF também é bastante afetada pela composição química. Vale lembrar que os materiais comerciais apresentam um rígido controle no seu processamento visando produzir determinadas texturas para aplicações específicas.

A laminação a quente dos aços de baixo carbono divide-se em quatro estágios principais: solubilização, esboçamento (laminação no campo austenítico), acabamento (laminação em temperaturas mais baixas no campo

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Na realidade estas bandas aparecem contidas no interior de grãos individuais e não interceptam os domínios dos contornos de grão. Assim sendo, a nomenclatura mais apropriada para se descrever estas heterogeneidades deveria ser o termo bandas de deformação.

ferrítico) e controle do resfriamento (basicamente a temperatura de bobinamento). O tratamento de solubilização consiste no reaquecimento do material em uma temperatura entre 1000 e 1300 °C. Nos aços de baixo carbono convencionais esta temperatura é selecionada para que todos os precipitados, com exceção do TiN, estejam solubilizados. No caso dos aços IF este requisito não é necessário. Já na operação de esboçamento, o refino da austenita é realizado durante a laminação a quente e é de grande importância na obtenção de uma estrutura ferrítica poligonal otimizada após transformação. Em altas temperaturas, a austenita pode recristalizar rapidamente e o refino é obtido por sucessivas recristalizações durante as reduções de laminação. Em temperaturas menores, os grãos da austenita se tornam deformados durante a laminação formando uma ferrita equiaxial refinada após a transformação de fases [42]. Durante a transformação austenita-ferrita, os aços baixo carbono e IF normalmente apresentam relações de orientação entre a fase parenta e a produto seguindo o modelo formulado por Kurdjumov-Sachs [43]. De acordo com este modelo, cada orientação da fase parente na transformação origina outras 24 componentes. A laminação no campo ferrítico favorece a formação de uma subestrutura bastante recuperada. No caso dos aços IF, isto é evidenciado pela presença de uma estrutura de subgrãos. O processo de recuperação dinâmica ocorre em função das baixas densidades de discordâncias encontradas na matriz ferrítica após a deformação e da temperatura de trabalho (500-850 °C) que favorece um aperfeiçoamento dos subgrãos existentes durante esta etapa de acabamento.

Na laminação de tiras a quente de aços IF-Ti a temperatura de bobinamento não é crítica como no caso dos outros aços utilizados para estampagem. Nestes aços o nitrogênio se combina com o Ti para formar TiN em temperaturas elevadas, superiores a 1300 °C, não ocorrendo à formação de AIN, tanto no bobinamento como no recozimento posterior a laminação a frio. Com isto não há um comprometimento significativo da ductilidade do produto final [37].

A textura final dos aços IF é bastante influenciada por todas as etapas do processamento termomecânico. No entanto, a literatura tem apresentado um maior interesse nas etapas de laminação a quente (campo ferrítico) e a frio com ênfase no subseqüente recozimento contínuo [35,38,41,44]. Neste contexto, o processo de laminação a quente no campo austenítico tem sido considerado como uma etapa intermediária na produção industrial de chapas de aço IF. A literatura reporta apenas alguns poucos estudos sobre a evolução microestrutural deste tipo de aço processado nestas condições [42,43].

*Ray* e seus colaboradores apresentam em [36] uma ampla revisão sobre o desenvolvimento histórico da produção dos aços IF e também sobre aspectos relevantes do desenvolvimento da textura cristalográfica nas etapas de laminação (a quente e a frio) e também após o recozimento.

*Baker* e colaboradores destacam que atualmente em razão dos custos envolvidos e da necessidade de materiais resistentes e leves, as indústrias automobilísticas têm optado por aços do tipo *super-ultralow carbon* (< 30 ppm de C) com pequenas adições de titânio e nióbio [45].

#### 2.2 – O estado deformado

#### 2.2.1 - Energia armazenada na deformação plástica

Durante o processo de deformação plástica ocorrem sucessivas modificações na microestrutura de um metal. A principal conseqüência é um aumento da densidade de discordâncias no material que fornece o potencial energético para a ocorrência dos fenômenos de recuperação e/ou recristalização. Um aumento na área total dos contornos de grão também ocorre com o avanço da deformação em função das discordâncias que são geradas para acomodar as crescentes tensões. Aparece também, em nível microscópico, uma estrutura interna dentro dos grãos. Outro efeito relevante é a mudança gradativa na orientação cristalográfica dos grãos de um policristal que tendem a se alinhar em torno da direção da tensão aplicada [1,2].

A microestrutura desenvolvida durante a deformação plástica de um metal depende da sua estrutura cristalina, da temperatura e da deformação aplicada, da composição química, do modo e da taxa de deformação. Outro fator de grande importância é a energia de defeito de empilhamento (EDE), que no caso do ferro- $\alpha$  é muito alta. Nos metais com elevada EDE a ocorrência de escorregamento com desvio e da escalada é facilitada. Neste caso, a alta

mobilidade das discordâncias permite a aniquilação de discordâncias vizinhas com sinais opostos.

A maior parte da energia aplicada nos processos de conformação plástica de um metal dissipa-se sob a forma de calor e apenas uma pequena parcela permanece armazenada no metal. *Humphreys* e *Hatherly* [1] reportam uma parcela em torno de 1%, enquanto que *Kapoor* e *Nemat-Nasser* [46] citam que este valor seria menor que 5% sob baixas taxas de deformação. Recentemente, *Diligent* e seus colaboradores [47] relataram que uma parcela da ordem de 10% pode ser armazenada nos materiais deformados a frio. Portanto, percebe-se que a literatura é controversa na definição do verdadeiro percentual de energia armazenada nos metais.

Durante a deformação, quando a taxa de calor gerada é maior que o calor dissipado, a temperatura no material aumenta e dependendo da intensidade, várias modificações na microestrutura podem ocorrer. Vale ressaltar que os diversos modelos constitutivos encontrados na literatura para descrever o escoamento plástico dos metais durante a deformação dependem da taxa de deformação, da temperatura de trabalho, estrutura cristalina e principalmente da parcela da energia armazenada na forma de defeitos.

A energia armazenada no metal após a deformação é devida à presença de lacunas, intersticiais e principalmente ao somatório dos campos de energia elástica de todas as discordâncias acumuladas no material. Os defeitos de ponto, em razão da elevada mobilidade, não contribuem de forma significativa, exceto quando a deformação plástica ocorre em temperaturas muito baixas e/ou sob altas taxas. Deve-se ressaltar que os metais de alta EDE tendem a apresentar uma distribuição heterogênea de discordâncias denominada de estrutura celular.

Alguns autores têm relatado algumas relações entre a energia armazenada nos grãos de materiais deformados e suas orientações individuais em função dos mecanismos de nucleação [48]. A energia armazenada tem sido determinada experimentalmente por diferentes métodos diretos como difração de raios X ou de nêutrons visando relacionar os valores encontrados com a orientação cristalográfica dos grãos. O principal método indireto é a observação via MET que avalia a morfologia das células de discordância. Determina-se neste caso, o tamanho médio das células e o seu grau de desorientação com os elementos vizinhos. Sabe-se que os grãos que possuem maiores energias armazenadas tendem a recristalizar mais prontamente. Por exemplo, em aços de baixo carbono a energia armazenada (E) varia com a orientação de acordo com a seguinte relação:  $E_{(110)} > E_{(111)} > E_{(112)} > E_{(100)}$ . Já nos aços IF estabilizados ao titânio e/ou nióbio, a literatura reporta que o processo de nucleação começa preferencialmente nos grãos {111}. Grãos com esta orientação possuem os mais altos valores de energia armazenada neste tipo de material [47].

#### 2.2.2 – Subdivisão dos grãos

A microestrutura desenvolvida durante a deformação plástica determina o comportamento do metal frente aos mecanismos de restauração microestrutural durante o recozimento. De um modo geral, metais com elevada EDE tendem a desenvolver as chamadas estruturas de discordâncias de baixa energia (*"Low-Energy Dislocations Structures" - LEDS*), conforme a teoria proposta inicialmente por *Seeger* e aperfeiçoada por *Kuhlmann-Wilsdorf* [49]. Estas estruturas caracterizam-se pela alternância de regiões com elevada densidade de discordâncias com locais de baixa densidade de discordâncias, tais como o interior de células e subgrãos.

Durante o processo de deformação plástica também ocorre a subdivisão do grão dentro de regiões diferentemente orientadas devido à necessidade de acomodação das crescentes tensões geradas. *Bay* e colaboradores [50] sugerem como princípio governante do processo de deformação plástica a seleção e o número dos diferentes sistemas de deslizamento que atuam simultaneamente entre os cristalitos. O processo de subdivisão pode ser explicado por meio de um modelo que considera a ocorrência de deformação plástica em duas escalas [51]. Alguns autores também incluem uma terceira escala, aplicável ao estágio inicial da subdivisão de grãos grosseiros e a alguns monocristais com orientações especiais pela atuação de heterogeneidades de deformação [52,53].

A menor escala de subdivisão é conduzida pelos contornos das células de discordâncias ("*dislocation cell boundary*") que apresentam em média

pequenos valores de desorientação, enguanto que a maior subdivisão é feita pelos contornos geometricamente necessários ("GNBs - Geometrically Necessary Boundaries") que circundam grupos de células com grandes diferenças de orientação. As paredes das células são formadas por discordâncias que interagiram entre si de modo aleatório, compartilhando praticamente os mesmos sistemas de deslizamento, emaranhando-se e formando os contornos incidentais ("IDBs – Incidental Dislocation Boundaries"). A grande diferença de orientação surge da necessidade geométrica de acomodação de diferentes partes do cristal. Estas partes são regiões deformadas diferentemente em função do processo de subdivisão local. Os contornos geometricamente necessários incluem as microbandas ("MBs -Microbands"), densas paredes de discordâncias ("DDWs – Dense Dislocation Walls") e subgrãos para pequenas e médias deformações. Com o aumento da deformação, as células de discordâncias tornam-se mais achatadas e as DDWs e MBs são substituídas por contornos de alto ângulo. Normalmente estes contornos evoluem para uma estrutura lamelar com o aumento da deformação.

O espaçamento entre os GNBs e os IDBs diminui com o aumento da deformação. Já a diferença de orientação entre as regiões delimitadas por esses contornos tende a aumentar com o aumento da deformação plástica.

Com o aumento da deformação plástica, na região em que predomina a microestrutura lamelar, ocorrem grandes rotações no cristal, dando origem à formação de contornos de alto ângulo que dividem regiões com orientações bastante distintas. Contornos de alto ângulo com diferenças de orientação de até 60° podem ser formados em virtude desta rotação. Deste modo, conclui-se que o número de contornos de alto ângulo num metal com elevada EDE é muito maior que o número original de contornos de grão.

Este modelo foi observado experimentalmente a partir da investigação da evolução microestrutural de metais bastante deformados [50,54,55]. Atualmente, aceita-se que os metais com elevada EDE obedecem a este modelo microestrutural. Recentemente, *Li* e seus colaboradores [56] também reportaram que a evolução microestrutural exibida pelo aço IF também seguia o mesmo padrão descrito por outros autores na literatura para metais CFC

como alumínio e o níquel. No entanto, observou-se que o aço IF mostrou uma maior tendência a um deslizamento bastante localizado em comparação aos metais CFC principalmente em deformações moderadas. Esta conclusão se deve a presença e a identificação de bandas de micro-cisalhamento localizado no material.

A Figura 2.1 apresenta de forma esquemática a evolução microestrutural típica que ocorre em metais e ligas com o aumento da deformação, de acordo com o modelo da subdivisão dos grãos apresentado anteriormente.



**Figura 2.1:** Desenho esquemático de microestruturas no estado encruado: a) deformações intermediárias ( $\varepsilon = 0,06 - 0,80$ ); b) grandes deformações ( $\varepsilon > 1$ ) [55].

#### 2.2.3 – Heterogeneidades de deformação

As heterogeneidades de deformação têm sido observadas tanto para metais com grãos grosseiros quanto para materiais nanocristalinos por vários pesquisadores ao longo dos anos [1,2,53,57,58]. Vários estudos também têm enfatizado o potencial tecnológico das heterogeneidades na microestrutura de diferentes tipos de materiais e condições de processamento. Na prática, a deformação plástica de um metal não ocorre de forma homogênea. De uma maneira geral, pode-se dizer que as heterogeneidades de deformação são formadas em conseqüência da ativação de novos sistemas de deslizamento com o objetivo de acomodar localmente as flutuações das tensões induzidas na microestrutura. Em seguida, as principais heterogeneidades de deformação encontradas em metais deformados são descritas. As bandas de cisalhamento serão abordadas em maiores detalhes no item 2.3 desta Tese.

#### 2.2.3.1 – Bandas de deformação

A observação das bandas de deformação foi reportada pela primeira vez em 1940 por *Barret* e *Levenson*. Este termo é o mais geral e se refere à maioria das heterogeneidades encontradas nas microestruturas dos metais após a deformação. Normalmente ocorrem em materiais com granulometria grosseira (> 500  $\mu$ m). Uma banda de deformação pode ser definida como um volume dentro de um grão que possui uma orientação constante e significativamente diferente de outras regiões do mesmo grão [1,2].

A natureza das bandas de deformação tem sido estudada nos últimos anos devido à sua contribuição na formação de texturas de deformação. *Chin* identificou dois tipos de bandas de deformação [1]. Um deles está associado à ativação de diferentes sistemas de deslizamento. Em muitos casos a deformação imposta pode ser acomodada por diferentes conjuntos de sistemas de deslizamento, estes diferentes conjuntos levam à ocorrência de rotação em várias direções. No segundo tipo, as bandas são formadas quando diferentes regiões do mesmo grão experimentam deformações diferentes. Outra característica importante de qualquer um dos tipos de bandas de deformação é que elas sempre ficam contidas dentro do grão.

De acordo com as observações de *Lee et al.* [59], o bandeamento proveniente do processo de deformação plástica é dependente dentre outros fatores da orientação inicial do cristal, do tamanho de grão e do grau de deformação aplicado ao material. Portanto, os materiais formados por grãos grosseiros tendem a formar mais bandas de deformação que aqueles com estrutura de grãos finos. Sugerem também que o número de bandas formadas num grão é proporcional à raiz quadrada do tamanho de grão inicial.

No caso dos aços baixo carbono microligados, a literatura destaca que as bandas de deformação são observadas durante a laminação a quente na região austenítica. Isto ocorre nos casos em que a temperatura de laminação e o grau de deformação acumulado no material não são eficientes para promover o processo de recristalização dinâmica. Além disso, caso a redução por passe também seja superior a 20%, as bandas de deformação também podem ser geradas em razão de maiores tensões induzidas na austenita. Neste processo, além das bandas também são formadas algumas maclas mecânicas. A ferrita, nestes casos, nucleia a partir das bandas de deformação e das maclas. Numa estrutura totalmente recristalizada, a ferrita seria nucleada apenas a partir dos contornos de grão da austenita [42].

#### 2.2.3.2 – Bandas de transição

Hutchinson reportou em [60] que as bandas de transição são uma interface entre duas bandas de deformação. São também caracterizadas pela constante mudança de orientação cristalográfica. Uma banda de transição desenvolve-se quando volumes vizinhos de um mesmo grão deformam-se pela ação de diferentes sistemas de deslizamento. A formação da banda ocorre mediante a diferenças locais no estado de tensão em regiões adjacentes causando sucessivas rotações cristalográficas da rede cristalina. As bandas de transição subdividem a microestrutura formando regiões onde predominam grandes diferenças de orientação [1]. O início da recristalização está sempre associado à existência de grandes diferenças de orientação no reticulado. As células de discordâncias dentro das bandas de transição são menores e mais alongadas na direção da banda ou da solicitação mecânica. As bandas de transição, assim como as bandas de deformação, ficam delimitadas no interior dos grãos [53]. Um par de bandas de transição forma a chamada banda de dobramento (da língua inglesa, *kink band*).

*Inokuti* e *Doherty* reportaram em [61] diferenças de orientação (~50°) entre as bandas de transição e a matriz das amostras de ferro- $\alpha$  com grãos grosseiros deformado via compressão em 40% de redução em área. As bandas de transição são regiões de grandes gradientes de orientação e, portanto, atuam como locais preferenciais para o início da recristalização.

#### 2.2.3.3 – Bandas de dobramento

As bandas de dobramento são definidas como bandas de deformação que separam regiões de mesma orientação, sendo caracterizadas por uma abrupta mudança de direção no reticulado cristalino [1]. Em muitos casos estas bandas ocorrem entre regiões aproximadamente paralelas, envolvendo uma dupla mudança de orientação.

A formação das bandas de dobramento pode explicar a deformação de numerosos materiais, tais como metais, rochas, cristais orgânicos, laminados de borracha, fibras orientadas de polímeros, madeira, fibras de grafite e compósitos. Às vezes, a formação deste tipo de banda nos sólidos cristalinos é um mecanismo bastante incomum de deformação. *Barsoum* e seus colaboradores. [62] reportam que estas bandas são um modo de deformação tipicamente observado em metais com estrutura hexagonal compacta (HC) com razão c/a maior que 1,732.

#### 2.2.3.4 – Microbandas

São estruturas que separam diferentes blocos de células de discordâncias em metais e ligas deformados plasticamente (pequenas e médias deformações). Existem controvérsias quanto aos mecanismos que explicam sua formação [63]. As microbandas tem a forma de lâminas longas e estreitas, possuem espessuras variando entre 0,1 e 0,4 µm e atravessam todo o comprimento dos grãos. As paredes das microbandas são formadas por grupos de discordâncias similares àquelas encontradas nas células de deformação, mas, diferentemente das células de deformação, a densidade de discordâncias no interior das microbandas é relativamente alta [1]. A diferença de orientação entre as microbandas e a matriz geralmente é pequena.

Normalmente as heterogeneidades de deformação são observadas em metais deformados a temperatura ambiente. *Rizhi* e *Lei* reportam em [64] a presença de microbandas em amostras de um ferro comercialmente puro laminado a quente a 800 °C. Neste ferro puro, as microbandas com um tamanho de cerca de 0,2  $\mu$ m foram identificadas em amostras com 20% de redução. Foi sugerido que as bandas foram formadas a partir de um emaranhado de discordâncias. Depois de grandes quantidades de deformação ( $\epsilon > 1$ ) em metais com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) as microbandas formam grupos com características similares as bandas de cisalhamento em metais CFC [65].

Em aços ferríticos e no ferro- $\alpha$ , as microbandas aparecem preferencialmente em grãos com orientações próximas a {211}<110> e {111}<211> [65,66]. *Nesterova* e colaboradores [39] realizaram uma investigação detalhada da evolução microestrutural de um aço IF estabilizado ao titânio via MET. Concluiu-se que a formação das microbandas está relacionada a uma forte dependência da orientação cristalográfica nos grãos com orientação do tipo {110} ou {112} mesmo após apenas 10% de redução em área das amostras submetidas a ensaios de tração. Além disso, também foi observado que as diferenças de orientação entre as microbandas e a matriz não ultrapassava alguns poucos graus. Resultados semelhantes a este também foram reportados em [64] para um ferro- $\alpha$  comercialmente puro.

#### 2.3 – Bandas de cisalhamento

Por causa da sua considerável importância tecnológica e o seu potencial como precursor de falhas repentinas elas receberam muito mais atenção na literatura que as bandas de deformação. As bandas de cisalhamento são formadas no material como um todo, independente da estrutura de grãos e dependente do modo e da quantidade de deformação. Devido a uma instabilidade durante o processo de deformação estas bandas aparecem como o resultado da ação de um estado de tensões heterogêneas. De uma forma geral, as bandas de cisalhamento são geradas principalmente pelo escorregamento em regiões de máxima tensão macroscópica de cisalhamento e em planos nos quais a deformação ocorre mais facilmente.

A literatura diferencia estas bandas em isotérmicas e adiabáticas. A seguir são descritos estes dois tipos de bandas de cisalhamento. Vale lembrar que, as últimas são objetos de estudo deste trabalho.

#### 2.3.1 – Bandas de cisalhamento isotérmicas

As bandas que são formadas em temperatura ambiente e durante os processos de conformação plástica sob a ação de baixas taxas de deformação são conhecidas como isotérmicas [67]. Ao contrário das bandas adiabáticas, o calor gerado no interior destas bandas é equivalente ao calor dissipado, ou seja, a temperatura no material não aumenta de forma a disparar qualquer

processo de mudança microestrutural. Essas regiões formam ângulos de aproximadamente 30 a 60° em relação à direção de deformação. Em materiais laminados, observou-se que elas ocorrem a aproximadamente 35° em relação à direção de laminação (DL) na seção DL-DT, onde DT refere-se a direção transversal à DL. As bandas de cisalhamento não se limitam a um determinado grão, podendo atravessar vários grãos (*multi-grain scale*). Ocorrem freqüentemente em metais altamente deformados. As bandas de cisalhamento também são heterogeneidades importantes no início da recristalização [1,2,53].

A literatura também reporta que as bandas de cisalhamento causam instabilidades nos processos de escoamento plástico de metais ou ligas dúcteis. E nestes casos, o processo de fratura ocorre devido à nucleação e o subseqüente crescimento e coalescimento de vazios (*voids*).

As bandas de cisalhamento também apresentam a característica da sua orientação cristalográfica ser aproximadamente a mesma ao longo da sua largura. Recentemente a técnica de EBSD começou a ser utilizada no estudo de bandas de cisalhamento isotérmicas e de suas relações de orientação local [68,69].

#### 2.3.2 – Bandas de cisalhamento adiabáticas

Este tipo de banda, conforme mencionado anteriormente, surge em decorrência de um processo bastante intenso e localizado de deformação plástica em tempos muito curtos. Neste tipo de processo não há tempo suficiente para a dissipação do calor para locais distantes da região cisalhada, ocasionando, portanto, uma elevação de temperatura localizada dentro das bandas. Neste tipo de heterogeneidade de deformação tanto a temperatura quanto a deformação cisalhante e a taxa de deformação plástica aumentam em uma ordem de magnitude em um intervalo de tempo muito curto após a passagem da banda [70]. Além disso, a tensão de escoamento também cai rapidamente devido a um processo de amolecimento termicamente ativado.

Para a maioria dos metais contendo bandas de cisalhamento adiabáticas resultantes de um processo de deformação sob altas taxas de deformação, a largura destas heterogeneidades é da ordem de uns poucos micrômetros e o comprimento varia de uns poucos milímetros até algumas dezenas de

centímetros. Além disso, inúmeras alterações microestruturais são observadas no seu interior e nas vizinhanças da região cisalhada. Como exemplo, pode-se citar a formação de defeitos de ponto, estruturas de discordâncias bastante emaranhadas ou em avalanches, nucleação de vazios (*voids* e *microvoids*), rotações de partículas e precipitados, transformações de fase, reações de estado-sólido (amorfização) e fragmentação de grãos.

Vários autores mencionam a existência de diferentes morfologias das bandas de cisalhamento encontradas nos metais. *Timothy* [4] reporta que as bandas foram classificadas por Backman e Finnegan em "transformadas" e "deformadas". Esta classificação foi adotada tendo em vista as observações metalográficas realizadas em ensaios balísticos. Os aços, ainda nos tempos atuais, seguem esta antiga classificação em que as reações martensíticas eram freqüentemente reportadas como uma microestrutura que aparecia no interior das bandas de cisalhamento dos aços [27]. No entanto, quando a banda é bastante localizada (largura da ordem de uns poucos micrometros), pode-se afirmar que a banda é uma estrutura deformada. Deve-se salientar que o termo "transformada" está associado primeiramente a transformação de fase. No caso especifico dos aços, as bandas transformadas eram identificadas mediante a coloração exibida pela região após a área cisalhada ser atacada por uma solução de Nital. As bandas que ficavam brancas ou claras eram classificadas como transformadas (White-etching bands) e as regiões que se apresentam escuras como apenas deformadas (Dark-etching bands). Esta análise era realizada com o auxílio da técnica de microscopia ótica de campo claro. Wittman e seus colaboradores [31] reportam que uma análise baseada somente na observação da superfície atacada por Nital poderia levar a conclusões equivocadas sobre a microestrutura de uma banda de cisalhamento formada em um aço AISI 4340. Recentemente, Meyers e seus co-autores em [30] também reportaram a identificação de uma região que sofreu um processo de amorfização no interior de uma banda de cisalhamento de um aço inoxidável 304L. Os exemplos apresentados acima mostram que a classificação mediante apenas a observação da região cisalhada baseada na sua aparência não caracteriza a microestrutura de forma satisfatória.

De acordo com a literatura, os metais CCC são mais propensos a exibir bandas de cisalhamento que os metais CFC [71]. Estas diferenças são atribuídas aos diferentes comportamentos em relação aos mecanismos de escoamento plástico entre os dois tipos de metais. Os metais CCC são fortemente dependentes da temperatura e taxa de deformação. Em contraste, os metais CFC são fortemente influenciados somente pela continuidade do processo da deformação. No caso de pequenas deformações os metais CFC não apresentam uma forte dependência tanto com a temperatura quanto com a taxa de deformação. Além disso, as intersecções das florestas de discordâncias que se acumulam com o prosseguimento do processo de deformação nos metais CFC são ativadas termicamente e se liberam durante o processo de deformação sob elevadas taxas. Esta liberação leva o material a escoar de forma bastante estável. Já para os metais CCC, uma concentração mais severa de tensões nos locais em que se formam os empilhamentos de discordâncias (*pile-up*) ocorre de forma mais pronunciada que nos metais CFC. Normalmente, estes locais de *pile-up* são contornos de grão. O escoamento plástico dos metais CCC nesses casos apresenta uma forte dependência com o tamanho de grão do policristal (relação de Hall-Petch<sup>4</sup>). Por outro lado, o processo de aquecimento adiabático nestas regiões de empilhamento de discordâncias fornece a energia necessária para a promoção da subestrutura (amolecimento assistido termicamente) em uma banda de cisalhamento.

#### 2.4 – Maclas de deformação

As maclas de deformação constituem um tipo de defeito cristalino superficial e podem surgir a partir de tensões cisalhantes. Por definição, tal defeito ocorre quando parte da rede cristalina é deformada, de modo que a mesma forme uma imagem especular da parte não-deformada (Figura 2.2a). O plano cristalográfico de simetria entre as regiões deformadas e não-deformada é chamado de plano de maclação. A definição clássica também considera que

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> A relação expressa a dependência do tamanho de grão (*D*) com as propriedades mecânicas ou a dureza de um material. Em termos de limite de resistência ( $\sigma$ ), a expressão é  $\sigma = \sigma_0 + k \cdot D^{-0,5}$ , onde  $\sigma_0$  é a tensão de fricção que se opõem a movimentação de discordâncias e *k* é uma constante.

existe uma relação entre estes planos por uma reflexão pela rotação de 180° em torno de um eixo comum. Estas subestruturas são formadas em situações em que o mecanismo de deformação plástica por escorregamento dos planos atômicos é mais difícil de ser ativada. Este processo alternativo de deformação é conhecido como maclação mecânica em que conjuntos de maclas de deformação são gerados. Ocorre em materiais com estrutura cristalina que apresentam poucos sistemas de escorregamento ou durante a deformação plástica em condições severas (baixas temperaturas e/ou em altas taxas de deformação). Os materiais de alta EDE também podem sofrer maclação sob condições severas. A literatura reporta que as maclas mecânicas também colaboram para o aumento da resistência dos materiais submetidos a impacto por reduzirem o espaçamento das barreiras de discordâncias por meio da introdução de novos contornos na subestrutura [14].

De uma forma geral, as maclas de deformação são formadas principalmente em metais com estrutura HC, eventualmente em metais CCC e mais raramente em metais CFC. Existem também outros tipos de maclas em que a sua formação ocorre principalmente durante processos de nucleação e crescimento, transformação de fases e recristalização de sólidos.

A maclação ocorre em algumas direções específicas denominadas de direções de maclação. No caso dos metais CCC, existe a predominância do processo ocorrer mais freqüentemente no plano {112} (Figura 2.2b). A literatura reporta que a ocorrência de maclação neste plano foi observada para o ferro, vanádio, nióbio, tântalo, cromo, molibdênio, tungstênio e outras ligas [72-74].

O processo de deformação via escorregamento tem sido observado somente como um evento independente e solitário. Já a maclação é sempre acompanhada ou precedida por micro-deslizamento mesmo que este escorregamento seja difícil de ser detectado [73]. Neste contexto, vários modelos foram propostos visando entender a formação de maclas de deformação em metais CCC a partir do deslizamento de discordâncias. De acordo com alguns modelos disponíveis na literatura, as reações de dissociação de discordâncias governam o processo de nucleação de maclas. Estes modelos encontram-se sumarizados na Tabela 2.1. De acordo com as observações experimentais realizadas por *Mahajan* em [75], o modelo
idealizado por *Sleeswyk* [76] em 1963 para discordâncias em hélice era o mais provável para explicar a relação entre deslizamento e maclação a partir de reações de discordâncias. As observações experimentais que suportaram as considerações mencionadas no modelo de *Sleeswyk* foram obtidas via MET em amostras de Mo-35%at.Re.



**Figura 2.2:** Desenho esquemático mostrando uma: a) macla de deformação e o respectivo plano de maclação; b) estrutura possível de contornos de maclas para metais CCC em um plano {112} [73].

**Tabela 2.1:** Modelos para formação (nucleação) de maclas de deformação a partir de reações de dissociação de discordâncias [73].

Reação de dissociação de discordâncias	Modelo
$\frac{1}{2}\langle 111\rangle \rightarrow \frac{1}{3}\langle 112\rangle + \frac{1}{6}\langle 11\bar{1}\rangle$	Cottrell-Bilby (1951)
$\frac{1}{2}\langle 111\rangle_{h\acute{e}lice} \rightarrow 3x\frac{1}{6}\langle 111\rangle$	Sleeswyk (1963)
$\frac{1}{2}[\bar{1}11] + \frac{1}{2}[1\bar{1}1] = [001]$	Priestner-Leslie (1965)
$\left< 00\bar{1} \right>  ightarrow rac{1}{3} \left< \overline{112} \right> + 2xrac{1}{6} \left< 11\bar{1} \right>$	Sleeswyk (1974)

Mahajan e Williams reportam em [74] que as maclas de deformação podem se propagar na direção de cisalhamento com velocidades próximas ao do som e que a velocidade em relação à direção normal é muito menor. Estas diferenças de velocidade explicam a morfologia lenticular normalmente encontradas em metais que sofreram maclação mecânica. Quando as maclas são formadas em regiões que sofreram cisalhamentos homogêneos pode existir uma inibição no seu crescimento como resultado da concentração de tensões. Isto pode ocorrer quando uma macla para de se propagar dentro do cristal ou intercepta uma outra macla.

No caso de deformações sob elevadas taxas de deformação, a morfologia e o processo de nucleação das maclas de deformação são bastante similares aos encontrados em processos convencionais de conformação plástica [6,7,77,78].

### 2.5 – Recuperação e recristalização

#### 2.5.1 – Recuperação

A recuperação é o conjunto de processos que leva à diminuição da quantidade de defeitos microestruturais sem que haja a migração de contornos de alto ângulo [53]. As mudanças observadas num material durante a recuperação são relativamente homogêneas e normalmente não afetam os contornos entre os grãos deformados. Tais mudanças indicam uma restauração parcial das propriedades do material a valores anteriores ao processo de deformação. Isso se deve a uma reconfiguração na estrutura e na densidade de defeitos cristalinos para minimizar a energia total do sistema.

Durante a recuperação a energia armazenada no metal diminui por meio da movimentação das discordâncias. A aniquilação e o rearranjo das discordâncias são os processos responsáveis pela minimização da energia. O principal processo durante o recozimento é o crescimento de subgrãos que acontece mediante migração de contornos de baixo ângulo [79]. Ambos os realizam-se processos pelo escorregamento, escalada (climb) е escorregamento com desvio (cross-slip) das discordâncias. Como a própria natureza do metal determina a extensão da recuperação, a EDE do material desempenha um importante papel na atuação dos mecanismos de dissociação das discordâncias. Dessa maneira, um metal com alta EDE é mais susceptível à recuperação que um metal de baixa EDE.

A recuperação estática ocorre após a deformação plástica mediante a um processo qualquer de ativação térmica. Por sua vez, a chamada recuperação dinâmica ocorre durante o processo de deformação e leva o material a uma estrutura de subgrãos [80]. Em temperaturas maiores que  $0.2T_f$  ( $T_f$  = temperatura absoluta de fusão) ocorre principalmente a aniquilação de lacunas e a migração de defeitos puntiformes para contornos de grão e discordâncias. Temperaturas na faixa de  $0.2 \ a \ 0.3T_f$  promovem aniquilação de discordâncias de sinais opostos assim como o rearranjo das mesmas, delineando subcontornos de grão, também denominados contornos de baixo ângulo [1,2,53]. A formação de subgrãos requer maior ativação térmica devido à necessidade de ocorrência em grande escala de escorregamento com desvio e escalada, acontecendo geralmente em temperaturas maiores que  $0.4T_f$ .

Deve-se salientar que a recuperação e a recristalização são processos que competem entre si, pois ambos são governados pela energia armazenada do estado deformado. Assim sendo, a extensão da recuperação depende da facilidade com que a recristalização pode ocorrer. Como a recuperação diminui o potencial para a recristalização, uma quantidade significativa de recuperação também influencia a natureza e a cinética de recristalização [2]. O potencial termodinâmico para a migração de contornos de alto ângulo está em constante diminuição devido à ocorrência simultânea da recuperação. Isto ocorre porque os processos de recuperação e recristalização se superpõem local e cronologicamente durante o recozimento. Devido à heterogeneidade na distribuição de defeitos cristalinos, as regiões mais deformadas sofrem pronta recristalização, enquanto que as regiões menos deformadas experimentam recuperação.

Do ponto de vista microestrutural, a distinção entre a recuperação e a recristalização é um tanto difícil de ser definida, pois a recuperação desempenha um importante papel na nucleação da recristalização [2]. Considera-se ainda, que a recuperação é a responsável pela aniquilação das discordâncias no interior das células de deformação, seguida da poligonização das discordâncias presentes nas paredes das células, formando subgrãos definidos por contornos de baixo ângulo e que exibem maior mobilidade. Neste caso, a recuperação é um processo de caráter bastante cooperativo.

A energia de uma subestrutura recuperada continua alta se comparada a de um material totalmente recristalizado [1]. Essa energia pode ser posteriormente reduzida pelo crescimento das subestruturas (subgrãos) levando a uma redução da área total dos contornos de baixo ângulo. O crescimento de subestruturas pode ocorrer por dois mecanismos bem diferentes: migração de contornos de baixo ângulo (subcontornos) e rotação e coalescimento de subgrãos. Esses mecanismos atuam no sentido de formar uma região livre de defeitos associada a um contorno de alto ângulo, com alta mobilidade e, portanto, capaz de migrar rapidamente sobre a matriz encruada. *Huang e Humphreys* reportam em [79] que em recozimento, o principal processo de recuperação é o crescimento de subgrãos que acontece pela migração de contornos de grão de baixo ângulo. Em regiões da microestrutura onde existam grandes gradientes de orientação, o crescimento de subgrãos também pode conduzir ao início da recristalização.

O mecanismo de migração de contornos de baixo ângulo baseia-se no fenômeno de poligonização, pelo qual são formadas regiões que se caracterizam por apresentarem baixas densidades de discordâncias circundadas por subcontornos de grão. O subgrão formado absorve discordâncias durante sua migração, aumentando sua diferença de orientação até se transformar num contorno de alto ângulo. A eliminação e o rearranjo de defeitos na microestrutura acarreta uma sensível diminuição da energia armazenada. Esse modelo é o que parece ser mais aceito por se aproximar mais dos resultados experimentais [49,50,51].

A rotação seguida do coalescimento de subgrãos pode ser um mecanismo alternativo para explicar o crescimento de subgrãos. Processos difusionais promovem a rotação de subgrãos adjacentes até que estes possuam orientação similar. Através do coalescimento de dois subgrãos adjacentes é formado um subgrão maior [1,53]. Este modelo aceito teoricamente, parece pouco provável, pois apresenta uma cinética muito menor que a encontrada experimentalmente, diferindo algumas ordens de magnitude do mecanismo de crescimento previsto pela migração dos subcontornos de grão. Dessa maneira, necessita-se de maiores estudos e evidências sobre o assunto. Já através do mecanismo de coalescimento ocorrem o crescimento de subgrãos e a eliminação de subcontornos (diminuindo a energia armazenada). Também se observa a mudança nas diferenças de orientação entre os grupos coalescidos e seus vizinhos. O aumento da diferença de orientação leva ao

aparecimento de um contorno de alto ângulo que é capaz de migrar com maior mobilidade sobre a matriz encruada.

### 2.5.2 – Recristalização

O processo de recristalização é a formação de uma nova estrutura de grãos em um material deformado pela formação e migração de contornos de alto ângulo conduzidos pela energia armazenada na deformação [53]. O processo de recristalização de metais e ligas deformados plasticamente é de extrema importância por duas razões principais. A primeira refere-se ao amolecimento e a restauração da ductilidade de um material trabalhado a uma temperatura inferior a 0,5·T<sub>f</sub>. A segunda é a influência do tamanho de grão e na textura final do material. Em metais puros, tais como ferro, titânio e cobalto que sofrem transformações alotrópicas, a estrutura de grãos é prontamente modificada pelo controle de transformação de fases. No entanto, para todas as outras ligas metálicas, em especial àquelas baseadas em cobre, níquel e alumínio, a recristalização é a única forma de se modificar o tamanho dos grãos, a forma e a orientação cristalográfica preferencial.

Como o fenômeno de recuperação, o processo de recristalização também pode ser dividido em estático e dinâmico quanto a sua natureza. O processo estático ocorre após a deformação plástica mediante um processo de ativação térmica (recozimento). Por sua vez, a recristalização dinâmica se desenvolve durante o processo de deformação [2].

A recristalização de uma microestrutura deformada também é geralmente chamada de recristalização primária, de forma a distingui-la do processo de crescimento exagerado de grãos que pode ocorrer no material totalmente recristalizado, sendo este processo também conhecido como recristalização secundária.

Blum e McQueen [80] reportam que os diferentes tipos de recristalização podem ser agrupados em duas categorias (contínua e descontínua). A nucleação é considerada bem-sucedida se um cristalito começa a crescer rapidamente dentro do ambiente deformado deixando para trás um volume relativamente livre de defeitos. Isto caracteriza a chamada recristalização descontínua e envolve em grande escala a migração de contornos de alto ângulo. Por outro lado, tanto a recristalização estática quanto à dinâmica podem ocorrer de forma contínua pela transformação dos subgrãos em grãos, quando muitas interfaces atingem uma grande diferença de orientação crítica. Além de a recristalização ocorrer de forma contínua ou descontínua, existe também a chamada recristalização dinâmica geométrica. Este processo ocorre durante o aumento da área do contorno de grão na deformação, quando os contornos tendem a se encontrar e se recombinar.

Vandermeer [81] considera que um dos objetivos do estudo dos fenômenos que envolvem a recristalização é a possibilidade de se predizer a cinética global do processo em termos de taxas de nucleação e do crescimento dos núcleos. Deve ainda ser capaz de predizer a textura e o tamanho de grão resultante da recristalização. Vários pesquisadores sugerem que devido ao conhecimento incompleto do estado deformado, torna-se difícil modelar o processo de modo abrangente. Isto também pode ser estendido aos materiais que sofreram deformação plástica adiabática sob elevadas taxas de deformação.

# 2.6 – Recristalização em bandas de cisalhamento adiabáticas

A formação de uma banda de cisalhamento é bastante complexa. Depende de vários parâmetros intrínsecos do material incluindo a sensibilidade à taxa de deformação, a condutividade térmica, o tamanho de grão, a textura e a fração de partículas de segunda fase, dentre outras. Conforme mencionado anteriormente, devido às condições de deformação adiabática, um processo de recristalização no interior das bandas pode ser disparado. Dessa forma, a literatura tem proposto alguns modelos para tentar explicar o mecanismo de recristalização sob estas condições.

Meyers e colaboradores utilizaram um modelo postulado por Derby [82] para tentar explicar a recristalização observada em bandas de cisalhamento em titânio, cobre, e tântalo em [23]. Segundo este modelo, denominado de recristalização dinâmica rotacional, durante o processo de deformação pode ocorrer um rearranjo das discordâncias (distribuídas de forma homogênea) no interior da banda originando uma estrutura de células de discordâncias alongadas (Figura 2.3). Este tipo de estrutura indica a ocorrência de um estágio de recuperação dinâmica prevista neste modelo. Em seguida, sugere-se que pelo o avanço da deformação ocorre uma fragmentação dos subgrãos alongados, criando-se micro-grãos devido à rotação dos contornos presentes. Esta rotação é assistida termicamente pela elevação local da temperatura. Recentemente, *Meyers* e colaboradores [30] também aplicaram este modelo na tentativa de explicar a recristalização "dinâmica" encontrada em um aço inoxidável 304L. Entretanto, nesta investigação também foi concluído que uma eventual evolução microestrutural durante o resfriamento da banda de cisalhamento também seria possível. Assim sendo, a recristalização estática também não estaria descartada como um mecanismo provável para a explicar o aparecimento de novos grãos nas bandas.



**Figura 2.3:** Modelo de recristalização dinâmica rotacional: a) distribuição homogênea de discordâncias; b) rearranjo de discordâncias (células de discordâncias); c) formação de subgrãos alongados; d) quebra dos subgrãos; e) grãos recristalizados [23].

Andrade e seus colaboradores [12] propuseram um mecanismo para explicar a recristalização em bandas de cisalhamento de cobre a partir da fusão de dois modelos clássicos de nucleação: migração de contornos e coalescimento de subgrãos. Estes modelos foram abordados anteriormente no item 2.5 deste trabalho. *Hines* e *Vecchio* [14] reportaram que o novo mecanismo proposto em [12] necessitava de uma análise cinética dos modelos empregados para uma determinação mais precisa do mecanismo de recristalização. Dessa forma, neste trabalho avaliou-se a cinética de recristalização dos modelos clássicos em separado e concluiu-se que nenhum deles poderia justificar a recristalização durante ou após o processo de deformação. No entanto, os autores sugeriram que no caso do resfriamento da banda, a recristalização estática poderia explicar a microestrutura resultante.

Diante do exposto nestes modelos, pode-se afirmar que o verdadeiro mecanismo que promove a recristalização "dinâmica" em bandas de cisalhamento adiabáticas ainda não está claro e bem estabelecido. Assim sendo, outras investigações precisam ser conduzidas para esclarecer as atuais divergências na literatura.

# 2.7 – Modelos constitutivos para materiais metálicos

Os modelos constitutivos têm sido utilizados principalmente para avaliar o comportamento plástico de metais submetidos a carregamentos de natureza dinâmica. Vale lembrar que em condições dinâmicas, além do escoamento plástico ocorrer sob altas taxas de deformação, são possíveis um aumento localizado de temperatura e também a fratura do material. No entanto, os modelos atualmente utilizados apresentam algumas limitações na descrição de algumas variáveis (deformação, taxa de deformação e temperatura) em função do tempo e por conseqüente restringem a sua aplicabilidade. As mudanças que ocorrem no material durante o processo de deformação plástica (como por exemplo, a evolução microestrutural e textural) também não tem sido consideradas nestas relações constitutivas. Muitas destas relações também envolvem a adoção de um grande número de parâmetros que podem ser determinados a partir de resultados experimentais fornecidos por ensaios mecânicos estáticos e dinâmicos. A seguir, são apresentados os dois principais modelos constitutivos que são comumente utilizados na resolução de problemas que envolvem altas taxas de deformação.

### 2.7.1 – Johnson-Cook (JC)

A formulação que descreve o modelo JC possui bases empíricas e consiste em apenas 5 parâmetros a serem determinados por testes do material. *Johnson* e *Cook* [8] representaram a tensão de escoamento com uma equação obtida a partir de testes realizados em vários materiais deformados em condições de cisalhamento simples e compressão variando-se a taxa de

deformação e temperaturas. A seguir é apresentada a equação que representa o modelo JC.

$$\sigma = \left[ \mathbf{A} + \mathbf{B} \cdot \varepsilon^{\mathbf{n}} \right] \cdot \left[ 1 + \mathbf{C} \cdot \ln \left( \cdot \varepsilon^{*} \right) \right] \cdot \left[ 1 - \left( \mathbf{T}^{*} \right)^{\mathbf{m}} \right]$$
(1)

$$\varepsilon^{\star} = \frac{\varepsilon}{\varepsilon_{0}}$$
(2)

onde  $\sigma$  é a tensão efetiva,  $\varepsilon$  é a deformação plástica efetiva,  $\varepsilon^*$  é taxa de deformação normalizada (normalmente em relação à taxa de  $\varepsilon_0 = 1,0 \text{ s}^{-1}$ ), n é o expoente de encruamento e A, B, C e m são constantes. O termo referente a temperatura ( $T^*$ ) é definido como:

$$T^{*} = \frac{(T - T_{o})}{(T_{f} - T_{o})}$$
(3)

onde  $T_o$  é a temperatura ambiente.

A resistência mecânica de um material é considerada pela literatura como uma função da deformação aplicada, da taxa de deformação e da temperatura, dentre outros fatores. O modelo JC assume de uma forma bastante simplificada que a resistência do material é isotrópica e independente da tensão média.

Os valores A, B, C e *m* podem ser determinados via técnicas de regressão matemática a partir de dados experimentais obtidos em ensaios mecânicos. No caso dos problemas que envolvem altas taxas de deformação, pode-se assumir que uma percentagem do trabalho de deformação plástica realizado durante o processo é convertida sob a forma de calor no material. Para muitos materiais este percentual encontra-se entre 90 e 99% de calor dissipado para o material. Assim sendo, o termo referente à temperatura no modelo JC pode ser descrito por:

$$\Delta T = \frac{\alpha}{\rho \cdot c} \int \sigma(\varepsilon) \, d\varepsilon \tag{4}$$

onde  $\Delta T$  refere-se ao aumento da temperatura,  $\alpha$  é a percentagem de trabalho plástico convertido em calor, *c* é a capacidade calorífica e  $\rho$  é a densidade do material.

#### 2.7.2 – Zerilli - Armstrong

O modelo baseado na mecânica das discordâncias foi desenvolvido por *Zerilli* e *Armstrong* [9] inicialmente para descrever o comportamento do tântalo. Este modelo constitutivo pode ser descrito pelas Equações 5 e 6 para descrever o comportamento dos metais CCC e com algumas modificações também ser aplicado para os metais CFC, respectivamente,

$$\sigma = \sigma_0 + C_1 \cdot \exp\left(-C_3 \cdot T + C_4 \cdot T \cdot \ln \varepsilon\right) + C_5 \cdot \varepsilon^n$$
(5)

$$\sigma = \sigma_0 + C_2 \cdot \sqrt{\varepsilon} \cdot \exp\left(-C_3 \cdot T + C_4 \cdot T \cdot \ln \varepsilon\right)$$
(6)

onde  $\sigma_0$  é um termo atérmico, para ambas as expressões, que inclui uma parcela referente ao encruamento previsto pela relação de Hall-Petch em termos de tamanho de grão. Vale ressaltar que a maioria dos experimentos reportados na literatura não inclui informações sobre a dependência do tamanho de grão e o termo  $\sigma_0$  tem sido utilizado como uma constante. Já as constantes  $C_3$ ,  $C_4$  e  $C_5$  podem ser determinadas via regressão matemática de dados obtidos experimentalmente. Da mesma forma que o termo referente à temperatura no modelo JC era descrito pela a Equação 4, o modelo Zerilli-Armstrong também utiliza esta mesma expressão para se estimar a elevação da temperatura em função da tensão cisalhante.

Para os metais CCC, o modelo de Zerilli-Armstrong [9] assume que o limite de resistência é fortemente dependente da taxa de deformação e da temperatura e que não se altera com o prosseguimento do processo de deformação. Este comportamento pode ser explicado pelas tensões de Peierls-Nabarro que são ativadas termicamente para possibilitar a movimentação individual das discordâncias. Vale lembrar que para os metais CCC o deslizamento de discordâncias é geralmente controlado por elevadas tensões

de Peierls-Nabarro [83]. Já para os metais CFC, o limite de escoamento depende fracamente tanto da taxa de deformação quanto da temperatura a baixas deformações. Contudo, esta relação de dependência aumenta gradativamente com a evolução do processo de deformação plástica [71,84]. Neste caso, a dependência é atribuída somente aos mecanismos bastante facilitados de recombinação e também intersecção das discordâncias geradas com o avanço da deformação plástica em razão dos poucos sistemas bastante compactos de deslizamento.

Lennon e Ramesh reportaram em [84] que as considerações mencionadas anteriormente a respeito do comportamento do material associado a sua estrutura cristalina em problemas que envolvem altas taxas de deformação são bastante complicadas. Esta afirmação se apóia no fato do processo dinâmico ser considerado adiabático causando um amolecimento térmico que por sua vez influencia a taxa de encruamento durante a deformação plástica. Por estas razões, o desenvolvimento de modelos constitutivos para serem utilizados no estudo de fenômenos de altas taxas de deformação deve descrever de forma bastante clara o efeito da elevação local da temperatura.

### 2.8 – Ensaio de compressão dinâmica (barra de impacto Hopkinson)

Qualquer impacto recebido por um sólido metálico propaga-se através dele apresentando inicialmente um distúrbio elástico. Este distúrbio desloca-se com a velocidade do som nos metais. Ao alcançar valores críticos, o distúrbio gera tensões cisalhantes que levam o material a escoar plasticamente devido à alta taxa de deformação aplicada. Dependendo da geometria da peça que propaga o distúrbio elástico, existem dois possíveis estados de tensão: tensão uniaxial e deformação uniaxial. Este último refere-se ao caso da onda que se propaga num meio onde as dimensões laterais da peça que sofreu impacto são admitidas infinitas. Quando a onda se propaga através de uma barra cilíndrica de pequeno diâmetro existe somente um estado de tensão uniaxial em que aparece uma deformação residual. Neste caso, a onda é classificada como plástica e as taxas de deformação são da ordem de 10<sup>3</sup> a 10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup>. A natureza da onda plástica é mais lenta que a elástica para pequenas amplitudes. No

entanto, sob pressões maiores a onda plástica supera a elástica e caracterizase por ser uma frente abrupta de reação sendo denominada de onda de choque [85]. Este fenômeno tem sido utilizado para estudar o comportamento de metais e ligas com o auxílio da barra de Hopkinson sob condições controladas e uniformes de deformação.

*Field* e seus colaboradores em [86] apresentaram uma revisão bastante abrangente de todos os experimentos utilizados desde o século 19 para avaliar as propriedades dos materiais submetidos a testes de impacto dinâmico. Neste trabalho também é mostrado em detalhes o desenvolvimento da barra de Hopkinson ao longo dos tempos até a moderna *split Hopkinson bar*. A barra moderna é o resultado de uma modificação no equipamento inicialmente projetado em 1872 por *John Hopkinson* e depois aperfeiçoado pelo seu filho *Bertram Hopkinson* no ano de 1905. A primeira barra era usada para medir a resistência dinâmica de fios metálicos. Atualmente, utiliza-se a barra de impacto Hopkinson para medir a tensão de escoamento em condições de tensão uniaxial de diversos materiais de engenharia.

A barra de impacto de Hopkinson consiste de duas barras elásticas e uma terceira barra que é acelerada por um sistema pneumático de alta pressão para desenvolver velocidades superiores a 1000 m/s. A amostra é posicionada em contato entre as barras elásticas (incidente e a transmissora), conforme mostra a Figura 2.4. O impacto ocorre guando a barra incidente gera uma onda elástica compressiva que se propaga através da amostra causando uma deformação plástica dependente do tempo. A Figura 2.4 mostra um strain-gage posicionado na metade do comprimento da barra incidente (posição A) para que seja possível se realizar a aquisição e medição da intensidade da onda elástica compressiva. Na interface entre a amostra e a barra incidente a onda é parcialmente refletida e também transmitida através da amostra. A parcela que é refletida viaja de volta para a barra incidente como uma onda elástica e é também medida pelo strain-gage posicionado em A. A tensão compressiva associada à parcela da onda transmitida ao longo da amostra é medida pelo strain-gage posicionado em B, também instalado no centro da barra transmissora. Portanto, considerando-se que a amostra foi deformada uniformemente, a taxa de deformação é determinada diretamente pela amplitude da onda transmitida. Maiores informações a respeito do assunto podem ser obtidas em [87].



**Figura 2.4:** Configuração simplificada de uma barra de impacto Hopkinson utilizada em experimentos de compressão dinâmica.

# 3 – Materiais e Métodos

# 3.1 – Material

O material utilizado neste trabalho foi uma placa de aço IF (*Interstitial Free*) estabilizado ao titânio. A placa foi fornecida pela Companhia Siderúrgica Nacional (CSN) e possuía uma largura de 250 mm, comprimento de 300 mm e espessura de 38 mm. Este material foi laminado a quente a partir de uma chapa com espessura inicial de 257 mm em múltiplos passes. A chapa antes de ser laminada foi submetida a um reaquecimento a 1170 °C por 4 h. A laminação a quente ocorreu por volta de 1070 °C seguida de resfriamento ao ar. A Tabela 3.1 apresenta a composição química deste aço comercial.

 Tabela 3.1 - Composição química do aço IF estabilizado ao titânio (%-peso).

С	Mn	Р	S	Si	Ν	0
0,003	0,190	0,027	0,005	0,011	0,0025	0,005
Ni	Cr	Мо	AI	Nb	V	Ti

# 3.2 – Métodos

#### 3.2.1 – Ensaio de compressão dinâmica

As amostras foram submetidas a altas deformações cisalhantes ( $\gamma > 3$ ) via compressão dinâmica em três temperaturas distintas: -196, -50 e 25 °C. Os testes foram realizados no *Center of Excellence for Advanced Materials* (CEAM) do *Department of Mechanical and Aerospace Engineering* da *University of California*, San Diego (UCSD, USA). Os ensaios foram realizados numa barra de impacto de Hopkinson sob condições controladas. Para induzir a formação das bandas adiabáticas de cisalhamento, foram utilizados corpos-de-prova (CP) cilíndricos com formato de chapéu do tipo *hat-shaped* (Figura 3.1a). Este tipo de CP foi originalmente desenvolvido por *Meyers* e *Manwaring* [88]. Sua geometria permite forçar a formação de bandas de cisalhamento durante a deformação. Na parte superior do CP (chapéu) é

colocado um anel limitador (AL) de aço AISI 4340 cuja espessura determina a deformação cisalhante (γ) introduzida no material. Nesta investigação foram utilizados 5 conjuntos de anéis limitadores. Para a confecção dos CP, a seção transversal da placa de aço IF (plano DL-DN) foi submetida a um processo de usinagem mecânica. Após a etapa de usinagem, as amostras possuíam aproximadamente as dimensões que aparecem indicadas na Figura 3.1a. No caso dos ensaios a -196 °C, os CP foram mantidos imersos em nitrogênio líquido até o momento do teste para garantir uniformidade da temperatura.

A Figura 3.1b mostra um desenho esquemático de uma parte do experimento de impacto (*shock-loading*). Foram deformados 25 espécimes com taxas de deformação variando entre  $1,0.10^4$  e  $7,9.10^4$  s<sup>-1</sup>. A Tabela 3.2 mostra a nomenclatura de cada conjunto de amostras em função da temperatura do ensaio (T) e da espessura do anel limitador (AL) usado nos ensaios de impacto. Além disso, também são indicadas na Tabela 3.2 as medidas dos CP, a duração de cada teste (*t*) e a respectiva taxa de deformação ( $\gamma$ ).

A deformação cisalhante ( $\gamma$ ) foi calculada, de forma aproximada, a partir da medição do deslocamento ( $\delta$ ) e da largura da região cisalhada ( $\xi$ ) com o auxílio da técnica de MO [22]. As medições também foram confirmadas com a técnica de MEV no modo de elétrons retroespalhados.



**Figura 3.1:** Desenho esquemático do: a) corpo-de-prova cilíndrico do tipo *"hat shaped"* referente a um corte da seção transversal (dimensões em milímetros); b) sistema simplificado de compressão dinâmica numa barra de impacto Hopkinson mostrando as bandas de cisalhamento que foram forçadas no CP após o impacto.

**Tabela 3.2:** Nomenclatura e dimensões dos corpos-de-prova de aço IF estabilizado ao titânio e os parâmetros do ensaio de compressão dinâmica realizado numa barra de impacto Hopkinson. Notar que as dimensões:  $h_0$ ,  $d_0$ ,  $h_1$ ,  $d_1$ ,  $h_2$  e  $d_2$  são as respectivas dimensões dos corpos-de-prova que aparecem indicadas na Figura 3.1a.

СР	<i>h</i> ₀ [mm]	<i>d</i> ₀ [mm]	<i>h</i> ₁ [mm]	<i>d</i> 1 [mm]	<i>h</i> ₂ [mm]	<i>d</i> ₂ [mm]	AL [mm]	т [°С]	<i>t</i> [μs]	γ́ [10 <sup>4</sup> s <sup>-1</sup> ]
A-1	8,10	18,92	6,71	10,01	6,83	9,45			51	2,80
A-2	7,98	19,00	7,01	10,16	7,16	9,70		25	35	5,97
A-3	8,05	19,02	6,88	10,11	7,06	9,60	6,50		25	5,23
A-4	7,80	19,02	7,06	10,13	6,96	9,73		-50	33	6,24
A-5	7,95	19,05	6,96	10,11	7,11	9,60		-196	27	5,64
B-1	7,87	19,08	6,73	10,08	7,01	9,68			56	7,38
B-2	7,90	19,05	6,71	10,11	6,96	9,63		25	60	5,93
B-3	8,26	19,08	6,68	10,13	7,09	9,55	6,00		42	4,70
B-4	8,05	19,05	6,86	10,13	6,93	9,63		-50	87	4,87
B-5	7,95	19,05	6,83	10,11	7,06	9,63	-196	56	5,88	
C-1	8,13	19,10	6,71	10,13	6,22	9,70			122	6,24
C-2	8,03	19,05	6,99	10,16	7,11	9,68		25	111	6,43
C-3	7,85	19,05	7,04	10,16	7,01	9,68	5,00		122	6,38
C-4	8,13	19,05	6,88	10,16	7,26	9,68		-50	122	5,59
C-5	8,00	19,10	6,83	10,19	6,88	9,55		-196	107	4,76
D-1	7,82	19,08	7,11	10,13	7,04	9,58			137	5,51
D-2	7,77	19,02	7,11	10,06	7,01	9,73		25	148	1,01
D-3	8,10	19,05	6,76	10,13	6,91	9,63	4,00		132	5,19
D-4	7,87	19,08	6,96	10,16	7,01	9,60		-50	138	4,83
D-5	7,82	19,08	7,04	10,13	7,09	9,65		-196	132	6,61
E-1	7,92	19,10	6,88	10,11	7,01	9,60			159	5,71
E-2	7,90	18,97	6,91	10,13	6,96	9,68		25	137	6,68
E-3	8,18	19,05	6,73	10,13	6,96	9,75	3,00		137	7,87
E-4	8,03	19,05	6,88	10,16	7,11	9,63		-50	149	5,90
E-5	7,87	19,10	7,04	10,16	7,06	9,65		-196	150	6,30

# 3.2.2 – Caracterização microestrutural e textural

As amostras de aço IF estabilizado ao titânio foram caracterizadas com o auxílio das técnicas de microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão (MET), difração de elétrons retroespalhados (EBSD), difração de raios X (DRX) e a dureza foi avaliada por meio de impressões de microdureza Vickers.

#### 3.2.2.1 – Preparação metalográfica

Utilizou-se uma cortadeira de baixa velocidade, modelo ISOMET 1000 da Buehler, para cortar todas as amostras com um disco de diamante. A cortadeira operou com uma velocidade de corte constante e igual a 100 rpm. Para o embutimento a quente, usou-se resina condutora a base de ferro (Condufast da Struers) numa prensa embutidora TEMPOPRESS 2 da Struers. As dimensões de todas as amostras do material na condição inicial utilizadas neste estudo foram de aproximadamente 10 mm de largura com 12 mm de comprimento. No caso das amostras deformadas, a seção transversal de cada corpo-de-prova possuía as dimensões mostradas na Tabela 3.2. Para a etapa de lixamento, usou-se a seguinte següência de granas: 220, 320, 400, 600, 800, 1200 e 2400. Para o polimento químico-mecânico semi-automático das amostras, utilizou-se uma solução composta por 50 mL de suspensão de sílica coloidal OP-U (Struers), 1950 mL de água destilada, 1 mL de HNO<sub>3</sub> P.A. (Merck) e 2 mL de detergente comercial concentrado. Nesta etapa foi utilizado um pano duro e resistente a solução de polimento (OP-CHEM da Struers) numa politriz PHOENIX 4000V/1 da Buehler. O polimento foi realizado a 300 rpm por cerca de 3 h, com uma força constante de 35 N nas primeiras 2 h e 25 N na última hora. A vazão da solução de polimento aplicada no prato de polimento da politriz foi da ordem de 0,3 L/h.

O ataque químico para a revelação da microestrutura das amostras utilizou uma solução com composição 97·C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH:3·HNO<sub>3</sub> (Nital 3% em volume) mantida a 25 °C e com tempos de imersão variando entre 5 e 30 s. Em alguns casos, também foi utilizado um ataque mais agressivo com uma solução de 95·H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:5·HF (em volume). Após a etapa de ataque, cada a amostra foi deixada sob água corrente e em seguida mergulhada em uma solução concentrada de carbonato ácido de sódio (Merck). Esse procedimento visou neutralizar a solução ácida residual absorvida pela baquelite durante os estágios anteriores de preparação. Na última etapa, utilizou-se uma limpeza ultrassônica por cerca de 10 min em meio de álcool anidro e posterior secagem das amostras com ar aquecido. O procedimento descrito acima foi empregado para preparar todas as amostras utilizadas na caracterização microestrutural e textural com o auxílio das técnicas de MO, MEV, EBSD e DRX.

A preparação das amostras para MET foi realizada no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) do Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar). Inicialmente, as amostras foram cortadas na forma de chapas com espessura de cerca de 500 µm na mesma cortadeira de baixa velocidade mencionada anteriormente. Em seguida, a região referente às bandas de cisalhamento foram cortadas na forma de discos com diâmetro da ordem de 3 mm com o auxílio de uma máquina de eletroerosão Mark I operada a 240 V. Estes discos foram desbastados mecanicamente por lixamento manual até cerca de 70 µm de espessura. A outra etapa de afinamento dos discos consistiu em polimento mecânico num dimple grinder da South Bay Technology Inc. modelo 515. Foi usada a seguinte següência de pastas de diamante da Struers: 3, 1 e 0,25 µm; e para o acabamento final foi utilizada sílica coloidal. Esta etapa de polimento foi realizada utilizando-se um pano de polimento (OP-CHEM da Struers) fixado nos anéis do equipamento. O polimento era considerado suficiente até se alcançar uma espessura de cerca de 40 µm nas amostras com uma superfície isenta de artefatos. Este procedimento possibilitou a revelação da microestrutura e por consequente da banda de cisalhamento. Em seguida, as amostras eram perfuradas via bombardeamento de íons de argônio por meio de um ion beam miller da Balzers modelo RES 010. Este equipamento dispunha de um estágio refrigerado por nitrogênio líquido. As condições operacionais utilizadas para a perfuração das bandas de cisalhamento das amostras foram: ângulo incidente do feixe de íons de 15°, corrente do feixe de cada canhão de íons de 0,8 mA com uma tensão de aceleração de 5 kV. Os tempos médios para perfuração das amostras variaram entre 5 e 8 h. Numa última etapa, a limpeza da amostra foi realizada alterando-se simplesmente o ângulo de incidência do feixe para cerca de 7º por 2 h e também diminuindo a tensão de aceleração para 3 kV. Esta rota adotada permitiu controlar a perfuração da região que continha a banda de cisalhamento. No caso das amostras da seção longitudinal do material de partida, após a etapa de afinamento mecânico, foi realizado polimento e/ou ataque eletrolítico com uma solução composta por 5·HClO<sub>4</sub>:95·CH<sub>3</sub>COOH (em volume) sob tensão de 40 V a 10 °C numa TENUPOL da Struers.

#### 3.2.2.2 – Microscopia ótica

Para a aquisição e captura das imagens de todas as micrografias foi utilizado um microscópio Leica modelo DM IRM. Este equipamento possuía uma câmera analógica Samsung modelo SCC 131 acoplado a um analisador de imagens Leica QWin. O analisador utilizava um *software* QWin versão *2.3 Standard*. Todo o sistema descrito acima se encontrava instalado no DEMAR. Todas as imagens capturadas pelo analisador apresentavam uma resolução de 640 x 478 *pixels*. A largura média das bandas de cisalhamento foi determinada manualmente com o auxílio do analisador de imagens. Para a realização destas medidas, foi utilizada a técnica de microscopia ótica de campo escuro. Todas as larguras médias foram medidas na região correspondente a metade do comprimento de cada banda de cisalhamento. Também foi determinado o tamanho médio de grão no material de partida com o auxílio do mesmo analisador de imagens.

### 3.2.2.3 – Microscopia eletrônica de varredura e microanálise eletrônica

As microestruturas de todas as amostras foram observadas junto a um microscópio eletrônico de varredura LEO modelo 1450-VP com filamento de tungstênio, instalado no DEMAR, no modo de elétrons retroespalhados e com tensão de aceleração variando de 10 a 30 kV. Nas micrografias obtidas por esta técnica, nota-se qualitativamente o efeito da diferença de orientação presente nas microestruturas em função dos diferentes tons de cinza obtidos (do branco ao preto). Este tipo de contraste de orientação (*channeling contrast*) é possível em função do detector de elétrons retroespalhados de quatro quadrantes utilizado na aquisição de todas as imagens e também da preparação de amostras. Para a caracterização da maioria das amostras foi utilizado o modo de elétrons retroespalhados misturado com um sinal do modo de elétrons secundários. Este procedimento promoveu um realce no contraste das imagens obtidas em função da informação topográfica da microestrutura. Algumas amostras sofreram fratura durante o ensaio de compressão dinâmica. Estas amostras foram observadas somente no modo de elétrons secundários. As ampliações das micrografias utilizadas nesta investigação variaram de 90 a 5000 vezes de aumento com uma resolução de 1024 x 768 pixels. Algumas

imagens no modo de elétrons secundários também foram realizadas no mesmo microscópio eletrônico de varredura utilizado para a realização de medidas de EBSD de alta resolução (item 3.2.2.5).

Foram obtidos espectros de raios X via espectrometria de energia dispersiva (EDS) em partículas de segunda fase encontradas no material. Para estas medidas, utilizou-se um espectrômetro *Link-ISIS* da *Oxford Instruments*<sup>™</sup> com resolução de 133 eV a uma tensão de aceleração de 15 kV. Este acessório encontrava-se acoplado ao microscópio eletrônico de varredura LEO modelo 1450-VP instalado no DEMAR. O *software* INCA versão 4.0 da *Oxford Instruments* foi utilizado para a aquisição e processamento dos dados.

### 3.2.2.4 – Microscopia eletrônica de transmissão

A técnica de MET foi utilizada para caracterizar o material de partida e algumas amostras do grupo A (Tabela 3.2). O microscópio utilizado foi um JEOL modelo JEM100CX instalado no LCE/DEMa/UFSCar. O equipamento foi operado utilizando-se uma tensão de aceleração do feixe de 100 kV. As amostras foram observadas em campo claro e escuro.

### 3.2.2.5 – Medidas de microtextura

As medidas de microtextura do material na condição inicial e nas amostras submetidas aos ensaios de compressão dinâmica (grupos A e C) foram realizadas com o auxílio da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) convencional e de alta resolução. Maiores detalhes desta técnica podem ser obtidos em [34,89-91].

A Figura 3.2 mostra um desenho esquemático mostrando o sistema referencial adotado neste trabalho para a realização das medidas de EBSD no material de partida (simetria ortorrômbica). No caso das amostras deformadas (simetria triclínica), DL se torna DC (direção de cisalhamento) e DT representa DNPC (direção normal ao plano de cisalhamento). Foram realizadas as devidas rotações dos dados de orientação em relação às direções adotadas como referências.



**Figura 3.2:** Representação esquemática das direções usadas como referencial para as medidas de EBSD convencional das amostras de aço IF na condição inicial. Notar que DL, DT e DN referem-se à direção: de laminação, transversal e normal, respectivamente.

O equipamento de EBSD convencional encontrava-se instalado no Laboratório de Microscopia Eletrônica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (USP). O sistema consistia de uma câmera CCD de alta resolução com uma tela fosforescente acoplada por meio de uma interface mecânica a um microscópio eletrônico de varredura da PHILIPS modelo XL-30 com filamento de tungstênio. A câmera encontrava-se conectada a um sistema TSL (TexSEM Laboratories Inc.) para controle e aquisição dos dados gerados a partir da interação da superfície da amostra com o feixe de elétrons incidente. Nesta técnica, a amostra deve estar inclinada no mínimo a 70° em relação a base do microscópio. Assim sendo, um ângulo de 30° do plano da amostra em relação ao feixe de elétrons incidente é obtido. Da interação entre o feixe e a superfície da amostra são geradas as linhas de Kikuchi ou padrões de difração de elétrons retroespalhados. A orientação individual dos elementos da subestrutura na área varrida é determinada por meio da indexação automatizada das linhas de Kikuchi com o auxílio de um algoritmo apropriado para o processamento das imagens capturadas (Transformada de Hough).

O sistema de alta resolução possuía uma configuração semelhante ao de um EBSD convencional e estava acoplado a um microscópio eletrônico de varredura da JEOL modelo JSM-6500F e a uma câmera CCD de ultra-alta resolução. O microscópio possuía uma fonte de elétrons do tipo field emission gun (FEG). O sistema de alta resolução encontrava-se instalado no *Max-Planck-Institut für Eisenforschung* – MPI-E (Düsseldorf, Alemanha).

O microscópio convencional foi operado com corrente do feixe de elétrons da ordem de 5 nA e tensão de aceleração de 30 kV. Já no microscópio de alta resolução o feixe trabalhava com uma corrente de 1 nA a 15 kV. As amostras foram montadas com uma distância de trabalho de 20 mm e inclinadas a 75° em relação à base de cada microscópio utilizado. Estas condições de operação foram escolhidas para obter padrões de difração com elevada nitidez em ambos os casos.

O step size utilizado nas regiões mapeadas variou de 0,03 a 7  $\mu$ m. A análise de todos os dados foi realizada com o auxílio do *software* OIM 3.03 da TSL. As figuras de pólo, a distribuição das diferenças de orientação ( $\psi$ ) e as funções distribuição de orientação cristalina – FDOC (da língua inglesa, *Crystallite Orientation Distribution Function* – CODF ou simplesmente ODF) foram obtidas a partir das medidas de EBSD. As distribuições de tamanho de grão (*true grain size*) do material também foram calculadas pelo *software*.

### 3.2.2.6 – Medidas de macrotextura

As análises de difração de raios X para determinação da macrotextura da placa de aço IF-Ti na condição inicial foram realizadas no Centro de Ciência e Tecnologia dos Materiais do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (CCTM-IPEN). Todas as figuras de pólo foram obtidas usando-se um difratômetro RIGAKU, modelo D/MAX-2000 com um goniômetro de textura horizontal acoplado usando radiação de Mo k $\alpha_1$  ( $\lambda$  = 0,7093 Å). Foram avaliados os seguintes planos cristalográficos específicos: (200), (110), (310) e (211).

A análise baseia-se na avaliação da intensidade difratada por determinados planos em função da orientação macroscópica da amostra, ou seja, realiza-se uma varredura em que se fixam os planos cristalinos que se deseja observar e movimenta-se a amostra de forma a obter a distribuição de intensidades num espaço tridimensional por meio do seu posicionamento em função da inclinação e do azimute.

Para a análise da placa de aço IF adotou-se uma simetria ortorrômbica. Foram determinadas a macrotextura da seção longitudinal no plano de laminação e também no centro (*mid-thickness*). Além disso, também foi avaliada a seção transversal da placa. As amostras analisadas possuíam uma largura de 15 mm, comprimento de 20 mm e espessura de 10 mm. O procedimento de preparação de amostras adotado seguiu a mesma rota desenvolvida para as analises de difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

#### 3.2.2.7 – Metalografia quantitativa

A técnica de metalografia quantitativa por microscopia ótica de campo claro foi usada para obter as distribuições de tamanho de grão da seção longitudinal e transversal do material na condição inicial. As medidas foram determinadas com o auxílio de uma rotina computacional desenvolvida para contagem semi-automática no analisador Leica QWin [92].

De acordo com a norma ASTM E1382-97, ao menos 5 campos devem ser utilizados com a ampliação necessária para fornecer resultados representativos para cada amostra. Visando diminuir o desvio-padrão foram feitas medidas de 20 campos aleatórios de cada amostra com uma ampliação de 50 vezes. Adotou-se como procedimento para a medição os seguintes passos:

- Calibração do sistema de medidas do analisador Leica QWin pelas lentes objetivas do microscópio;
- 2. Alinhamento do sistema de iluminação do microscópio;
- Preparação da amostra: idem ao item 3.2.2.1 com um tempo total de ataque químico da ordem de 30 s;
- Escolha de uma região da amostra com quantidade representativa de grãos;
- Realização da contagem do tamanho de grãos através da rotina semiautomática no campo escolhido.

As distribuições de tamanho de grão também foram calculadas pelo *software* OIM 3.03 da TSL para a seção longitudinal e transversal do material na condição inicial visando confirmar os resultados obtidos com a rotina automatizada, conforme mencionado no item 3.2.2.4.

# 3.2.2.8 – Microdureza Vickers

Foram realizadas medidas de microdureza Vickers visando determinar a energia armazenada de forma indireta nas amostras investigadas. A preparação metalográfica necessária para execução das impressões Vickers também seguiu o procedimento descrito no item 3.2.2.1. Foram feitas impressões Vickers no material de partida nas seções longitudinal e transversal. Nas amostras submetidas ao ensaio de compressão dinâmica, também foi determinada a microdureza nas micro-regiões próximas das bandas de cisalhamento e no seu interior. No caso do material partida, foram feitas 20 medidas por região de interesse em cada amostra. Já para as amostras deformadas na barra de impacto Hopkinson, a Figura 3.3 mostra de forma esquemática como foram realizadas as impressões Vickers e também a determinação da largura da banda de cisalhamento (item 3.2.2.4). Vale destacar que, foram feitas 55 impressões em cada região cisalhada por corpode-prova. Todos os ensaios foram executados num microdurômetro MICROMET 2004 da Buehler com carga de 0,98 N durante 30 s para cada impressão.



**Figura 3.3:** Micrografia da amostra B-4 após o processo de deformação mostrando de forma esquemática as impressões de microdureza Vickers para caracterização do material. MO – campo escuro. Notar que  $\xi$  corresponde à espessura da banda adiabática de cisalhamento e DC é a direção de cisalhamento.

# 4 – Resultados e Discussão

Neste Capítulo 4 são apresentados os resultados obtidos nesta investigação com o objetivo de se caracterizar o material na condição inicial e também avaliar a evolução microestrutural e textural das bandas de cisalhamento induzidas no aço IF-Ti após a realização dos ensaios de compressão dinâmica.

# 4.1 - Caracterização microestrutural do material na condição inicial

A placa de aço IF estabilizado ao titânio usado neste trabalho possuía uma microestrutura que pode ser descrita, de forma simplificada, como sendo uma matriz ferrítica com algumas poucas partículas de segunda fase. Este material foi laminado a quente no campo austenítico ( $\cong$  1070 °C) em múltiplos passes. Em seguida, a chapa sofreu um resfriamento ao ar. A deformação ( $\varepsilon$ ) total desta etapa intermediária de laminação foi de 2,2. Conforme mencionado no item 2.1, a textura e a estrutura dos grãos destes aços na etapa de esboçamento são determinadas pelo processo de transformação da austenita-ferrita em função do seu grau de refinamento microestrutural.

A textura da maioria dos aços livres de intersticiais é bastante afetada pela composição química, pela rota de processamento e também do tipo de recozimento empregado [36]. Vale lembrar que estes materiais comerciais apresentam um rígido controle no seu processamento visando produzir determinadas texturas cristalográficas para aplicações indústria na automobilísticas. A composição química do material foi mostrada na Tabela 3.1. De acordo com a composição dos elementos presentes, verificouse que este aço livre de intersticiais também pode ser classificado como sendo do tipo extra-baixo carbono (da língua inglesa, extra low carbon - ELC) [36]. Os pequenos teores dos seus elementos microligantes também estão de acordo com as especificações de um aço IF comercial. Deve-se ressaltar que existem poucos estudos detalhados sobre a ocorrência de precipitação de partículas de segunda fase durante a etapa intermediária de laminação a quente deste tipo de material [79].

A principal característica dos aços IF do tipo ELC é a sua relativa insensibilidade em relação à temperatura de resfriamento e ao tipo de processo

de recozimento empregado (batelada ou contínuo) [35,36]. No entanto, aços do tipo ELC demandam altos graus de redução a frio para atingir os mesmos valores nominais de anisotropia plástica (r<sub>m</sub>) encontrados em outros tipos de aço IF.

A Figura 4.1 mostra a microestrutura do aço IF referente às seções longitudinal e transversal da placa do material na condição inicial. A morfologia dos grãos presentes no material pode ser considerada como equiaxial. Nota-se que existem nítidas diferenças em relação à distribuição de tamanho de grão entre as diferentes seções apresentadas, e também a presença de vários grãos finos (< 10  $\mu$ m). Vale destacar que as micrografias da Figura 4.1 foram obtidas via MEV com uma mesma ampliação, tensão de aceleração do feixe de elétrons e distância de trabalho (10 mm). De forma qualitativa, observa-se que o tamanho de grão encontrado na seção transversal é um pouco maior em comparação ao encontrado no plano de laminação. As micrografias também destacam a diferença de orientação presente entre os elementos da subestrutura em função da técnica de *channeling contrast*. Assim sendo, após a observação da microestrutura em maiores ampliações notou-se que algumas regiões exibiam fortes evidências de estarem apenas recuperadas. Por esta razão, as técnicas de MET e EBSD também foram empregadas para se confirmar estas observações realizadas via MEV. Alguns detalhes da microestrutura inicial do material são mais bem evidenciados nas micrografias obtidas via MET (Figuras 4.2 e 4.3). A Figura 4.2a mostra a seção longitudinal (plano de laminação) em que uma região aleatória do material exibe um conjunto de subgrãos com um tamanho médio da ordem de 1 µm. Sabe-se que essa morfologia é típica de materiais que sofreram recuperação dinâmica em materiais laminados [51]. Outro detalhe que também deve ser ressaltado é a presença de partículas no interior dos subgrãos e nos subcontornos com morfologias bastante distintas e tamanho médio menor que 0,15 µm. Já nas Figuras 4.2b e 4.3a são apresentadas regiões em que os respectivos contornos de grão não mostram uma elevada densidade de discordâncias nas suas vizinhanças. Nota-se também a presença de partículas menores que 0,15 µm na micrografia da Figura 4.3b.



a)



b)

**Figura 4.1:** Micrografia da placa de aço IF estabilizado ao titânio referente à seção: a) longitudinal (plano DL-DT); b) transversal (plano DT-DN). MEV - imagem no modo de elétrons retroespalhados, 10 kV. DL, DN e DT indicam as direções de laminação, normal e transversal, respectivamente (Figura 3.2).



**Figura 4.2:** Micrografia da seção longitudinal da placa de aço IF estabilizado ao titânio referente à: a) um conjunto de subgrãos; b) região de contorno de grão. MET - imagem de campo claro, 100 kV. As setas indicam as partículas presentes.



**Figura 4.3:** Micrografia da seção transversal da placa de aço IF estabilizado ao titânio referente à: a) região de contornos de grão (ponto triplo); b) uma outra região da amostra mostrando algumas partículas de segunda fase. MET - imagem de campo escuro, 100 kV. As setas indicam as partículas presentes.

A microtextura e a mesotextura da placa foram avaliadas pela técnica de EBSD convencional. Mapeamentos de orientação em áreas aleatórias no plano de laminação utilizaram um step size de 6 µm. Os mapas receberam a seguinte denominação: L1, L2 e L3. Já os mapas da seção transversal (T1,T2 e T3) o step size foi de 7 µm. Esta diferença de 1 µm entre o step size usado nas varreduras se deve ao maior tamanho de grão da seção transversal. Portanto, ao se aumentar o step size, foi possível otimizar o tempo de aquisição dos padrões de difração. A área mapeada em todas as varreduras foi igual a 366 x 1.338  $(\mu m)^2$ . Como exemplo, a Figura 4.4 mostra os resultados da varredura L2. Notou-se que em todas as ODF's a intensidade aleatória máxima das orientações apresentava um valor de 3,41 em média. Vale lembrar que intensidades menores que 1 representam artefatos e não possuem nenhum significado físico [34]. As baixas intensidades encontradas indicam uma textura bastante fraca. As Tabelas 4.1 e 4.2 sumarizam as principais componentes de orientação encontradas em cada respectiva ODF. O ábaco do Anexo 1 foi utilizado para realizar a interpretação das ODF nesta investigação.

Descrição	(hkl)[uvw]	Intensidade de Orientação	φ2	ODF		
Componente principal	(332)[110]	2,7				
	(114)[221]	2,5				
Componentos socundárias	(114)[110] 2,5					
Componentes securidanas	(665)[056]	2,5				
	(331)[893]	2,2				
Componente principal	nente principal $(334)[\overline{2}\ \overline{2}3]$ 3,4					
Componentes secundárias	(110)[112]	2,9	45°	L2		
Componentes securidanas	(227)[1226]	2,7				
Componente principal	(665)[496]	2,9				
	(111)[583]	2,8				
Componentes secundárias	(001)[370]	2,8	45°	L3		
Componentes securidanas	(001)[250]	2,8				
	(111)[123]	2,7				

**Tabela 4.1:** Resultados da microtextura da seção longitudinal da placa de aço IF obtidos via difração de elétrons retroespalhados (EBSD).



**Figura 4.4:** Resultados do mapeamento da seção longitudinal da placa de aço IF-Ti (varredura L2) referente à: a) OIM da região mapeada; b) mapa de qualidade da imagem da OIM; c) mapa de qualidade da imagem mostrando os ângulos de rotação dos contornos; d) ODF da OIM. A ODF segue a notação de Bunge para os ângulos de Euler com o ângulo  $\varphi$ 2 constante.

Descrição	(hkl)[uvw]	Intensidade	φ2	ODF
Componente principal	(416)[140]	3,0	75°	T1
Componente secundária	(037)[205]	2,9		
Componente principal	(001)[110]	3,6	90°	T2
Componente principal (774)[110] 4,3				Та
Componente secundária	(220)[583]	3,5	45*	15

**Tabela 4.2:** Resultados da microtextura da seção transversal da placa de aço IF obtidos via difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

Além dos resultados indicados pelas técnicas de MEV e MET, os mapas de qualidade da imagem (da língua inglesa, *Image Quality* – IQ) dos mapas de orientação (OIM) obtidos via EBSD também indicaram a presença de contornos de baixo ângulo. Um exemplo deste tipo de mapa de qualidade é mostrado na Figura 4.4c. Neste mapa, os contornos de baixo ângulo ( $\psi$  < 15°) são marcados na cor azul e os contornos vermelhos possuem caráter de alto ângulo. Outra informação relevante destes mapas é quanto à distorção do reticulado em função das tonalidades de cinza (índice de qualidade). Nota-se que a maioria das regiões analisadas nas seções longitudinal e transversal apresentaram elevados índices de qualidade (Figura 4.4b). Deve-se ressaltar que, este resultado é qualitativo e comparável somente dentro de um mesmo mapa [89]. Portanto, de acordo com as micrografias apresentadas e os mapas de orientação, nota-se que a transformação da austenita em ferrita durante o processo de laminação a quente produziu um material parcialmente recristalizado. Esta afirmação fica comprovada em função da quantidade média dos contornos de alto ângulo que foram determinadas via EBSD nos mapeamentos. Os resultados obtidos mostraram que cerca de 95% dos contornos que aparecem delineados nas varreduras possuem um caráter de alto ângulo.

Também foi observado que a componente de textura cubo girado {001}<110> destacava-se nas ODF´s das áreas mapeadas no plano de laminação. A literatura reporta que a componente cubo girado surge da transformação primária da componente cubo {001}<100> da austenita em ferrita. A existência deste tipo de componente é uma forte evidência que o processo de recristalização dinâmica foi predominante durante a laminação a quente no campo austenítico. Além disso, se a recristalização durante a laminação no campo austenítico tivesse realmente sido inibida de forma eficiente por algum motivo, outras componentes de textura tais como latão, cobre, S e uma fraca textura do tipo Goss seriam desenvolvidas durante ou após o processo de deformação [36,43]. Assim sendo, estas observações reafirmam a discussão feita anteriormente em que foi sugerida a ocorrência de uma intensa recristalização da austenita durante o processo de deformação.

A Tabela 4.3 apresenta os resultados da determinação do tamanho de grão por duas técnicas distintas de metalografia quantitativa. Vale destacar que os valores apresentados via EBSD (true grain size) são referentes aos resultados obtidos nos mapeamentos de orientação (OIM) do material. Já a técnica de metalografia quantitativa por microscopia ótica de campo claro foi usada para obter as distribuições de tamanho de grão a partir de uma rotina computacional. Esta rotina computacional de análise de imagens foi desenvolvida inicialmente para amostras de nióbio recristalizado [92]. No caso da seção transversal, percebe-se que os valores obtidos entre as duas técnicas são bastante similares. Já para a seção longitudinal, nota-se uma diferença da ordem de 10 µm. Esta diferença pode ser explicada em função do número reduzido de áreas mapeadas com o auxílio da técnica de EBSD. E ainda, da ampliação de 500 vezes com uma distância de trabalho de 20 mm utilizada em cada varredura. Além disso, a técnica de EBSD pode ser considerada quantitativa para a determinação de tamanho de grão guando uma população superior a 200 grãos são varridos num mapa com no mínimo 20.000 pontos (orientation data points) [93]. Os mapas da seção transversal apresentaram em média 25.340 pontos. Por outro lado, no plano de laminação foram coletados em média 16.800 pontos em cerca de 293 grãos por mapa de orientação. Portanto, os mapeamentos da seção longitudinal podem ser considerados apenas qualitativos na determinação de tamanho de grão. Mesmo assim, podese concluir que há boa concordância entre os valores determinados por ambas as técnicas utilizadas e que o valor médio pode ser considerado igual a 55 ± 6 μm.

Foram também realizadas medidas de microdureza Vickers para avaliar a dureza inicial do material. Os valores obtidos foram  $109 \pm 6 = 86 \pm 4 \text{ VHN}_{100}$ 

para a seção longitudinal e transversal, respectivamente. Assim sendo, estes valores não indicam grandes diferenças entre as seções investigadas. De uma forma geral, a dureza pode ser considerada como sendo de  $98 \pm 13$  VHN<sub>100</sub> para a placa do aço IF na condição inicial.

**Tabela 4.3**: Resultados da determinação do tamanho de grãos determinados pelas técnicas de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e microscopia ótica de campo claro (MO).

	EBSD				МО			
Seção	Área			Crãos I		<b>C</b>	Crãos /	
	1	2	3	Graos / Área	[µm]	Aleatórios Ca	Campo	
		[µm]		, <b>v</b> a			• ampe	
Longitudinal	38,8	40,6	40,9	293	$50,5\pm2,3$	20	1135	
Transversal	62,4	51,9	60,1	277	59,3 ± 4,7	20	1040	

Visando determinar a macrotextura foram realizadas algumas medidas de textura via DRX. A Figura 4.5 mostra as figuras de pólo que foram medidas em relação ao plano {211} de ambas as seções (longitudinal e transversal) da placa de aço IF. Estas figuras de pólo mostram somente pontos aleatórios (espalhamento de orientações). Assim sendo, essas figuras não indicam nenhuma orientação preferencial da maioria dos grãos presentes no material. Vale lembrar que, nos mapeamentos via EBSD, a máxima intensidade de orientação exibida também era bastante reduzida. Portanto, pode-se afirmar que este material possui uma textura bastante fraca e aleatória. Estes resultados também estão em concordância com os resultados experimentais e as simulações computacionais encontradas na literatura para explicar a textura cristalográfica após a transformação da austenita em ferrita dos aços IF [36,38,41,44].

De uma forma geral, os resultados apresentados também sugerem que ocorreu um processo de competição microestrutural dinâmica entre a recuperação e recristalização no material durante a laminação realizada no campo austenítico e que a pequena fração volumétrica de partículas não foi eficiente na prevenção do processo de recristalização dinâmica dos grãos austeníticos. *Ray* e *Jonas* em [43] reportaram que nestes casos, uma textura cristalográfica fraca deve surgir após a transformação da austenita em ferrita. Estes mesmos autores também discutiram alguns resultados bastante similares aos apresentados anteriormente nesta investigação. O aço estudado por estes investigadores também possuía uma composição química idêntica ao do material utilizado neste trabalho. No entanto, nenhuma consideração foi feita a respeito da possibilidade de se encontrar regiões apenas recuperadas no material investigado após o processo de transformação.



**Figura 4.5:** Figura de pólo {211} da placa de aço IF-Ti referente à seção: a) longitudinal (plano DL-DT); b) longitudinal (*mid-thickness*); c) transversal (parte superior da chapa); d) transversal (parte inferior da chapa).

# 4.2 – Evolução microestrutural das bandas de cisalhamento

# 4.2.1 – O estado deformado

A Figura 4.6 mostra o comportamento mecânico do aço IF-Ti submetido a ensaios de compressão (estático e dinâmico) com taxas de deformação variando entre 0,001 e 3200·s<sup>-1</sup> a -196, -50, 20 e 300 °C. A literatura reporta que os metais CCC exibem uma forte dependência em relação à temperatura e taxa de deformação. Observando-se as curvas tensão-deformação do material se nota uma elevada sensibilidade a estas variáveis. Conforme mencionado no item 2.7.2, o processo de deformação plástica destes metais geralmente ocorre via deslizamento de discordâncias controlado por elevadas tensões de Peierls-Nabarro [83]. *Pérez-Prado* e seus colaboradores também reportaram em [22] um comportamento bastante similar do tântalo comercialmente puro.

Os corpos-de-prova submetidos ao ensaio de compressão dinâmica foram investigados para diferentes deformações cisalhantes introduzidas no material. As amostras utilizadas neste estudo foram separadas em grupos de acordo com a espessura do anel limitador em cada ensaio. As taxas de deformação variaram entre 1,0·10<sup>4</sup> e 7,9·10<sup>4</sup> s<sup>-1</sup> (Tabela 3.2). Os corpos-de-prova foram testados em três temperaturas distintas: -196 °C, -50 °C e 25 °C. Como resultado do processo de deformação plástica sob altas taxas de deformação e da geometria especial dos corpos-de-prova foram induzidas bandas de cisalhamento adiabáticas forçadas no aço IF estabilizado ao titânio.

O deslocamento ( $\delta$ ) da parte superior do chapéu pode ser calculado pela Equação 7. Já a deformação cisalhante ( $\gamma$ ) em cada corpos-de-prova será dada pela Equação 8. A partir da Equação 9, pode-se converter a deformação cisalhante em deformação longitudinal.

$$\delta = h_1 - h_3 \tag{7}$$

$$\gamma = \frac{\delta}{\xi} \tag{8}$$

$$\varepsilon = \ln \left[ \left( \frac{\gamma^2}{2} + \gamma + 1 \right)^{1/2} \right]$$
(9)

A Tabela 4.4 apresenta os resultados do deslocamento, da largura da banda de cisalhamento e os respectivos valores da deformação cisalhante e longitudinal nos corpos-de-prova testados. Vale ressaltar que o valor de  $\xi$ representa uma largura média e o seu método de medição foi padronizado. Todas as medidas foram realizadas na posição correspondente a metade do comprimento da banda de cisalhamento. Também foi adotado que o comprimento médio das bandas seria considerado como a área útil entre as fissuras observadas nas amostras testadas. Além de se utilizar a técnica de MO, também foram feitas medidas complementares nas micrografias obtidas com o auxílio da técnica de MEV para confirmação dos limites das bandas. Esta operação adicional foi necessária face às dificuldades encontradas em se determinar com precisão estes limites via MO. Isto se deve ao fato da largura da banda de cisalhamento não ser constante em sua extensão. Assim sendo, este método não é considerado muito rigoroso em razão de uma alta deformação localizada existir tanto na parte superior quanto inferior do corpode-prova [18]. No entanto, a Equação 8 descreve bem o estado de tensões sob condições de puro cisalhamento na região investigada [12].



**Figura 4.6:** Curvas tensão versus deformação para o aço IF-Ti deformado via compressão estática e dinâmica com taxa de deformação entre 0,001-3200 s<sup>-1</sup> numa faixa de temperatura entre -196 e 300 °C.
СР	т [⁰С]	<b>h</b> 1	h <sub>3</sub>	δ	٢	γ	Е
		[mm]	[mm]	[mm]	[µm]		
A-1	25	6,71	6,23	0,48	133,4	3,62	1,21
A-2		7,01	6,35	0,66	169,9	3,89	1,26
A-3		6,88	6,50	0,38	112,0	3,40	1,16
A-4	-50	7,06	6,22	0,71	121,8	5,84	1,59
A-5	-196	6,96	6,35	0,74	92,4	7,97	1,85
B-1	25	6,73	5,84	0,89	144,9	6,14	1,63
B-2		6,71	5,84	0,86	214,4	4,03	1,29
B-3		6,68	5,97	0,71	184,8	3,85	1,25
B-4	-50	6,86	5,84	1,02	107,8	9,46	2,00
B-5	-196	6,83	5,84	0,99	63,2	15,67	2,47
C-1		6,71	4,95	1,75	218,9	8,01	1,86
C-2	25	6,99	5,00	1,98	161,6	12,26	2,24
C-3		7,04	4,98	2,06	126,3	16,29	2,51
C-4	-50	6,88	4,95	1,88	80,9	23,25	2,85
C-5	-196	6,83	5,00	1,88	40,0	46,99	3,52
D-1		7,11	3,96	3,15	95,6	32,96	3,18
D-2	25	7,11	3,99	3,12	102,8	30,39	3,10
D-3		6,76	3,94	2,82	268,1	10,52	2,10
D-4	-50	6,96	3,96	3,02	164,9	18,31	2,28
D-5	-196	7,04	3,94	3,07	57,7*	53,27	3,64
E-1	25	6,88	2,87	4,01	261,5	15,35	2,45
E-2		6,91	2,87	4,04	215,3	18,76	2,64
E-3		6,73	2,79	3,94	223,0	17,65	2,58
E-4	-50	6,88	2,87	4,01	193,3	20,76	2,74
E-5	-196	7,04	-	-	fraturado	-	-

**Tabela 4.4:** Resultados do deslocamento, da largura da banda de cisalhamento e os respectivos valores da deformação cisalhante e longitudinal nos CP testados.

\* O corpo-de-prova D-5 encontrava-se parcialmente fraturado.

Analisando-se a Tabela 4.4, percebe-se que com o aumento do deslocamento ( $\delta$ ) e com o decréscimo da temperatura maiores deformações cisalhantes foram introduzidas nas amostras. Entretanto, a largura média das bandas não aumenta na mesma proporção em relação à deformação introduzida nas amostras testadas a 25 °C. Este resultado obtido difere dos apresentados para o tântalo testado a 25 °C com taxa de deformação de  $3 \cdot 10^3 \text{ s}^{-1}$  [22]. No caso do tântalo, foi observado que  $\xi$  aumentava com o aumento de  $\gamma$  de forma praticamente independente da temperatura do teste. Entretanto, nenhuma informação a respeito da textura inicial do material e do seu tamanho de grão foi reportada por *Pérez-Prado* e seus colaboradores em

[22]. Uma possível explicação para o resultado encontrado no caso do aço IF pode ser devido à aplicação de taxas de deformação mais elevadas (>  $10^4$  s<sup>-1</sup>) e também pela ausência de uma forte textura inicial no material e da distribuição de tamanho de grãos encontrada. Além disso, deve-se lembrar que a energia de defeito de empilhamento (EDE) de um ferro- $\alpha$  (320 mJ/m<sup>2</sup>) é muito menor que a do tântalo (1460 mJ/m<sup>2</sup>) [1]. Por estes motivos, espera-se que a extensão da recuperação do aço IF seja um pouco menor e também possa justificar as diferenças observadas.

Os resultados apresentados na Tabela 4.4 também mostraram que as amostras deformadas a -196 °C exibiram as maiores deformações cisalhantes em seus respectivos grupos. Também foi observado que as amostras D-5 e E-5 sofreram fratura após o impacto. No caso da amostra D-5 apenas uma parte dos corpos-de-prova foi fraturado, restando ainda intactas uma parte superior do chapéu e uma região da base. Dessa maneira, foi possível secionar a parte restante do CP e caracterizar o material. Já no caso do corpo-de-prova E-5, a fratura foi total e não foi possível encontrar qualquer vestígio da banda de cisalhamento que atravessou a amostra. A análise das superfícies de fratura será apresentada em detalhes no item 4.2.3.

A Figura 4.7 apresenta uma vista geral da seção transversal de alguns corpos-de-prova após a deformação em diferentes condições. Vale destacar que todas as micrografias foram obtidas com uma mesma ampliação, mesma tensão de aceleração do feixe de elétrons e com diferentes distâncias de trabalho. Estas distâncias variaram entre 7 e 11 mm. Nestas micrografias, notase a forma irregular das bandas de cisalhamento adiabáticas e também as respectivas regiões cisalhadas em função do deslocamento que cada corpo-deprova sofreu nos testes. A morfologia das regiões cisalhadas na maioria dos espécimes também indica a ocorrência de fratura do tipo frágil independente da temperatura do teste. Além disso, observou-se também a presença de vazios (*blunt voids*), microtrincas e fissuras no interior e nas proximidades das bandas. Assim sendo, é plausível admitir que o processo de fratura ocorreu após a elevada concentração de tensões decorrentes da formação e passagem da banda. Um comportamento similar também foi apresentado por bandas de

cisalhamento adiabáticas formadas em um aço AISI 4340 a uma taxa de deformação da ordem de  $0,8.10^6 \text{ s}^{-1}$  com  $\gamma$  acumulada de 3,92 [31].

Em compressão dinâmica, as elevadas tensões aplicadas fornecem força motriz suficiente para a ocorrência de maclação mecânica com taxas elevadas de nucleação de maclas em função da duração da tensão aplicada [77]. Conforme também mencionado anteriormente no item 2.4, os metais de alta EDE também podem sofrer maclação sob condições severas de serviço. Neste trabalho foi observado que as regiões próximas às bandas de cisalhamento de todas as amostras analisadas apresentaram maclas de deformação<sup>5</sup>. De forma qualitativa, pode-se também afirmar que as amostras deformadas a temperaturas criogênicas (-50 e -196 °C) exibiram uma maior fração volumétrica destes defeitos cristalinos superficiais. A Figura 4.8 mostra algumas regiões macladas nas amostras investigadas. Notou-se a existência de conjuntos de pequenas maclas próximas às de maiores dimensões e também de heterogeneidades de deformação que parecem ser bandas deslizamento. As pequenas maclas podem ser consideradas submicroscópicas (a Figura 4.9 mostra em detalhes estes defeitos superficiais). A literatura reporta a presença destes tipos de maclas em monocristais de ferro deformados a -253 °C sob tração [76]. Outros autores também reportam a formação de maclas para o ferro comercial e aços baixo carbono em baixas temperaturas de ensaio e diferentes modos de deformação [27,32,94-97].

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Em razão do número limitado de amostras em cada grupo, a fração volumétrica das maclas não foi determinada de forma quantitativa.







**Figura 4.7:** Vista geral da região de cisalhamento referente aos corpos-deprova: a) A-3; b) A-4; c) B-1; d) B-5; e) C-3; f) C-5. DNPC e DC referem-se às direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem no modo de elétrons retroespalhados, 10 kV.





**Figura 4.8:** Micrografia mostrando maclas de deformação referente ao corpo-deprova: a) B-4, b) B-5; c) C-3; d) C-5; e) D-1; f) E-4. DNPC e DC referem-se às direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem no modo de elétrons retroespalhados, 20 kV.



**Figura 4.9:** Micrografia mostrando maclas de deformação obtidas com o auxílio da técnica de MET referente a amostra: a) A-1 (conjunto de maclas localizadas na região vizinha a banda de cisalhamento); b) A-4 (região distante da região cisalhada). MET - imagem de campo claro, 100 kV. As setas brancas indicam algumas maclas de deformação em a).

*Meyers et al.* [30] também encontraram um conjunto de maclas de deformação com morfologia bastante similar (distorcidas) às da Figura 4.9a num aço inoxidável AISI 304L após um ensaio de explosão.

De uma forma geral, as maclas de deformação que apareceram no material após os testes de impacto possuíam, em sua maioria, morfologia lenticular, conforme mostraram as micrografias das Figuras 4.8 e 4.9b. A explicação para a formação de maclas com este tipo de morfologia também foi mencionada no item 2.4 desta Tese. *Meyers* e *Murr* em [77] reportaram que o molibdênio deformado sob impacto também exibiu maclas lenticulares. Outro aspecto interessante a ser destacado foi às várias intersecções de maclas observadas nas regiões vizinhas as bandas. As Figuras 4.8b e 4.8d mostram de forma clara estas intersecções. A literatura reporta que um grande número destas interseções e tempos de deformação menores que 1,8 µs limitam o tamanho das maclas [18,30]. Deve-se notar que o tempo de duração dos testes de cada amostra do aço IF foi superior a 30 µs.

Nas amostras investigadas também foi observado que sempre apareciam alguns conjuntos de maclas curvadas na região das bandas de cisalhamento (Figuras 3.3, 4.8a, 4.8d e 4.8f, por exemplo). Esta morfologia observada (na forma de um arco) sugere fortemente que as maclas de deformação são formadas nos primeiros instantes antes da passagem da banda de cisalhamento adiabática. *Meyers* e seus colaboradores em [98] realizaram ensaios de compressão dinâmica numa barra de impacto Hopkinson

 $(9 \cdot 10^2 < \frac{1}{\gamma} < 7, 6 \cdot 10^3 \cdot s^{-1})$  em amostras do tipo *hat-shaped* de titânio- $\alpha$  e também encontraram maclas curvadas em direção às bandas de cisalhamento.

A Figura 4.10 também mostra outras regiões próximas às bandas de cisalhamento de vários corpos-de-prova em diferentes condições de deformação. Nota-se que em todas estas regiões os grãos sofreram um processo de subdivisão. Este processo é necessário para a acomodação das crescentes flutuações de tensões aplicadas no material durante a deformação plástica. Durante a deformação o processo é mais ou menos eficiente para a iniciar o escorregamento em função da orientação cristalográfica local. As regiões consideradas macias sofrem escorregamento com maior facilidade em

relação às regiões denominadas duras [99]. As Figuras 4.10a e 4.10b ilustram bem o efeito de acomodação de tensões. Estas regiões aparecem destacadas em ambas as figuras por setas. Ainda na Figura 4.10, outras micrografias despertam a atenção (Figuras 4.10c e 4.10e-f). Nestas micrografias, nota-se a ocorrência de uma fragmentação bastante intensa gerando uma estrutura de subgrãos bastante parecida com um mosaico. Em todos os grupos analisados foi encontrado este tipo de microestrutura. As observações realizadas indicaram que este padrão de subdivisão também era independente da temperatura e da taxa de deformação do teste.



e)

f)

**Figura 4.10:** Micrografias mostrando a subdivisão (fragmentação) na região de cisalhamento dos corpos-de-prova: a) A-2, b) B-1; c) B-2; d) B5; e) D-2; f) ampliação da região destacada em *e*). DNPC e DC referem-se às direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem no modo de elétrons retroespalhados, 20 kV.

Vários autores afirmaram que era impossível estudar em detalhes com resolução suficiente a evolução microestrutural dentro das bandas de cisalhamento via MO e MEV. Além disso, em todos os casos reportados na literatura, a comprovação de uma nova estrutura de grãos no interior das bandas foi observada somente via MET. Dentre estes casos, pode-se citar o trabalho de *Andrade* e seus colaboradores em cobre de alta pureza com grãos recristalizados com tamanho na faixa de 0,1-0,3  $\mu$ m<sup>6</sup> [12].

Embora a literatura considere a resolução espacial da técnica de MEV limitada para a caracterização microestrutural de bandas de cisalhamento, neste trabalho também foi possível obter alguns detalhes do interior destas heterogeneidades de deformação. Nas Figuras 4.11 e 4.12 são apresentadas as micrografias obtidas com esta técnica de microscopia eletrônica. A técnica de MET foi utilizada para se observar o interior das bandas em maiores detalhes (Figura 4.13). De uma forma geral, as imagens mostram detalhes da microestrutura tanto das regiões vizinhas (processo de subdivisão dos grãos) quanto no interior das bandas de cisalhamento adiabáticas. A maioria das amostras investigadas indica que a microestrutura da banda de cisalhamento é formada por uma fina estrutura lamelar, com a espessura das lamelas variando entre 0,15-0,50 µm. Sabe-se que alguns destes contornos lamelares possuem caráter de alto ângulo, podendo chegar a diferenças de orientação ( $\psi$ ) da ordem de 60° em metais de elevada EDE [55]. Nota-se de forma bastante clara este tipo de subestrutura nas Figuras 4.11c, 4.12b, 4.12d, 4.12e e 4.13a-c. Por outro lado, existem microestruturas formadas por lamelas e também por um outro tipo de estrutura. Em virtude do contraste cristalográfico (channeling contrast) utilizado na obtenção das micrografias (Figuras 4.11b, 4.11d-f, 4.12a, 4.12c e 4.12f), pode-se afirmar que novos grãos com microestrutura ultrafina foram formados como resultados dos testes. Medidas de EBSD convencional e de alta resolução foram realizadas para comprovar esta afirmação junto às amostras do grupo C. Os resultados de microtextura e mesotextura são apresentados e discutidos no item 4.2.4 desta Tese.

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup> Os autores em [12] não reportaram a população de grãos e nem a sua representatividade estatística na determinação do tamanho de grão.

Vale mencionar que nas amostras referentes ao grupo A não foi observado qualquer vestígio de grãos recristalizados no interior das respectivas bandas com o auxílio das técnicas de MEV e MET. A estrutura de subgrãos que aparece na micrografia da Figura 4.13d também sugere que as amostras deste grupo sofreram um intenso processo de recuperação. Uma possível explicação para este comportamento diferenciado destas amostras em relação aos outros grupos pode ter sido a aplicação de uma menor taxa de deformação e, em conseqüência uma menor elevação localizada da temperatura. Outro detalhe a ser considerado é a duração destes ensaios em comparação aos demais grupos.

Em relação ainda à elevação localizada da temperatura, a Figura 4.14 apresenta a curva que representa uma estimativa destes valores. Esta curva foi obtida a partir da determinação dos coeficientes e expoentes da equação constitutiva para metais CCC segundo o modelo de Zerilli-Armstrong (item 2.7.2) [100]. O modelo foi aplicado nos dados fornecidos pela Figura 4.6 via técnicas de regressão matemática para se determinar o melhor ajuste possível. A literatura reporta que normalmente o modelo de Johnson-Cook exibe uma tendência de superestimar os valores da temperatura para deformações cisalhantes superiores a 0,3 [22]. De acordo com esta curva, a temperatura estimada para as amostras do Grupo A não seria superior a 1350 °C. Vale ressaltar que esta elevação de temperatura não pode ser medida experimentalmente e por isso as equações constitutivas são empregadas para se estimar esses valores. Contudo, estes modelos possuem algumas limitações na descrição destes fenômenos (item 2.7).



**Figura 4.11:** Micrografia mostrando a banda de cisalhamento adiabática formada no corpo-de-prova: a) A-3, b) B-5; c) C-1; d) C-3; e) C-4; f) C-5. DNPC e DC referem-se às direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem no modo de elétrons retroespalhados, 20 kV.



**Figura 4.12:** Micrografia mostrando a banda de cisalhamento adiabática do corpo-de-prova: a) D-2; b) D-3; c) D-4; d) E-1; e) E-3; f) E-5. DNPC e DC referem-se às direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem no modo de elétrons retroespalhados, 20 kV.



d)

**Figura 4.13:** Micrografias mostrando uma microestrutura lamelar (a-c) e também subgrãos alongados (d) no interior das bandas de cisalhamento adiabáticas em diferentes regiões das amostras A-1 e A-4. MET – imagem em campo claro, 100 kV.



**Figura 4.14:** Curva da elevação localizada da temperatura nas bandas de cisalhamento adiabáticas em função da deformação cisalhante a partir do modelo de Zerilli-Armstrong [100].

## 4.2.2 – Medidas de raios X via espectrometria de energia dispersiva (EDS)

Durante a caracterização microestrutural das amostras via MEV foram encontradas algumas partículas grosseiras que foram analisadas via espectrometria de energia dispersiva (EDS) de raios X. Vale ressaltar que, estas partículas também foram observadas no material de partida. Estas partículas foram mapeadas nos seguintes corpos-de-prova: B-4, B-5, C-2, C-5, D-1 e E-1. Estas partículas também foram encontradas em outras amostras deformadas que compõem esta investigação.

A Figura 4.15 apresenta algumas das partículas encontradas no material após o processo de deformação plástica. Nota-se que as partículas apresentadas nas Figuras 4.15a e 4.15e-f possuem uma morfologia do tipo cubóide. Deve-se ressaltar que estas partículas se encontram localizadas no interior das respectivas bandas de cisalhamento. Nas outras micrografias apresentadas, não se nota um padrão em relação à morfologia das partículas e encontram-se distribuídas nos grãos vizinhos à banda. Outro detalhe que chama a atenção é a microtrinca que aparece indicada na Figura 4.15b. Esta microtrinca indica que esta partícula não se deformou, apesar da elevada deformação cisalhante aplicada no ensaio. Além disso, esta micrografia apresenta uma forte evidência da ocorrência de danos numa região fora dos limites da banda de cisalhamento. Como a fração de partículas é baixa no material, de acordo com as observações realizadas em todas as amostras, o dano acumulado por estes elementos da subestrutura pode ser desprezado no comportamento macroscópico do material deformado sob altas taxas de deformação.

Os resultados da análise dos espectros de raios X das partículas que são mostradas na Figura 4.15 não permitiram uma identificação precisa dos compostos em função das dimensões bastante reduzidas e do forte efeito de matriz. Além disso, deve-se também notar que em virtude de algumas partículas terem na sua composição química elementos de baixo número atômico (N,C,O), os resultados das analises foram de natureza semiqualitativa. No caso destes elementos, torna-se necessária à utilização de um espectrômetro dispersivo por comprimento de onda (*wavelength dispersive spectrometer* – WDS) para a realização de uma análise elemental quantitativa.

A literatura reporta que o papel exercido pela presença de partículas num material afeta de forma acentuada a sua microestrutura durante o processo de deformação plástica. Este comportamento deve-se aos seguintes aspectos: quantidade de partículas, efeito das partículas em relação ao processo de deformação da matriz e a natureza da subestrutura de deformação nas vizinhanças das partículas [1,2]. De um modo geral, partículas muito finas, geralmente menores que 1 µm, exercem uma força de aprisionamento bastante efetiva em relação aos contornos durante sua migração, atrasando a recristalização e, em alguns casos, inibindo-a. Partículas mais grosseiras e razoavelmente espaçadas umas das outras, por sua vez, favorecem a ocorrência da chamada nucleação estimulada por partículas (particle stimulated nucleation – PSN), acelerando a recristalização, quando comparada à cinética observada para o mesmo material isento de partículas. Neste aço IF, foram observadas uma pequena quantidade de partículas com tamanhos um pouco maiores que 1  $\mu$ m via MEV/EDS e 0,15  $\mu$ m pela técnica de MET. Além disso, não foi notada nenhuma influência destas partículas na microestrutura final do material após os testes de compressão dinâmica. Por esta razão, medidas quantitativas não foram realizadas nas poucas partículas encontradas no aço IF estabilizado ao titânio.



**Figura 4.15**: Micrografias mostrando algumas partículas nos corpo-de-prova: a) B-4; b) e c) B-5; d) e e) C-5; f) D-1. DNPC e DC referem-se a direção normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV - imagem no modo de elétrons retroespalhados, 20 kV. Nas Figuras 4.15b-d a imagem foi gerada misturando-se o sinal do modo de elétrons secundários com o de retroespalhados.

## 4.2.3 – Análise da superfície de fratura dos CP ensaiados a -196 °C

As superfícies de fratura das amostras D-5 e E-5 apresentavam um aspecto bastante brilhante e facetado. Estas características indicam que o material sofreu uma fratura do tipo frágil. As fractografias de ambas as amostras são mostradas nas Figuras 4.16 e 4.17. Analisando-se as micrografias, percebe-se que a fratura ocorreu via um processo de clivagem. A literatura reporta que o processo de clivagem em aços ferríticos apresenta seu início nas partículas de segunda fase durante a deformação. Estas partículas sofrem fratura durante o processo em função da ação dos campos elásticos de tensão associados às discordâncias empilhadas nos seus limites. Isto ocorre em função do elevado campo de tensões das discordâncias empilhadas ao redor dessas partículas durante a deformação plástica. Estes locais atuam como concentradores de tensões. Biggs e Pratt [94] observaram que a fratura por clivagem em um monocristal de ferro testado em tração uniaxial a -183 °C também poderia se iniciar a partir de discordâncias empilhadas em contornos de macla e/ou bandas de deslizamento. Assim sendo, a taxa e o modo de deformação nos aços ferríticos é determinante para o tipo de fratura que o material pode apresentar em função do mecanismo de deformação plástica ativado. Pode-se observar nas superfícies de fratura dos corpos-de-prova a nítida presença de bandas de deslizamento (slip bands) e várias maclas de deformação. Outro detalhe importante é a mudança do plano de clivagem em várias regiões (marcadas em retângulos brancos) da superfície analisada. Nestes locais não se percebe a presença de gualquer partícula de segunda fase. Vale ressaltar que, esta afirmação é válida somente dentro dos limites de resolução da técnica de MEV/EDS. Resultados similares foram apresentados para um aço ferrítico de baixo carbono (0,03%C em peso) testado por meio do tradicional ensaio de impacto Charpy a -196 °C [101]. Diante das observações mencionadas anteriormente, pode-se sugerir que o processo de clivagem nas amostras deformadas por compressão dinâmica a -196 °C foi iniciado pelas maclas de deformação em associação com as bandas de deslizamento (slip bands). Estes resultados estão de acordo com os relatos disponíveis na literatura (item 2.4).









c)



d)

**Figura 4.16:** Fractografia de uma parte do corpo-de-prova D-5 referente à: a) vista geral; b), c) e d) detalhe de *a*). DNPC e DC referem-se às direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem no modo de elétrons secundários, 20 kV.



a)

b)



c)

**Figura 4.17:** Fractografia do corpo-de-prova E-5 referente à: a) vista geral; b) e c) detalhe de E-4 em *a*). DNPC e DC referem-se às direções normal ao plano de cisalhamento e de cisalhamento, respectivamente. MEV – imagem de elétrons secundários, 30 kV.

## 4.2.4 – Medidas de difração de elétrons retroespalhados

A utilização da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) na caracterização microestrutural e textural de bandas de cisalhamento adiabáticas é uma prática recente e até o presente momento existem apenas dois trabalhos publicados na literatura [22,30]. Nestas investigações foram utilizados sistemas convencionais de EBSD e também um procedimento idêntico para a preparação metalográfica das amostras analisadas. As medidas foram realizadas com sucesso somente nas regiões vizinhas (grãos adjacentes) às bandas de cisalhamento. Além disso, as figuras de pólo discretas correspondentes ao interior das bandas do tântalo [22] e também do aço inoxidável AISI 304L [30] apresentaram um enorme efeito de espalhamento de orientações (orientation spread). Este efeito foi devido a uma elevada fração de pontos (orientation data points) não indexados em função dos fracos e difusos padrões de difração medidos nas respectivas bandas. Por esta razão, estes resultados não deveriam ser considerados como orientações locais verdadeiras em virtude destes pontos representarem artefatos. No entanto, todos estes autores não consideraram estes efeitos na discussão destes resultados e apresentaram tais figuras de pólo como dados quantitativos. Vale lembrar que o principal problema que surge com a utilização da técnica convencional de EBSD para a análise de metais deformados é a limitação intrínseca das resoluções espacial (~0,5 μm) e angular (~2°) encontradas em microscópios de varredura com filamento de tungstênio [34]. Outro detalhe que também deve ser considerado é a presença de artefatos provenientes de uma preparação metalográfica inadequada das amostras. Assim sendo, desenvolveu-se uma rota de preparação de amostras que se mostrou bastante eficiente para a análise de microtextura do aço IF-Ti deformado sob altas taxas de deformação, mesmo se utilizando um sistema convencional. Além disso, um sistema de difração de elétrons retroespalhados de alta resolução também foi empregado para possibilitar o mapeamento em detalhes do interior das bandas de cisalhamento adiabáticas. Esta técnica também foi usada com o objetivo de se validar os resultados obtidos pelas outras técnicas de caracterização microestrutural apresentadas anteriormente.

A resolução espacial de um sistema de alta resolução é estimada de forma qualitativa como sendo menor que 0,2 µm e permite mapear materiais com grãos sub-micrométricos ou ultrafinos (0,1 - 1 µm) e também regiões que contenham subgrãos [91,102]. Com a resolução angular destes sistemas tornase possível diferenciar elementos da subestrutura com diferenças de orientação na faixa de 0,5-1,5°. De uma forma geral, a determinação da resolução espacial é fortemente dependente da tensão de aceleração, corrente do feixe e também da nitidez do padrão. A nitidez e a intensidade do padrão varia em função do número atômico e do arranjo local dos defeitos cristalinos (principalmente dos sítios de discordâncias) do metal analisado. Já a angular, depende basicamente do alinhamento da amostra e também das condições de operação do sistema [93]. Assim sendo, neste trabalho adotou-se que a resolução angular seria considerada igual a 2º para a análise dos dados de mesotextura. Este valor pode ser explicado em razão das dificuldades intrínsecas na realização de um alinhamento perfeito das amostras e também de não ter sido realizado nenhum experimento com amostras de aço IF para avaliar a resolução angular do sistema utilizado. A utilização desta técnica avançada de caracterização microestrutural no estudo do aço IF deformado via compressão dinâmica também pode ser considerado como um aspecto inédito deste trabalho.

Inicialmente, somente o "grupo A" seria investigado em razão dos valores elevados de deformação cisalhante das outras amostras. No entanto, o procedimento de preparação metalográfica adotado e a utilização do EBSD de alta resolução possibilitaram o mapeamento de micro-regiões em amostras bastante deformadas ( $\gamma > 8$ ). Dessa forma, o grupo C também pode ser investigado em detalhes.

## 4.2.4.1 – Grupo A

O mapa de orientação da Figura 4.18 mostra uma vista geral da região de cisalhamento da amostra A-2. A área mapeada foi igual a 157 x 163  $(\mu m)^2$  com um *step size* de 0,1  $\mu m$ . Nota-se de forma bastante clara o elevado grau de subdivisão dos grãos vizinhos da banda de cisalhamento com a presença inclusive de bandas de deslizamento (*slip bands*). Esta afirmação se baseia na

observação das tensões de longo alcance que são facilmente visualizadas por meio da variação das tonalidades de uma cor no interior dos vários grãos que limitam as fronteiras. Na parte superior da OIM nota-se a presença de uns poucos pontos que não puderam ser indexados. Esta observação sugere que realmente a deformação plástica ocorreu de forma heterogênea e bastante localizada ao longo da extensão da banda. No entanto, estes pontos podem ser associados a artefatos oriundos da preparação metalográfica. Contudo, devese observar que estes pontos não aparecem de forma perceptível no restante da OIM. Assim sendo, é razoável admitir que em virtude da deformação ser bastante localizada em razão da geometria do CP esta seria a melhor hipótese para explicar a incorreta indexação de tais pontos. Outro detalhe que também deve ser citado é que ao se observar a OIM torna-se difícil indicar os verdadeiros limites da banda de cisalhamento. Por este motivo, o mapa IQ da OIM mostrado na Figura 4.19a fornece esta informação de forma indiscutível em função dos tons de cinza que aparecem no mapa. Vale lembrar que, as regiões com maiores densidades de defeitos são delineadas nas cores preta e cinza escuro. Como exemplo, pode-se citar a partícula de segunda fase de cerca de 3 µm (indicado no mapa IQ por uma seta branca) e também os diversos contornos. Já as áreas que exibem uma coloração em torno de um gradiente da tonalidade cinza-claro apresentam de forma qualitativa menores densidades de defeitos cristalinos. Os interiores dos grãos vizinhos da banda são exemplos de regiões que exibem uma baixa guantidade de defeitos em comparação à região cisalhada na Figura 4.19a.

As figuras de pólo {110} que são mostradas na Figura 4.19b correspondem somente à região da banda de cisalhamento em cada área indicada na Figura 4.19a. Ao se observar estas figuras, nota-se claramente que a microtextura varia bastante ao longo do comprimento da banda com uma rotação de  $[\bar{1}\bar{1}4]$  (área 1) em direção a  $[4\bar{1}0]$  (área 3). Vale lembrar que a intensidade aleatória de orientação do material na condição inicial era bastante fraca (~3) em comparação aos valores exibidos ao longo da banda de cisalhamento (> 4,8).



**Figura 4.18:** Mapeamento de orientação (OIM) obtido com o auxílio da técnica de EBSD de alta resolução na região de cisalhamento induzida na amostra A-2.



**Figura 4.19:** Mapa de qualidade da imagem (IQ) da OIM da Figura 4.18 (a) e as figuras de pólo {110} referentes à região da banda de cisalhamento em cada uma das áreas acima indicadas no mapa IQ (b).

A microestrutura no interior da banda de cisalhamento da amostra A-2 é formada em grande parte por lamelas onde convivem regiões com grandes diferenças de orientação ( $\psi > 15^{\circ}$ ) com outras que possuem contornos com natureza de baixo ângulo. Além disso, também são encontrados conjuntos de subgrãos em que pequenas diferenças de orientação podem ser observadas. Vale lembrar que na Figura 4.13b também foram encontrados alguns poucos subgrãos no interior da banda da amostra A-1 com o auxílio da técnica de MET. A Figura 4.20a mostra em maiores detalhes uma região no interior da banda de cisalhamento dentro da área 1 da Figura 4.19a em que uma área de  $9 \times 15 (\mu m)^2$  foi varrida com um step size de apenas 0,05  $\mu m$ . No lado esquerdo desta OIM encontram-se os subgrãos que fazem fronteira com a microestrutura lamelar. O mapa IQ (Figura 4.20b) mostra os contornos de baixo e alto ângulo presentes entre os elementos da subestrutura. A espessura média das lamelas do lado direito do mapa é de cerca de 0,42 µm e o tamanho médio dos subgrãos é da ordem de 1,67 µm. Algumas poucas regiões que parecem ser grãos recristalizados também são facilmente identificadas no mapa IQ. Alguns destes grãos possuem uma razão de aspecto que permite classificá-los como equiaxiais enquanto outros parecem ter um formato mais alongado. Estas regiões são delimitadas apenas por contornos com caráter de alto ângulo. A Figura 4.20c apresenta o perfil de diferença de orientação ao longo da linha teste que aparece indicada na OIM. Neste perfil também se nota que não existe uma predominância de contornos de alto ângulo (16,5%) conforme também mostrou o mapa IQ. A microestrutura lamelar encontra-se orientada em direção a <142> // DC (Figura 4.20d). Em condições de cisalhamento, a literatura considera que após sucessivas rotações os grãos devem exibir uma orientação final estável em direção a <111> // DC [30]. Dessa forma, a microtextura das lamelas estaria de acordo com a orientação prevista como final e estável pela literatura para acomodar as tensões cisalhantes impostas.

Diante dos resultados apresentados acima, pode-se considerar que as condições impostas de deformação nesta amostra possibilitaram um intenso processo de recuperação microestrutural e apenas umas poucas regiões sofreram recristalização.



**Figura 4.20:** Resultados do mapeamento de orientações realizado no interior da banda da amostra A-2: a) OIM; b) mapa IQ da OIM mostrando os ângulos de rotação dos contornos; c) perfil de diferença de orientação ao longo da linha teste da OIM; d) figura de pólo referente às lamelas (lado direito da OIM).

Na Figura 4.21 são apresentados os resultados obtidos em cinco áreas consecutivas que foram varridas na amostra A-3 ( $\gamma$  = 3,89). Nestes mapas também foi possível obter nítidos padrões de difração para toda a região de cisalhamento com o sistema de alta resolução. Observando-se a OIM, nota-se o elevado grau de subdivisão dos grãos adjacentes que foram cisalhados pela passagem da banda de cisalhamento. A largura média desta banda é igual a 112 µm. Vale ressaltar que a morfologia desta banda é bastante irregular quando comparada com a região de cisalhamento da amostra A-2. Nos grãos vizinhos à banda, também são visíveis algumas regiões que exibem os efeitos das tensões de longo alcance. Também se observa uma macla de deformação curvada na forma de um arco. Além desta macla, também se nota a existência de um conjunto com dimensões sub-micrométricas destes defeitos que permaneceram mesmo após a passagem da banda. Este nível de detalhamento foi possível em razão do pequeno step size (0,1 µm) utilizado. A macla curvada estava orientada em direção à  $[\overline{4}\,\overline{1}3]$  enquanto que o grão que a continha indicava uma orientação próxima à [210].

O mapa de qualidade da imagem mostra os limites da banda em cada área mapeada (Figura 4.22). Neste mapa fica muito visível a natureza irregular da banda, as partículas de segunda fase e também as várias maclas de deformação que estão distribuídas na região cisalhada. Também se nota um outro conjunto de maclas lenticulares (retângulo vermelho) bastante próximas a macla de deformação curvada indicada pela seta branca. Neste mesmo mapa também são mostradas as figuras de pólo {110} referentes a cada área indicada na OIM e a interpretação das componentes principais que cada projeção estereográfica indica. Comparando-se estes resultados com os da banda da amostra A-2, nota-se que o comportamento é bastante similar. Portanto, estes resultados reforçam a discussão feita em relação às sucessivas rotações da banda para acomodar as severas tensões aplicadas. Nota-se que ao longo da extensão da banda também existe uma variação considerável da distribuição da fração de contornos de baixo e alto ângulo, conforme mostra a Figura 4.23. Estes resultados reafirmam o caráter heterogêneo destas bandas e a possibilidade da ocorrência de uma intensa recuperação microestrutural.



**Figura 4.21**: Mapeamento de orientação (OIM) obtido em cinco áreas consecutivas com o auxílio da técnica de EBSD de alta resolução na região de cisalhamento induzida na amostra A-3. Notar as maclas de deformação destacadas pelo retângulo branco.



**Figura 4.22:** Mapa de qualidade da imagem (IQ) da OIM da Figura 4.21 e as figuras de pólo {110} referentes à região da banda de cisalhamento em cada uma das áreas indicadas na OIM.



**Figura 4.23:** Histograma da distribuição da fração de contornos em função da diferença de orientação ( $\psi$ ) presente no interior da banda de cisalhamento adiabática da amostra A-3 na regiões indicada na Figura 4.21: a) área 1; b) área 2; c) área 3; d) área 4; e) área 5; f) fração de contornos de alto ângulo em cada área analisada.  $\psi$  representa o valor médio de diferença de orientação na distribuição.

No caso da amostra A-4 foram realizados 3 mapeamentos de orientação para caracterizar a região de cisalhamento mostrada na Figura 4.7b. Nestes mapeamentos também foi possível obter uma quantidade estatística de padrões de difração nítidos no interior da banda de cisalhamento adiabática e em maclas de deformação. Nos mapas da Figura 4.24a, nota-se que os grãos adjacentes à banda sofreram um intenso processo de subdivisão e também fica visível à presença de bandas de deslizamento (slip bands) e das tensões de longo alcance. A literatura reporta que este tipo de banda aparece no interior de um grão e apresenta uma direção cristalográfica bem definida [32,73]. Neste mapeamento não foi possível separar os dados de orientação cristalográfica destas bandas e determinar a sua relação com as respectivas matrizes (grãos). Também existem relatos que as bandas de deslizamento estão sempre associadas às maclas mecânicas e a altas taxas de deformação [78]. Nota-se que nos corpos-de-prova deformados a temperatura ambiente também foram encontradas bandas de deslizamento. Por esta razão, pode-se afirmar que devido às altas taxas de deformação este tipo de heterogeneidade de deformação aparece com certa facilidade. Esta região mapeada foi obtida com um step size de 0,1 µm num sistema de alta resolução numa área de cerca de 49 x 196 (μm)<sup>2</sup>.

A Figura 4.24b mostra o interior da banda de cisalhamento com os ângulos de rotação dos contornos em uma área de  $32 \times 63 (\mu m)^2$ . A microestrutura desta banda é composta por lamelas, subgrãos alongados e também exibe a presença de alguns grãos recristalizados com dimensões da ordem de 0,3 µm. Os resultados sugerem que a distribuição desta nova estrutura de grãos parece ter se formado em áreas correspondentes à microestrutura lamelar anteriormente formada. Isto se deve ao perfeito alinhamento observado na OIM e também pela natureza dos contornos encontrados neste mapa. Vale lembrar que a amostra A-2 também exibiu uma nova estrutura de grãos no interior da banda de cisalhamento. No entanto, foi observado de forma qualitativa que a fração encontrada na amostra A-2 era bastante reduzida em comparação a encontrada na amostra A-4. A explicação para esta diferença pode ser atribuída a menor temperatura do teste da amostra A-4 e, conseqüentemente, da deformação cisalhante imposta. A Figura 4.25a mostra uma outra área referente à banda de cisalhamento em que os mesmos elementos da subestrutura mencionados anteriormente também foram observados. Os resultados da microtextura nesta região indicam que a banda está orientada em torno da direção  $[1\bar{2}2]$ , conforme mostra a Figura 4.25b. Neste mapa cerca de 35% dos contornos presentes possuem caráter de alto ângulo (Figura 4.25c). A Figura 4.25d apresenta em detalhes a nova estrutura de grãos, as lamelas e os subgrãos alongados presentes na OIM da Figura 4.25a e os respectivos ângulos de rotação dos contornos presentes.

Nesta amostra deformada a -50 °C existe uma maior população de maclas em relação à amostra deformada a 25 °C. Assim sendo, um conjunto de maclas de deformação encontradas na região de cisalhamento foram mapeadas em detalhes com um step size de 0,5 µm utilizando-se um sistema convencional de EBSD (Figura 4.26). No mapeamento de orientação foram gerados e analisados mapas de gualidade em que estão indicados a presença de contornos especiais do tipo CSL (coincidence site lattice) em associação com sua notação sigma ( $\Sigma$ ), de acordo com tradicional "*critério de Brandon*" [103]. Na Figura 4.26d, percebe-se a presença de maclas de deformação (contornos do tipo  $\Sigma$ 3 marcados na cor verde no mapa IQ). O contorno do tipo  $\Sigma$ 3 é considerado especial em função da sua influência no aumento da resistência à corrosão de metais e ligas que possuem elevadas frações volumétricas destes contornos em sua microestrutura [104]. A área mapeada possuía as seguintes dimensões: 37 x 136  $(\mu m)^2$ . Esta área também mostra que as maclas foram distorcidas devido à passagem da banda de cisalhamento. A matriz encontra-se fortemente orientada em direção à [331]. Já as maclas de deformação indicam estarem orientadas em direção a 4,8º[100]. Estas direções foram interpretadas a partir das figuras de pólo de cada micro-região. Ainda em relação a estas figuras de pólo, pode-se afirmar que a matriz está com uma orientação mais intensa e menos espalhada em comparação ao conjunto de maclas.



10.00 µm

Contornos:

15 - 180°

**Figura 4.24:** Resultados do mapeamento de orientações da região de cisalhamento da amostra A-4 mostrando: a) vista geral da região cisalhada (OIM e o respectivo mapa de qualidade da imagem); b) OIM da área dentro do retângulo branco indicado em *a*) (interior da banda de cisalhamento adiabática) com os ângulos de rotação dos contornos. Notar que os retângulos tracejados mostram algumas regiões que exibem bandas de deslizamento.

Ângulos de rotação b)



**Figura 4.25:** Resultados do mapeamento de orientações da banda de cisalhamento da amostra A-4: a) OIM com os contornos com caráter de alto ângulo; b) figura de pólo da banda; c) histograma da fração de contornos presentes na OIM; d) detalhe da OIM apresentada em *a*) com os ângulos de rotação dos contornos.  $\overline{\psi}$  representa o valor médio de  $\psi$  na distribuição.



**Figura 4.26:** Resultados do mapeamento de orientações da amostra A-4 obtidos num sistema convencional de EBSD referente à: a) OIM da região mapeada mostrando as figuras de pólo do grão e das maclas de deformação, respectivamente; b) mapa de qualidade da imagem (IQ) da OIM; c) mapa IQ da OIM mostrando os ângulos de rotação dos contornos; d) mapa IQ da OIM mostrando os contornos especiais do tipo CSL.
A Figura 4.27a mostra uma vista geral da região de cisalhamento da amostra deformada a -196 °C (A-5). Este mapa foi obtido numa área de 98 x 146  $(\mu m)^2$  com um step size de 0,1  $\mu m$ . Como era de se esperar, a fração volumétrica de maclas de deformação nesta amostra era maior do que no restante do grupo e também se nota que alguns conjuntos encontravam-se curvados na direção da passagem da banda. Este mapeamento mostra a região de cisalhamento com alguns grãos que foram bastante fragmentados e também se nota algumas bandas de deslizamento próximas as maclas de deformação. Outro fato interessante é que a banda de cisalhamento induzida nesta amostra possui uma morfologia bastante regular em comparação com as outras regiões de cisalhamento apresentadas anteriormente. Isto se deve a elevada deformação cisalhante, ter sido a maior no grupo A ( $\gamma = 7,97$ ). O mapa IQ (Figura 4.27b) indica de forma indireta que realmente a deformação cisalhante foi severamente localizada nesta amostra e que a microestrutura no interior da banda é bastante fina. No respectivo mapa OIM, percebe-se a presença de contornos lamelares e de alguns grãos que recristalizaram em função das severas condições de compressão dinâmica. Neste mapa também se nota a presença de algumas regiões com subgrãos alongados em que não existem contornos de alto ângulo indicados. A banda de cisalhamento mostrada na Figura 4.27c encontra-se orientada em direção a 11º[100]. Vale lembrar que esta orientação não é similar às apresentadas anteriormente para as outras bandas analisadas e pode ser associada à restauração local dos defeitos cristalinos.

Vale mencionar que cerca de 20% dos pontos (*orientation data points*) não foram indexados no interior desta banda de cisalhamento (Figura 4.27a). Assim sendo, uma segunda região foi varrida no interior da banda numa área de 25 x 50 ( $\mu$ m)<sup>2</sup> com um *step size* bastante reduzido (0,05  $\mu$ m) a fim de se confirmar os resultados apresentados anteriormente. A Figura 4.28a mostra este mapa e apresenta em detalhes a estrutura mista de contornos lamelares e também os grãos que recristalizaram na banda. Vale ressaltar que o mapa IQ mostra de forma inequívoca em função das tonalidades de cinza presentes no interior da banda que os processos de restauração microestrutural (recuperação e/ou recristalização) realmente ocorreram. Esta afirmação se

deve ao fato de que uma possível comparação entre este mapa de qualidade e o apresentado na Figura 4.27b em função das grandes diferenças de tonalidade na região da banda não ser considerada válida. O histograma da Figura 4.28b indica que cerca de 74% dos contornos presentes no interior da banda possuem caráter de alto ângulo. Vale lembrar que a fração de contornos de alto ângulo nos demais mapas de orientação era bastante reduzida em comparação a estes dados da amostra A-5. A microtextura da banda indica uma orientação em direção a 6º[001] (Figura 4.28c). Assim sendo, estes resultados são bastante similares aos reportados anteriormente.

Os resultados de microtextura do grupo A forneceram algumas evidências para explicar a presença dos grãos no interior da banda de cisalhamento. Vale lembrar que as teorias existentes na literatura foram apresentadas no item 2.6 desta Tese. Dentre estas evidências, pode-se destacar a presença de subgrãos alongados e também de grãos alinhados perfeitamente em regiões que lembravam lamelas no interior da banda. Estes elementos indicam que a teoria de recristalização dinâmica rotacional parece ser adequada para explicar as alterações microestruturais sofridas pelo material durante a formação e a passagem das bandas de cisalhamento adiabáticas.



10.00 µm

a)



**Figura 4.27:** Resultados do mapeamento de orientação da região de cisalhamento forçada na amostra A-5: a) OIM mostrando a vista geral; b) mapa IQ e a respectiva OIM referente ao interior da banda de cisalhamento adiabática com os ângulos de rotação dos contornos; c) figura de pólo {110} da banda mostrada em *a*). Note que a fração de pontos não indexados em *b*) foi menor 5%.



**Figura 4.28:** Resultados do mapa de orientações no interior da banda de cisalhamento adiabática da amostra A-5: a) OIM e o respectivo mapa de qualidade da imagem (IQ); b) histograma da distribuição de contornos presentes na OIM; c) figura de pólo {110} da banda de cisalhamento.  $\overline{\psi}$  representa o valor médio de diferença de orientação na distribuição.

## 4.2.4.2 – Grupo C

A mesotextura e a microtextura após os testes de compressão dinâmica uniaxial das amostras do grupo C foram determinadas via EBSD convencional e de alta resolução. No caso da amostra C-3, a vista geral é apresentada por uma OIM e o respectivo mapa de qualidade da imagem (IQ), conforme mostra a Figura 4.29a. Esta região de cisalhamento foi varrida com um step size de  $2 \mu m$  em uma área 373 x 1.365 ( $\mu m$ )<sup>2</sup>. Nota-se, como nos mapeamentos do Grupo A, os efeitos do acentuado processo de subdivisão que os grãos adjacentes a região cisalhada experimentaram pela passagem da banda e também a presença de bandas de deslizamento. Além disso, nota-se uma tênue faixa cinza claro no mapa IQ. Pode-se afirmar que essa faixa seja um indicativo de um possível processo de restauração microestrutural (recuperação e/ou recristalização). Entretanto, esta afirmação deve ser contestada em função da limitação intrínseca da técnica de EBSD convencional conforme a discussão feita anteriormente. Outra informação relevante é que nas regiões vizinhas da banda existe uma elevada fração de contornos especiais (~23%) do tipo CSL com notação  $\Sigma$ =1 (mapa não apresentado). Caul e Randle em [105] também encontraram uma fração da ordem de 26% destes contornos em amostras de aço IF laminado a frio até 80% de redução em área e recozido posteriormente a 850 °C. A fração destes contornos especiais e também a morfologia ligeiramente curvada de alguns grãos encontrados nas vizinhanças da banda também sugerem fortemente que o processo de acomodação de tensões pode ter causado uma modificação na natureza dos contornos que ali existiam antes da deformação do material. Esta morfologia curvada dos grãos adjacentes também foi reportada para o tântalo investigado por Pérez-Prado e seus colaboradores em [22]. Além disso, pode-se especular que a existência de contornos de baixo ângulo seja um indicativo da intensa recuperação nas vizinhanças da banda de cisalhamento.

Visando elucidar a verdadeira natureza da subestrutura no interior das bandas de cisalhamento e comprovar a existência de uma nova estrutura de grãos no interior das bandas (Figura 4.11d), a amostra C-3 foi mapeada em diferentes regiões via EBSD de alta resolução. Utilizou-se um *step size* bastante reduzido (0,1  $\mu$ m) numa área de 50 x 80 ( $\mu$ m)<sup>2</sup> para a construção do

mapa de orientações apresentado na Figura 4.29b. Neste mapa, nota-se de forma bastante clara que a microestrutura da banda é constituída por uma estrutura lamelar juntamente com grãos recristalizados. A Figura 4.29c mostra a distribuição de tamanho de grão nesta OIM. O tamanho médio da população de cerca de 3.080 grãos é da ordem de 0,33 µm e esta nova estrutura parece estar delimitada numa região central da banda de cerca de 30 µm. Vale lembrar que o tamanho de grão inicial do material era de 55  $\pm$  6  $\mu$ m e portanto, observase que ocorreu um severo refinamento da microestrutura do material. Estes grãos estão orientados em direção a [332] paralela à DC (componente mais fraca na seção de  $\varphi_2 = 45^\circ$  da ODF da Figura 4.29d) enquanto que as lamelas tendem a um alinhamento em torno de [013]//DC com uma intensidade de orientação de 6,52. Estes resultados sugerem a ocorrência de uma considerável rotação dos grãos em relação à matriz deformada (lamelas) e, portanto uma possível relação entre ambos. A direção preferencial das lamelas perfaz um ângulo de cerca de 50º em relação à orientação dos grãos recristalizados. Vale lembrar que a literatura reporta que a textura de recristalização encontrada comumente no aço IF após o processamento termomecânico convencional (item 2.1) pode ser descrita em termos de uma forte fibra- $\gamma$  e de uma componente mais fraca (<110>). Assim sendo, para se tentar explicar os resultados apresentados acima e se comparar com os dados disponíveis na literatura, outros mapeamentos foram realizados para a obtenção de maiores detalhes. Além disso, uma avaliação da existência de uma possível relação entre a textura dos grãos e das lamelas também deve ser investigada para corroborar com a explicação do mecanismo de recristalização. Contudo, estes resultados confirmam a subestrutura descrita anteriormente no interior da banda com o auxílio da técnica de MEV.



**Figura 4.29:** Resultados do mapeamento de orientações da amostra C-3 referente à: a) OIM e o mapa de qualidade do padrão (IQ) da região de cisalhamento; b) OIM do interior da banda de cisalhamento; c) histograma da distribuição de tamanho de grão no interior da banda; d) ODF mostrando a seção de  $\varphi_2 = 45^{\circ}$ referente a banda. Observações: i) notar que o mapa de orientações apresentado em *a*) foi obtido com um sistema de EBSD convencional; ii) *D* refere-se ao tamanho médio de grão.

A Figura 4.30 mostra em maiores detalhes os resultados de um mapa de orientações referente ao interior da banda de cisalhamento adiabática induzida na amostra C-3 numa área de 70 x 90  $(\mu m)^2$  com um step size também de 0,1 µm. A Figura 4.31a mostra o respectivo mapa de qualidade de imagem dividido em duas áreas respectivamente. Já a Figura 4.31b mostra a distribuição do tamanho de grão correspondente a uma população da ordem de 5.300 grãos. O tamanho de grão encontrado era igual a 0,45 µm. Diante deste resultado pode-se sugerir duas hipóteses para explicar a diferença encontrada no mapa da Figura 4.29b: i) a população de grãos amostrados (~3.080 grãos) era apenas semi-quantitativa para caracterizar grãos com granulometria ultrafina; ii) em razão da deformação ser bastante severa nas extremidades da amostra, pode-se sugerir que naquela região específica a distribuição representa um valor local (note que o perfil de distribuição dos histogramas é bastante similar). Os dados referentes aos grãos recristalizados foram separados e as respectivas ODF's com as seções de  $\varphi_2$  constante e igual a 45° são apresentadas na Figura 4.31c. Os grãos contidos em ambas as áreas (1 e 2) exibem uma fraca textura do tipo fibra- $\gamma$  e de outras componentes secundárias. Já a Figura 4.31d representa a ODF das lamelas a qual exibe uma forte fibra- $\gamma$  com intensidade de orientação da ordem de 55,96. Vários autores reportaram que grãos recristalizados do tipo  $\gamma$  e também  $\alpha$  são nucleados a partir de bandas destas respectivas orientações num aço IF estabilizado ao titânio [37,38]. Assim sendo, pode-se então sugerir que a teoria de nucleação orientada possa explicar a textura final das regiões recristalizadas num aço IF estabilizado ao titânio. No entanto, duas questões ainda permanecem:

- Qual é a razão para que uma fraca textura dos grãos recristalizados seja formada a partir de uma forte textura de deformação?

- E ainda, a recristalização dinâmica rotacional pode ser relacionada com a teoria de nucleação orientada?



**Figura 4.30:** Mapeamento de orientações obtido num sistema de EBSD de alta resolução referente à região de cisalhamento induzida na amostra C-3.



**Figura 4.31:** Resultados do mapeamento de orientações na região de cisalhamento da amostra C-3: a) mapa de qualidade da imagem da OIM da Figura 4.30 dividindo as áreas 1 e 2; b) histograma da distribuição de tamanho de grão; c) ODF's mostrando a seção de  $\varphi_2 = 45^\circ$  referente somente aos grãos recristalizados dentro das respectivas áreas indicadas; d) ODF's mostrando a seção de  $\varphi_2 = 45^\circ$  da microestrutura lamelar das áreas 1 e 2. *D* refere-se ao tamanho médio de grão.

Além das lamelas e dos grãos também aparece uma região bastante escura dentro da banda recristalizada, conforme mostra o mapa IQ da Figura 4.31a. Dessa forma, conclui-se que o *step size* e a ampliação empregada não foram suficientes para resolver esta faixa dentro da nova estrutura recristalizada.

A Figura 4.32 apresenta duas varreduras realizadas na faixa escura que aparece no interior da nova estrutura de grãos dentro da banda de cisalhamento da amostra C-3. Estas varreduras foram realizadas visando resolver a microestrutura bastante fina desta estreita faixa. Assim sendo, o step size utilizado foi o menor possível (0,03 µm) atingindo-se o limite de resolução espacial estimada do sistema. As áreas mapeadas foram iguais a  $3.25 \times 8.75 (\mu m)^2$  com um total de 36.248 pontos de orientação por varredura. As Figuras 4.32a e 4.32c mostram imagens com uma ampliação de 33.000 vezes no modo de elétrons secundários que foram obtidas com o auxílio da técnica de MEV. Para a obtenção destas imagens, as amostras foram inclinadas a 70º em relação à base do microscópio. Embora o procedimento adotado neste trabalho tenha possibilitado a perfuração e a obtenção de áreas finas específicas (item 3.2.2.1), a realização de uma observação destas áreas utilizando-se a técnica de MET seria uma tarefa bastante complicada. Esta afirmação se deve em virtude das dificuldades intrínsecas em se preparar tais regiões com dimensões apropriadas para se fornecer informações com uma estatística confiável. Os mapas de orientação e de qualidade da imagem (IQ) mostram conjuntos de contornos lamelares que sobreviveram à evolução microestrutural em contraste com as suas áreas vizinhas (grãos recristalizados). O tamanho de grão da varredura 1 era igual a 0,23 µm. Já o mapa da varredura 2 indicava um tamanho médio um pouco inferior (0,11 µm). Em ambos os mapas a distribuição de diferença de orientação dos contornos presentes indica uma fração de contornos de baixo ângulo da ordem de 17%. Nos mapas de orientação também estão indicados todos os contornos com os ângulos de rotação de alto ângulo. Uma observação cuidadosa destes mapas revela a presença de várias regiões em que convivem subgrãos e grãos recristalizados. Além disso, também se nota que os contornos lamelares possuem uma natureza mista exibindo trechos em que as diferenças de orientação mudam de alto para baixo ângulo. Vale lembrar que os contornos lamelares são produtos de um processo de refinamento dos contornos gerados no interior dos grãos acomodando as crescentes tensões para permitir o prosseguimento do processo de deformação plástica pela subdivisão dos grãos (item 2.2.2). Além disso, este tipo processo de refinamento de contornos não foi incorporado a nenhum dos modelos que tentam explicar a recristalização em bandas de cisalhamento adiabáticas. Recentemente Li e seus colaboradores [56] reportaram a realização de medidas de EBSD de alta resolução num aço IF laminado a frio. Estes autores apresentaram algumas varreduras em que se indicava a presença de contornos geometricamente necessários e também de microbandas de cisalhamento. Dependendo da redução em área na laminação, foi utilizado um step size entre 0,1-0,05 µm. Estes resultados foram confirmados pela técnica de MET e atestaram a validade da técnica de EBSD na tarefa de mapear contornos com espessura sub-micrométrica como os apresentados nos mapas da Figura 4.32. A morfologia alongada dos subgrãos e também de alguns grãos presentes entre os limites dos contornos lamelares reafirmam a discussão feita anteriormente em relação ao mecanismo (recristalização dinâmica rotacional) responsável pela evolução microestrutural observada nas amostras do aço IF. Vale ressaltar que estas evidências microestruturais são inéditas na atual literatura.



**Figura 4.32**: Resultados do mapeamento de orientações (varreduras 1 e 2) no interior da banda de cisalhamento adiabática induzida na amostra C-3 referentes à: a) micrografia da região mapeada da varredura 1 (MEV – imagem no modo de elétrons secundários, 15 kV); b) OIM e o respectivo mapa de qualidade da imagem (IQ) da varredura 1; a) micrografia da região mapeada da varredura 2 (MEV – imagem no modo de elétrons secundários, 15 kV); b) OIM e o respectivo mapa IQ da varredura 2.

A região de cisalhamento da amostra C-4 foi apresentada anteriormente na Figura 4.11e. Maiores informações puderam ser obtidas por meio de um mapeamento de alta resolução conforme mostram as Figuras 4.33 e 4.34. A OIM foi construída a partir da varredura realizada numa área medindo 70 x 90  $(\mu m)^2$  com um step size de apenas 0,1  $\mu m$  com um total de 728.505 pontos (*orientation data points*). Neste mapa de orientações, as finas linhas pretas indicam os contornos com natureza de baixo ângulo. Já as linhas mais espessas aparecem delineando os contornos com diferenças de orientação maiores que 15º entre os elementos da subestrutura. Deve-se notar que os grãos recristalizados podem ser observados de forma bastante clara no interior da banda de cisalhamento e ao seu redor umas poucas lamelas. Na região vizinha à banda (parte esquerda inferior da OIM), nota-se a presença de uma estrutura bem definida de subgrãos. O tamanho médio destes subgrãos é da ordem de 1 µm. Esta região repleta de subgrãos está orientada em direção a 56º[100]//DC. Vale lembrar que, a Figura 4.10f mostrava uma região vizinha a banda de cisalhamento induzida em uma amostra (D-2) deformada a 25 °C que também continha uma estrutura de subgrãos bastante semelhante. A Figura 4.10c também mostrava um outro exemplo deste tipo de subestrutura do tipo mosaico (amostra B-2). Assim sendo, pode-se sugerir que, independentemente da temperatura do ensaio, algumas regiões vizinhas às bandas mostraram evidências de um intenso processo de recuperação em função dos subgrãos e das tonalidades indicadas pelos mapas IQ. Ainda neste mapa, observa-se novamente vários conjuntos de maclas de deformação curvadas na forma de arcos em direção à banda. Nestas maclas também se observa um intenso processo de fragmentação em função das tensões de longo alcance e também sub-contornos que subdividem a microestrutura. Já na parte direita da OIM, nota-se que o grão adjacente exibe um padrão de subdivisão mais homogêneo e menos intenso que a outra fronteira da banda. Esta região está orientada em torno de {110}<111>//DC. Existem relatos na literatura que explicam este comportamento de subdivisão de grãos com este tipo de orientação em função dos modelos aceitos para descrever o comportamento frente à deformação dos metais CCC. Estes modelos consideram que este sistema de deslizamento possui a máxima tensão de cisalhamento resolvida dentre os possíveis. Assim sendo, grãos orientados em direção a <111>//DC são bastante estáveis e não se observam significantes rotações sob a imposição de elevadas deformações cisalhantes. *Pérez-Prado* e seus colaboradores [22] ao mapearem amostras de tântalo deformadas via compressão dinâmica com um sistema de EBSD convencional também apresentaram resultados similares de um grão vizinho à banda de cisalhamento forçada no material que possuía este mesmo tipo de orientação local.

A Figura 4.34a mostra um mapa de qualidade da imagem da OIM mostrada na Figura 4.33 em que a diferença entre o grau de subdivisão entre os lados direito e esquerdo da banda são bastante visíveis. Na região vizinha à banda (parte direita destacada no mapa IQ num retângulo vermelho), nota-se a presença de uma estrutura bem definida de microbandas de cisalhamento e de vários contornos do tipo GNB. Esta região foi ampliada para facilitar a visualização destes elementos da subestrutura e encontra-se disponível no Anexo 2 desta Tese. *Li* e seus colaboradores em [56] também reportaram a observação de microbandas de cisalhamento ("*S-bands*") entre os contornos GNB após a redução de 50% de um aço IF laminado a frio.

Com o objetivo de se determinar o diâmetro médio e a microtextura da nova estrutura de grãos e também das lamelas no interior da banda de cisalhamento, os dados de orientação referentes das respectivas áreas foram separadas. A Figura 4.34b mostra uma figura de pólo {111} e uma seção a 45° de uma ODF. A figura de pólo refere-se aos dados de orientação da microestrutura lamelar presente. Já a seção da ODF apresentada corresponde à nova estrutura de grãos observada. A interpretação tanto da figura de pólo quanto da ODF indicam que estes elementos da subestrutura exibem um fraca textura do tipo fibra- $\gamma$ . Ao se comparar estes resultados com os encontrados na amostra C-3, pode-se afirmar que a textura de recristalização dos grãos é bastante similar e também muito fraca. Além disso, a intensidade de orientação das lamelas da amostra C-4 é muito inferior em relação à região de cisalhamento induzida na amostra C-3. Pode-se tentar explicar esta diferença em função da ocorrência de uma maior fração volumétrica de recristalização dos grãos em função das condições de deformação cisalhante imposta. E, portanto, as regiões que continham estas lamelas provavelmente também sofreram um intenso processo de recuperação nesta competição microestrutural. Outro fato que chama bastante a atenção é que este tipo de textura fibra- $\gamma$  (<111>) aparece comumente no aço IF após a laminação a frio e o posterior recozimento, ou seja, é proveniente de um processo de recristalização estática. Vale lembrar que em um processo de recristalização deste tipo, a textura final oriunda de uma forte textura de deformação também irá formar uma textura de recristalização bastante intensa. Uma população superior a 5.000 grãos foi encontrada no interior da banda indicando um tamanho médio da ordem de 0,49 µm. A Figura 4.34c mostra um histograma em que se pode visualizar a distribuição do tamanho de grão na OIM. A Figura 4.34d mostra o histograma da distribuição da fração de contornos em função da diferença de orientação encontrada somente na região recristalizada da banda. Neste histograma indica que existe uma pequena fração de cerca de 5% de contornos de baixo ângulo nesta região. Esta pequena fração pode ser também considerada como mais uma evidência da existência de um estágio de recuperação antes da recristalização se estabelecer e dominar o interior da banda de cisalhamento adiabática.



**Figura 4.33**: Mapeamento de orientação (OIM) via EBSD de alta resolução na região de cisalhamento induzida na amostra C-4. Notar que as linhas pretas de maior espessura indicam contornos de alto ângulo e as mais finas os contornos em que a  $\psi$  < 15°.



**Figura 4.34**: Resultados do mapeamento de orientações na região de cisalhamento da amostra C-4 obtido via um sistema de EBSD de alta resolução: a) mapa de qualidade da imagem da OIM da Figura 4.33; b) figura de pólo referente a microestrutura lamelar no interior da banda; c) ODF mostrando a seção de  $\varphi_2 = 45^\circ$  referente somente aos grãos recristalizados dentro da banda de cisalhamento adiabática; d) histograma da distribuição de tamanho de grão; e) histograma da fração de contornos presentes na região recristalizada da banda. *D* refere-se ao tamanho médio de grão.  $\psi$  representa o valor médio de  $\psi$  na distribuição.

Nas Figuras 4.35 e 4.36 são apresentados os resultados de um mapeamento de orientação realizado na amostra C-5. A área de 25 x 27  $(\mu m)^2$ do mapa de orientação foi varrida com um step size de 0,06 µm. Da mesma forma que as outras amostras do grupo C, a microestrutura no interior da banda de cisalhamento apresenta uma nova estrutura de grãos que convivem com lamelas finamente subdividas com a presença clara de subgrãos alongados (Figura 4.35). O mapa de qualidade da imagem mostrado na Figura 4.36a também indica que as lamelas sofreram um intenso processo de recuperação em função dos tons cinza claro que estas regiões exibem. Além disso, o mapa Kernel de diferença média de orientação (da língua inglesa, Kernel Average Misorientation) também indica que esta região encontra-se recuperada (regiões verdes) em comparação com as regiões recristalizadas e que possuem uma natureza de alto ângulo (áreas azuis). Este mapa é comumente utilizado para se diferenciar áreas recuperadas de recristalizadas. Um mapa Kernel é construído a partir do cálculo da diferença de orientação média entre um dado ponto (orientation data point) e todos os seus outros pontos vizinhos em que se exclui qualquer diferença de orientação maior que 5°. Vale mencionar que o sistema de EBSD utilizado realiza as medidas com pontos hexagonais e por esta razão cada ponto possui outros seis vizinhos. As figuras de pólo correspondentes aos grãos recristalizados (Figura 4.36c) e as lamelas (Figura 4.36d) indicam uma fraca textura do tipo fibra- $\gamma$  da mesma forma que foi reportado para outros mapas do grupo C. A população de grãos recristalizados utilizada para os cálculos foi da ordem de 4.800 grãos e o tamanho médio encontrado era igual a 0,36 µm. Percebe-se de forma bastante clara, ao se observar a Figura 4.35, que existe uma elevada concentração de grãos muito pequenos (~0,25 µm) e outra de grãos com o dobro de diâmetro. A Figura 4.36e apresenta o histograma da distribuição de tamanho de grão no mapeamento. A Figura 4.36f mostra o histograma da distribuição da fração de contornos em função da diferença de orientação encontrada somente na região de cisalhamento. Neste histograma indica que existe uma considerável fração de cerca de 30% de contornos de baixo ângulo nesta região. Esta fração pode ser também considerada como mais uma evidência da existência de um estágio de recuperação antes do processo de recristalização dominar a competição microestrutural.

Os detalhes da região de cisalhamento das amostras do grupo A e C puderam ser identificados em razão do pequeno step size adotado, resolução espacial do sistema de alta resolução e também em razão da excelente qualidade da preparação metalográfica das amostras. De uma forma geral, são sumarizados os resultados observados nos mapas de orientação, figuras de pólo e os histogramas referentes às amostras do grupo A e C: i) um alto grau de subdivisão dos grãos adjacentes às bandas de cisalhamento; ii) bandas de deslizamento nas proximidades das maclas de deformação foram encontradas; iii) todos os mapas indicaram a presença de maclas curvadas em direção à banda; iv) a explicação para esta baixa intensidade pode ser a própria textura inicial do material que era bastante fraca e aleatória. Neste contexto, pode-se afirmar que as mais fortes evidências experimentais, em comparação com as disponíveis na atual literatura, foram apresentadas para indicar o mecanismo de recristalização dinâmica rotacional como o principal responsável pela presença de uma nova estrutura de grãos com granulometria ultrafina no interior das bandas de cisalhamento. Vale mencionar que o efeito da elevação localizada da temperatura em função da temperatura, taxa de deformação da região de cisalhamento pode explicar as diferenças encontradas em relação à fração de grãos recristalizados observadas nas amostras do grupo C.



**Figura 4.35:** Mapeamento de orientação (OIM) via EBSD de alta resolução na região de cisalhamento induzida na amostra C-5. Notar que as linhas pretas de maior espessura indicam contornos de alto ângulo e as mais finas os contornos em que a  $\psi$  < 15°.



**Figura 4.36**: Resultados do mapeamento de orientações da amostra C-5 referente à: a) mapa de qualidade do padrão (IQ) da banda de cisalhamento; b) mapa Kernel de diferença média de orientação; c) figura de pólo referente as lamelas; d) figura de pólo referente aos grãos recristalizados; d) histograma da distribuição de tamanho de grão recristalizado; d) histograma da distribuição de orientações do mapeamento.

## 4.2.5 - Medidas de microdureza Vickers

As medidas de microdureza Vickers foram realizadas no plano normal à direção de cisalhamento dos corpos-de-prova deformados via compressão dinâmica. O perfil de dureza ao longo da região cisalhada após o ensaio de compressão dinâmica foi obtido após as amostras do grupo A (A-3, A-4 e A-5) e C (C-3, C-4 e C-5) terem sido analisadas via EBSD (item 4.2.4). Estas curvas são mostradas na Figura 4.37. A Tabela 4.5 também mostra os valores críticos destas medidas utilizadas para a confecção de cada perfil. As medidas foram feitas em regiões livres de quaisquer defeitos e/ou danos perceptíveis via MO a uma ampliação de 400 vezes tais como partículas, vazios (*voids*), fissuras e microtrincas. Vale lembrar que, todas as impressões Vickers foram feitas conforme o esquema mostrado na Figura 3.3 e que a dureza medida no material na condição inicial era igual a  $98 \pm 13$  VHN<sub>100</sub>. Este valor de dureza representa uma média de 40 medidas realizadas nas seções longitudinal e transversal do aço IF.

СР	Banda de cisalhamento			Matriz		
	Média	Máximo	Mínimo	Média	Máximo	Mínimo
A-3	221,9	245,2	199,3	109,2	124,2	93,2
A-4	243,0	254,4	225,1	112,0	135,8	102,6
A-5	265,9	289,7	208,8	113,2	134,7	101,4
C-3	242,2	278,6	213,1	116,1	142,6	109,6
C-4	240,6	267,1	217,5	122,3	157,6	91,8
C-5	221,4	248,8	206,0	107,1	138,3	111,5

**Tabela 4.5:** Valores críticos de microdureza Vickers para as bandas de cisalhamento e a matriz do aço IF-Ti deformado via compressão dinâmica.

Em relação à energia armazenada nas bandas de cisalhamento, nota-se que todos os corpos-de-prova exibem um aumento médio na dureza de cerca de 170 % em relação ao material de partida. Os resultados também mostram que a dureza no interior das bandas é bastante superior à encontrada nas proximidades da banda (matriz). Esta comparação também é válida quando adotamos o valor máximo de cada conjunto de medidas. Percebe-se de forma clara que, a uma distância de cerca de 200 µm a partir dos limites da banda de cisalhamento, os valores mostram uma tendência de alcançar valores bastante

próximos da dureza do material na condição inicial. A partir desta distância, os valores ficam praticamente constantes em todos os corpos-de-prova. Vale destacar que os diferentes níveis de energia armazenada ao longo da região cisalhada no material podem disparar um processo de recristalização estática no material após a etapa de recozimento. Estes níveis representam um potencial termodinâmico apropriado ao rearranjo e posterior aniquilação das discordâncias com a migração de contornos de alto ângulo. Vale lembrar ainda que a subestrutura das bandas de cisalhamento consiste predominantemente de lamelas muito finas [3,53]. Portanto, espera-se que este material mesmo durante tempos relativamente curtos de recozimento apresente uma alta fração volumétrica de grãos recristalizados na região da banda de cisalhamento.

De uma maneira geral, pode-se concluir que todas as curvas mostram um perfil de amolecimento bastante semelhante a partir dos limites da banda de cisalhamento e que este comportamento é independente da temperatura e taxa de deformação dos testes de compressão dinâmica.



**Figura 4.37:** Perfil de dureza ao longo da região cisalhada após o ensaio de compressão dinâmica referente ao corpos-de-prova: a) A-3; b) A-4; c) A-5; d) C-3; e) C-4; f) C-5. Notar que  $\xi$  é a largura média da banda de cisalhamento adiabática.

## 5 – Conclusões

Os resultados apresentados neste trabalho permitiram caracterizar o aço IF estabilizado ao titânio na condição inicial e também acompanhar a evolução microestrutural e textural das bandas de cisalhamento adiabáticas induzidas após os ensaios de compressão dinâmica realizados numa barra de impacto Hopkinson sob altas taxas de deformação.

A observação da microestrutura do material na condição inicial permitiu concluir que, em virtude de um intenso processo de competição microestrutural dinâmica (recuperação versus recristalização) no campo austenítico, a pequena fração volumétrica das partículas presentes não foi eficiente na prevenção da recristalização dinâmica dos grãos austeníticos. E por conseqüente, após o resfriamento do material (transformação da fase parenta em ferrita) uma ferrita poligonal sem uma orientação preferencial dos grãos foi obtida. Vale lembrar que, tanto nos mapeamentos via EBSD quanto nos resultados via difração de raios X, a máxima intensidade de orientação era bastante reduzida. Assim sendo, conclui-se que o material na condição inicial possuía uma textura bastante fraca e aleatória.

No caso das amostras deformadas, as regiões próximas das bandas de cisalhamento de todas as amostras apresentaram maclas de deformação em maior ou menor extensão dependendo da temperatura do ensaio. As amostras deformadas nas temperaturas de -196 e -50 °C apresentaram uma maior fração volumétrica destes defeitos superficiais. Conclui-se que o processo de subdivisão dos grãos localizados na fronteira com a banda se fragmentaram de forma bastante intensa exibindo os efeitos das tensões de longo alcance introduzidas na subestrutura. Além disso, pode-se concluir que as maclas de deformação formaram-se antes da passagem da banda, indicando a existência de uma seqüência bem definida de eventos durante o processo de deformação plástica.

A morfologia das regiões cisalhadas na maioria dos CP indica a ocorrência de fratura do tipo frágil no material nas três temperaturas investigadas. Além disso, observou-se também a presença de cavidades

## **Referências Bibliográficas**

[1] HUMPHREYS, F.J. and HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. *Pergamon*, 1995.

[2] HAESSNER, F. (Ed.). *Recrystallization of metallic materials*. Dr. Riederer Verlag GmbH, Stuttgart, 1978.

[3] HARREN, S.V., DÈVE, H.E. and ASARO, J., Shear band formation in plane strain compression. *Acta Metallurgica*, v.36, pp.2435-2480, 1998.

[4] TIMOTHY, S.P., The structure of adiabatic shear bands in metals: A critical review. *Acta Metallurgica*, v.35, pp.301-306, 1987.

[5] WRIGHT, T.W., *The physics and mathematics of the adiabatic shear bands*, Cambridge University Press, 2002.

[6] BITANS, K. and WHITTON, P.W., High-strain-rate investigations, with particular reference to stress / strain characteristics. International Metallurgical Reviews, v.17, pp.66-78, 1972.

[7] ROGERS, H.C., Adiabatic plastic deformation. *Annual Review Materials Science*, v.9, pp.283-311, 1979.

[8] JOHNSON, G.R. and COOK, W.H., Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures and pressures. *Engineering Fracture Mechanics*, v.21, n.1, pp.31-48, 1985.

[9] ZERILLI, F.J. and ARMSTRONG, R.W., The effect of dislocation drag on the stress-strain behavior of FCC metals. *Acta Metallurgica et Materialia*, v.40, pp.1803-1808, 1992.

[10] BODNER, S.R. and RUBIN, M.B., Modeling of hardening at very high strain rates. *Journal of Applied Physics*, v.76, pp.2742-2747, 1994.

[11] FOLLANSBEE, P.S. and KOCKS, U.F., A constitutive description of the deformation of copper based on the use of mechanical threshold stress as an internal state variable. *Acta Metallurgica*, v.36, pp.81-93, 1998.

[12] ANDRADE, U., MEYERS, K., VECCHIO, K.S. and CHOKSHI, H., Dynamic recrystallization in high-strain, high-strain-rate plastic deformation of copper. *Acta Materialia*, v.42, pp.3183-3195, 1994.

[13] MEYERS, M.A., ANDRADE, U.R. and CHOKSHI, A.H., The effect of grain size on the high-strain, high-strain-rate behavior of cooper. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.21, pp.2881-2893, 1995.

[14] HINES, J.A. and VECCHIO, K.S., Recrystallization kinetics within adiabatic shear bands. *Acta Materialia*, v.36, pp.635-649, 1997.

[15] MOGILEVSKII, M.A., BULGAKOV, V.V. and KORMACHEV, A.D., Deformation of ARMCO iron and cooper at strain rates of 10<sup>4</sup>-10<sup>5</sup> sec<sup>-1</sup>. *Combustion, Explosion, and Shock Waves*, v.30, n.3, pp.350-353, 1994.

[16] GREBE, H.A., PAK, H-R. and MEYERS, M.A., Adiabatic shear localization in titanium and Ti-6pctAl-4pct-V alloy. *Metallurgical Transactions A*, v.16, pp.761-775, 1985.

[17] MARQUIS, F.D.S. and CHEN, Y.J., High-strain, high-strain-rate deformation behavior of tantalum and tantalum-tungsten based alloys. *Journal de Physique IV*, v.C3, pp.441-446, 1997.

[18] CHEN, Y.J., MEYERS, M.A. and NESTERENKO, V.F., Spontaneous and forced shear localization in high-strain-rate deformation of tantalum. *Materials Science and Engineering A*, v.268, pp.70-82, 1999.

[19] NEMAT-NASSER, S. and GUO, W., Flow stress of commercially pure niobium over a broad range of temperatures and strain rates. *Materials Science Engineering A*, v.284, pp. 202-210, 2000.

[20] NEMAT-NASSER, S. and GUO, W., High strain-rate response of commercially pure vanadium. *Mechanics of Materials*, v.32, pp.243-260, 2000.

[21] NESTERENKO, V.F., MEYERS, M.A. and WRIGHT, T.W., Selforganization in the initiation of adiabatic shear bands. *Acta Materialia*, v.46, pp.327-340, 1998.

[22] PÉREZ-PRADO, M.T., HINES, J.A. and VECCHIO, K.S., Microstructural evolution in adiabatic shear bands in Ta and Ta-W alloys. *Acta Materialia*, v.49, pp.2905-2917, 2001.

[23] MEYERS, M.A., NESTRENKO, V.F., LASALVIA, J.C., XU, Y.B. and XUE, Q., Observation and modeling of dynamic recrystallization in high-strain, high-strain rate deformation of metals. *Journal de Physique IV*, v.9, pp.51-56, 2000.

[24] XU, Y.B., ZHONG, W.L., CHEN, Y.J., LIU, Q., BAI, Y.L. and MEYERS, M.A., Shear localization and recrystallization in dynamic deformation of 8090 Al-Li alloy. *Materials Science Engineering A*, v.299, pp.287-295, 2001.

[25] CLAUSEN, A.H., BØRVIK, T, HOPPERSTAD, O.S. and BENALLAL, A., Flow and fracture characteristics of aluminium alloy AA5083 - H116 as function of strain rate, temperature and triaxiality. *Materials Science Engineering A*, v.364, pp.260-272, 2004.

[26] SHIH, C.J, NESTERENKO, V.F. and MEYERS, M.A., High-strain-rate deformation and comminution of silicon carbide. *Journal of Applied Physics*, v.83, pp.4660-4671, 1998.

[27] MEYERS, M.A. and WITTMAN, C.L., Effect of metallurgical parameters on shear band formation in low-carbon (~0.20 wt pct) steels. *Metallurgical Transactions A*, v.21, pp.3153-3164, 1990.

[28] MGBOKWERE, C.O., NUTT, S.R. and DUFFY, J., Shear band formation in 4340 steel: A TEM study. *Mechanics of Materials*, v.17, pp.97-110, 1994.

[29] NESTERENKO, V.F., XUE, Q. and MEYERS, M.A., Self-organization of shear bands in Ti, Ti-6%Al-4%V, and 304 stainless steel. *Journal de Physique IV*, v.P9, pp.269-274, 2000.

[30] MEYERS, M.A., XU, Y.B., XUE, Q., PÉREZ-PRADO, M.T. and MCNELLEY, T.R., Microstructural evolution in adiabatic shear localization in stainless steel. *Acta Materialia*, v.51, pp.1307-1325, 2003.

[31] WITTMAN, C.L., MEYERS, M.A. and PAK, H.-R, Observation of an adiabatic shear band in AISI 4340 steel by high-voltage transmission electron microscopy. *Metallurgical Transactions A*, v.21, pp.707-716, 1990.

[32] XU, Y.B., BAI, Y.L., XUE, Q. and SHEN, L.T., Formation, microstructure and development of the localized shear deformation in low-carbon steels. *Acta Materialia*, v.44, pp.1917-126, 1996.

[33] VALIEV, R.Z., ISLAMGALIEV, R.K. and ALEXANDROV, I.V., Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, v.45, pp.103-189, 2000.

[34] RANDLE, V. and ENGLER, O.. *Introduction to texture analysis*. Gordon and Breach Science Publishers, 2000.

[35] JONAS, J.J., Effects of shear band formation on texture development in warm-rolled IF steels. *Journal of Materials Processing Technology*, v.117, pp.293-299, 2001.

[36] RAY, R.K., JONAS, J.J. and HOOK, R.E., Cold rolling and annealing textures in low carbon steels and extra low carbon steels. *International Metals Reviews*, v.35, pp.1-36, 1990.

[37] HUTCHINSON, W.B., Development and control of annealing textures in low-carbon steels. *International Metals Reviews*, v.29, pp.25-42, 1984.

[38] SAMJDAR, I., VERLINDEN, B., KESTENS, L. and VAN HOUTTE, P., Physical parameters related to the developments of recrystallization textures in an ultra low carbon steel. *Acta Materialia*, v.47, pp.55-65, 1999.

[39] NESTEROVA, E.V., BACROIX, B. and TEODOSIU, C., Microstructure and texture evolution under strain-path changes in low-carbon interstitial-free steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.32, pp.2527-2538, 2001.

[40] BARNETT, M.R., Role of in-grain shear bands in nucleation of <111>//ND recrystallization textures in warm rolled steel. *ISIJ International*, v.38, n.1, pp.78-85, 1988.

[41] HOELSCHER, M., RAABE, D. and LUECKE, K., Rolling and recrystallization textures of bcc steels. *Steel Research*, v.62, pp.567-575, 1991.

[42] PANIGRAHI, B.K., Processing of low carbon steel plate and hot strip - an overview. *Bulletin Materials Science*, v.24, n.4, pp.361–371, 2001.

[43] RAY, R.K. and JONAS, J.J., Transformation textures in steels. *International Metals Reviews*, v.39, pp.129-172, 1994.

[44] JUNTUNEN, P., RAABE, D., KARJALAINEN, P., KOPIO, T. and BOLLE, G., Optimizing continuous annealing of Interstitial-Free steels for improving deep drawability. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.32, pp.1989-1995, 2001.

[45] BAKER, L.J., DANIEL, S.R. and PARKER, J.D., Metallurgy and processing of ultra low carbon bake hardening steels. *Materials Science and Technology*, v.18, pp.355-368, 2002.

[46] KAPOOR, R. and NEMAT-NASSER, S., Determination of temperature rise during high strain rate deformation. *Mechanics of Materials*, v.27, pp.1-12, 1988.

[47] DILIGENT, S., GAUTIER, E., LEMOINE, X. and BERVEILLER, M., Lattice orientation dependence of the stored energy during cold-rolling of polycrystalline steels. *Acta Materialia*, v.49, pp.4079-4088, 2001.

[48] BACROIX, B., CASTELNAU, O., MIROUX, A, and RÉGLÉ, H., *Relations between deformed grain orientations, stored energy and nucleation characteristics.* In: HANSEN, N. *et al.* (Ed.). Recrystallization - Fundamental Aspects and Relations to Deformation Microstructure. Denmark: Roskilde, pp.1-14, 2000.

[49] KUHLMANN-WILSDORF, D., Theory of Plastic Deformation: - properties of low energy dislocation structures. *Materials Science and Engineering A*, v.113, n.7, pp.1-41, 1989.

[50] BAY, B., HANSEN, N. and KUHLMANN-WILSDORF, D., Microstructural evolution in rolled aluminium. *Materials Science and Engineering A*, v.158, n.1, pp.139-146, 1992.

[51] HANSEN, N., Deformation microstructures. *Scripta Metallurgica et Materialia*, v.27, pp.1447-1452, 1992.

[52] HUGHES, D.A., *The evolution of deformation microstructures and local orientations.* In: HANSEN, N. *et al.* (Ed.). Microstructural and Crystallographic Aspects of Recrystallization. Denmark: Roskilde, pp.63-85, 1995.

[53] DOHERTY, R.D., HUGHES, D.A., HUMPHREYS, F.J., JONAS, J.J., JUUL JENSEN, 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, n.7, pp.219-274, 1997.

[54] HUGHES, D.A. and HANSEN, N., Microstructural evolution in nickel during rolling from intermediate to large strains. *Acta Materialia*, v.45, pp.2021-2037, 1993.

[55] HUGHES, D.A. and HANSEN, N., High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. *Acta Materialia*, v.45, n.9, pp.3871-3886, 1997.

[56] LI, B.L., GODFREY, A., MENG, Q.C., LIU, Q. and N. HANSEN, Microstructural evolution of IF-steel during cold rolling. *Acta Materialia*, v.52, pp.1069-1081, 2004.

[57] KUMAR, K.S., VAN SWYGENHOVEN, H. and SURESH, S., Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys. *Acta Materialia*, v.51, pp.5743-5774, 2003.

[58] VALIEV, R.Z., Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. *Nature Materials*, v.3, pp.511-516, 2004.

[59] LEE, C.S., DUGGAN, B.J. and SMALLMAN, R.E., A theory of deformation banding in cold rolling. *Acta Metallurgica Materialia*, v.41, pp.2265-2270, 1993.

[60] HUTCHINSON, B., Nucleation of recrystallisation. *Scripta Metallurgica et Materialia*, v.27, pp.1471-1475, 1992.

[61] INOKUTI, Y. and DOHERTY, R.D., Transmission Kossel study of the structure of compressed iron and its recrystallization behaviour. *Acta Metallurgica*. v.26, pp.61-80, 1978.

[62] BARSOUM, M.W., FARBER, L., and El-RAGHY, T., Dislocations, kink bands, and room-temperature plasticity of Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.30A, n.7, pp.1727-1738, 1999.

[63] HANSEN, N. and KUHLMANN-WILSDORF, D., Low energy dislocation structures due to unidirectional deformation at low temperatures. *Materials Science and Engineering A*, v.81, pp.141-161, 1986.

[64] RIZHI, W. and LEI, T.C., Microstructural evolution of pure iron during hot rolling. *Materials Science and Technology*, v.9, pp.698-703, 1993.

[65] BLICHARSKI, M., DYMEK, S. and WRÓBEL, M., Inhomogeneities of microstructure evolved in metals under plastic deformation. *Journal of Materials Processing Technology*, v.53, pp.75-84, 1995.

[66] DILLAMORE, I.L. and KATOH, H., A comparison of the observed and predicted deformation textures in cubic metals. *Metal Science*, v.8, pp.21-27, 1974.

[67] CHEN, Z., YOUSHI, H. and GUOCHEN, L., Characteristics of shear banding in dual phase steel. *Materials Science and Technology*, v.9, pp.1037-1043, 1993.

[68] CHAPELLE, D. and DARRIEULAT, M., The occurrence of shear banding in a millimeter scale  $(\overline{1}\,\overline{2}\,3)$ [634] grain of an Al-4.5% Mg alloy during plane strain compression. *Materials Science and Engineering A*, v.347, pp.32-41, 2003.

[69] ENGLER, O., An EBSD local texture study on the nucleation of recrystallization at shear bands in the alloy AI-3%Mg. *Scripta Materialia*, v.44, pp. 229-236, 2001.

[70] NEMAT-NASSER, S., LI, Y.F. and ISAACS, J.B., Experimental/computational evaluation of flow stress at high strain rates with application to adiabatic shear banding. *Mechanics of Materials*, v.17, pp.111-134, 1994.

[71] ARMSTRONG, R.W. and ZERILLI, F.J., Dislocation mechanics aspects of plastic instability and shear banding. *Mechanics of Materials*, v.17, pp.319-327, 1994.

[72] MEYERS, M.A., VOEHRINGER, O. and LUBARDA, V.A., The onset of twinning in metals: A constitutive description. *Acta Materialia*, v.49, pp.4025-4039, 2001.

[73] CHRISTIAN, J.W. and MAHAJAN, S., Deformation twinning. *Progress in Materials Science*, v.39, pp.1-157, 1995.

[74] MAHAJAN, S. and WILLIAMS, D.F., Deformation twinning in metals and alloys. *International Metallurgical Reviews*, v.18, pp.43-61, 1973.

[75] MAHAJAN, J., Interrelationship between slip and twinning in B.C.C. crystals. *Acta Metallurgica*, v.23, pp.671-684, 1975.

[76] SLEESWYK, A.W., Twinning and the origin of cleavage nuclei in  $\alpha$ -iron. *Acta Metallurgica*, v.10, pp.3803-812, 1962.

[77] MEYERS, M.A. and MURR, L.E., *Defect Generation in Shock-Wave Deformation*. In: MEYERS, M.A. and MURR, L.E. (Ed.) Shock Waves and High Strain-Rate Phenomena in Metals: Concepts and Applications. Plenum Press, The United States of America: New York, pp. 487-530, 1981.

[78] HUANG, J.C. and GRAY III, G.T., Substructure evolution and deformation modes in shock-loaded niobium. *Materials Science Engineering A*, v.103, pp. 241-255, 1988.

[79] HUANG, Y. and HUMPHREYS, F.J., Subgrain growth and low angle boundary mobility in aluminium crystals of orientation {110}<001>. *Acta Materialia*, v.48, n.6, pp.2017-2030, 2000.

[80] BLUM, W. and MCQUEEN, H.J., Dynamics of recovery and recrystallization. *Materials Science Forum*, v.217-222, pp.31-42, 1996.

[81] VANDERMEER, R.A., *Kinetic aspects of nucleation and growth in recrystallization*. In: HANSEN, N. *et al.* (Ed.). Recrystallization – Fundamental Aspects and Relations to Deformation Microstructure. Denmark: Roskilde, pp.179-200, 2000.

[82] DERBY, B., The dependence of grain size on stress during dynamic recrystallisation. *Acta Metallurgica et Materialia*, v.39, pp.955-962, 1991.

[83] VITEK, V. and DUESBURY, M.S., Plastic anisotropy in bcc transition metals. Acta Materialia, v.46, pp.1481-1492, 1998.

[84] LENNON, A.M. and RAMESH, K.T., The influence of crystal structure on the dynamic behavior of materials at high temperatures. *International Journal of Plasticity*, v.20, pp.269-290, 2004.

[85] MEYERS, M.A. e CHAWLA, K.K., Princípios de metalurgia mecânica. *Editora Edgard Bluecher*, 1982.

[86] FIELD, J.E., PROUD, W.G., WALLEY, S.M. and GOLDREIN, H.T., *Review* of experimental techniques for high rate deformation and shock studies In Workshop NEM-2001, Poland: Radziejowice, v.1, pp.89-149, 2001.

[87] NEMAT-NASSER, S., ISAACS, J.B. and STARRETT, J.E., Hopkinson techniques for dynamic recovery experiments. *Mathematical and Physical Sciences*, v.435, pp.371-391, 1991.
[88] MEYERS, L.W. and MANWARING, S., In: metallurgical applications of shock-wave and high-strain-rate phenomena. Marcel Dekker, pp.657-674, 1986.

[89] RANDLE, V. and DINGLEY, D.J., Review: Microtexture determination by electron back-scatter diffraction. *Journal of Materials Science*, v.27, pp.4545-4566, 1992.

[90] WRIGHT, S.I. and ADAMS, B.L., Automatic analysis of electron backscatter diffraction patterns. *Metallurgical Transactions A*, v.23, pp.759-767, 1992.

[91] ISABELL, T.C. and DRAVID, V.P., Resolution and sensitivity of electron backscattered diffraction in a cold field emission gun SEM. *Ultramicroscopy*, v.67, pp.59-68, 1997.

[92] LINS, J.F.C., SANDIM, H.R.Z., RIBEIRO, R.B. and PINTO, A.L., Determination of grain size distribution in niobium using an image analysis routine. *Acta Microscopica*, v.12, pp.121-124, 2003.

[93] HUMPHREYS, F.J., Quantitative metallography by electron backscattered diffraction. *Journal of Microscopy*, v.195, pp.170-185, 1999.

[94] BIGGS, W.D. and PRATT, P.L., The deformation and fracture of alpha-iron at low temperatures. *Acta Metallurgica*, v.6, pp.694-703, 1958.

[95] LINDLEY, T.C., The effect of a pre-strain on the low temperature mechanical properties of a low carbon steel. *Acta Metallurgica*, v.13, pp.681-689, 1966.

[96] JOHNSON, J.N. and ROHDE, R.W., Dynamic deformation twinning in shock-loaded iron. *Journal of Applied Physics*, v.42, pp.4171-4182, 1971.

[97] CHEN, J.H., WANG, G.Z. and WANG, Q., Change of critical events of cleavage fracture with variation of macroscopic features of low-alloy steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v.33, pp.3393-3402, 2002.

[98] MEYERS, M.A., SUBHASH, G., KAD, B.K. and PRASAD, L., Evolution of microstructure and shear-band formation in  $\alpha$ -hcp titanium. *Mechanics of Materials*, v.17, pp.175-193, 1994.

[99] LEFFERS, T., Lattice rotations during plastic deformation with grain subdivision. *Materials Science Forum*, v.157-162, pp.1815-1820, 1994.

[100] VECCHIO, K.S., Private communication, 2005.

[101] ŠMIDA, T. and BOŠANSKÝ, J., Deformation twinning and its possible influence on the ductile brittle transition temperature of ferritic steels. *Materials Science and Engineering A*, v287, pp.107-115, 2000.

[102] HUMPHREYS, F.J., Review: Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction. *Journal of Materials Science*, v.36, pp.3833-3854, 2001.

[103] BRANDON, D.G., The structure of high-angle grain boundaries. *Acta Metallurgica*, v.14, pp.1479-1484, 1966.

[104] RANDLE, V., The coincidence site lattice and the "sigma enigma". *Materials Characterization*, v.47, pp.411-416, 2001.

[105] CAUL, M. and RANDLE, V., Microtexture analysis of Interstitial-Free Steel. *Materials Characterization*, v.38, pp.155-163, 1997.

(*voids*), microtrincas e fissuras no interior das bandas. Nas amostras deformadas por compressão dinâmica a -196 °C que exibiram fratura parcial e/ou total, o processo de clivagem foi dirigido pelas maclas de deformação e também pelas bandas de deslizamento (*slip bands*) observadas no material.

Foi possível também demonstrar a viabilidade do uso da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) de alta resolução para caracterizar o interior das bandas de cisalhamento e também das suas regiões vizinhas (grãos adjacentes).

Independente da temperatura dos testes observou-se uma nova estrutura de grãos no interior das bandas, em maior ou menor fração volumétrica, dependendo da deformação cisalhante imposta e da temperatura do ensaio. Conclui-se que a microtextura das bandas de cisalhamento, independente das condições dos testes, eram bastante similares entre si e encontravam-se orientadas em torno das componentes fibra- $\alpha$ <110>(Grupo A) e fibra- $\gamma$  <111> (Grupo C). Estas componentes de textura estão de acordo com que a literatura prevê para os metais com estrutura CCC submetidos a compressão uniaxial. A presença de subgrãos alongados e também de grãos alinhados perfeitamente em regiões que lembravam lamelas pré-existentes no interior da banda permitem sugerir que o mecanismo de recristalização dinâmica rotacional foi o responsável pela nova estrutura de grãos ultrafinos nas bandas. Além disso, a existência de uma textura similar entre os grãos recristalizados e as lamelas das bandas induzidas no grupo C são fortes evidências da viabilidade do mecanismo indicado para explicar a extensa recristalização observada. De uma maneira geral, pode-se ainda concluir que o perfil de decaimento da dureza nas amostras analisadas exibe um comportamento bastante semelhante a partir dos limites da banda de cisalhamento de maneira independente da temperatura e taxa de deformação dos testes de compressão dinâmica.

## ANEXO 1

## Abaco com as Notações de Bunge para ODF



$ \begin{smallmatrix} 0 & 10 & 20 & 30 & 40 \\ 0 & 130 & 0 \\ \hline 130 & 070 \\ \hline$	$ \begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$
$10 - \underbrace{\heartsuit}_{20-} \qquad \qquad$	$10^{-10^{\circ}}$ $\varphi_2 = 70^{\circ}$
30- @=63.4°	30-
$\begin{array}{c} 40 \\ \Phi \\ 50 \\ 11\overline{20} \\ 11\overline{20} \\ 11\overline{20} \\ 11\overline{20} \\ 11\overline{20} \\ 11\overline{20} \\ 10\overline{21} \\ 10\overline{21} \\ 10\overline{21} \\ 10\overline{21} \\ 10\overline{21} \\ 10\overline{21} \\ 10\overline{22} \\ 10\overline{223} \\ 10\overline{233} \\ 10\overline$	40- $\Phi$ (313) $\phi_2=71.6^{\circ}$ 50-[130] [031] [132] [233] $(0-71.6^{\circ})$
$\begin{array}{c} 60 \\ \hline \\ 70 \\ \hline \\ \hline \\ 70 \\ \hline \\ $	$\begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$
80- 90 $[1\overline{2}0]$ $[1\overline{2}1]$ $[1\overline{2}2]$ $[1\overline{2}3]$ $(210)^{\Phi_2} = 63, 4^{\circ}_{[001]}$	80- $[1\overline{3}0]$ $[1\overline{3}1]$ $[1\overline{3}2]$ $[1\overline{3}3]$ $(310)$ $\Psi_2=71,6^{\circ}[001]$ 90
$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	
$\begin{array}{c} 20^{-} [0\overline{10}] & (102) \\ 30^{-} [0\overline{10}] & (203) \\ 40^{-} \\ \Phi & 10^{-} (101) \\ \hline \end{array}$	[331] [321] [311] [301]   1] [221] [211] [201]   [332] [322] [312] [302]
$\begin{array}{c} 50 \\ 1010 \\ \hline \\ 010 \\ \hline 010 \\ \hline \\ 010 \\ \hline 010 \\$	[232]   [111]   [323][212][313][101]     [233]   [223]   [213]   [203]     [2]   [172]   [112]   [102]     [133]   [123]   [113]   [103]     [2]   [071]   [023][072][073]   [001]

2-00 b) a)

(a) Mapa de qualidade da imagem da Figura 4.33 (amostra C-4) mostrando em detalhes as microbandas de cisalhamento (*S-bands*) indicadas por setas brancas e contornos geometricamente necessários na região vizinha da banda de cisalhamento adiabática; (b) desenho esquemático indicando as *S-bands* encontradas em amostras de um aço IF laminado a frio por *Li et al.* em [56].

**ANEXO 2**