



INSTITUTO FEDERAL
Piauí



PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

**INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO PIAUÍ
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA, PÓS-GRADUAÇÃO E INOVAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS
DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

MARIA IVONETE NUNES COSTA

**ESTUDO DA MODIFICAÇÃO MICROESTRUTURAL, MECÂNICA E TEXTURA
CRISTALOGRÁFICA DO COBRE REFINADO A FOGO PROCESSADO POR
EXTRUSÃO EM CANAL ANGULAR**

TERESINA

2024

MARIA IVONETE NUNES COSTA

**ESTUDO DA MODIFICAÇÃO MICROESTRUTURAL, MECÂNICA E TEXTURA
CRISTALOGRÁFICA DO COBRE REFINADO A FOGO PROCESSADO POR
EXTRUSÃO EM CANAL ANGULAR**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do Instituto Federal do Piauí, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Processamento e Caracterização de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Ayrton de Sá Brandim

Coorientador: Prof. Dr. João Rodrigues de Barros Neto

TERESINA

2024

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD

Costa, Maria Ivonete Nunes

C837e Estudo da modificação microestrutural, mecânica e textura cristalográfica do cobre refinado a fogo processado por extrusão em canal angular / Maria Ivonete Nunes Costa. - 2024.

63 f.: il. color.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí, Campus Teresina Central, 2024.

Orientador: Prof Dr. Ayrton de Sá Brandim.

1. Cobre refinado a fogo (FRHC). 2. Extrusão em canal Angular (ECAP). 3. Microestrutura. 4. Textura cristológica. I. Título.

CDD - 620.1

Elaborado por Maria Rosismar Farias CRB 3/631

MARIA IVONETE NUNES COSTA

ESTUDO DA MODIFICAÇÃO MICROESTRUTURAL, MECÂNICA E TEXTURA
CRISTALOGRÁFICA DO COBRE REFINADO A FOGO PROCESSADO POR
EXTRUSÃO EM CANAL ANGULAR

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do Instituto Federal do Piauí, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Aprovada em: 08/08/2024.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Ayrton de Sá Brandim (Orientador)
Instituto Federal do Piauí (IFPI).

Prof. Dr. José Francisco dos Reis Sobrinho
Instituto Federal do Piauí (IFPI).

Prof. Dr. (a) Elizângela de Macêdo Brito
Instituto Federal do Triângulo Mineiro.

DEDICATÓRIA

A Deus por me manter firme e forte nessa caminhada, a minha mãe Maria, ao meu pai João, a meu esposo Raimundo, as minhas irmãs Ivoneide, Janiely e Vitória, a meus queridos avós maternos Florisbela e Domingo Salina, meus avós paternos Maria de Jesus e Benedito (In memoriam).

AGRADECIMENTOS

A Deus pelo dom da vida.

A empresa Mega Fios LTDA “Copperline” pelo apoio financeiro com a manutenção da bolsa para a pesquisa.

Aos Professores, Dr. Ayrton de Sá Brandim e Dr. João Rodrigues de Barros Neto, pela orientação, apoio, amizade e disponibilidade durante todo o trabalho.

Aos técnicos do Instituto Federal do Piauí, Estênio, Eduardo e André pela disponibilidade e auxílio. Também aos professores do programa de pós-graduação em Engenharia de Materiais. Aos técnicos da Universidade Federal do Piauí, Miquéias e Jean.

Ao Coordenador do PPGE Prof. Dr. Gilvan Moreira pela disponibilidade durante todo o trabalho.

A gestora de produção da Copperline Lays Maia pelo apoio e amizade. Aos amigos adquiridos durante a experiência na fábrica, Diego, Bruno; Clidelmar; Maykom, Mara, Paulo e demais pela amizade e proporcionando um ambiente divertido e agradável para execução deste trabalho.

A minha amiga Liduína e Ana Clara pela ajuda na realização das análises metalográficas.

Aos meus pais, Maria Ionete Nunes da Cunha e João Gonçalves pela educação e ensinamentos.

A meu marido, Raimundo Nonato Soares Silva pelo apoio incondicional e incentivo.

Aos meus avós, Domingo Salina e Florisbela Rodrigues pelo apoio e sempre incentiva a buscar sempre a felicidade e o melhor para minha vida.

As minhas irmãs, Maria Ivoneide Nunes Costa, Maria Janiely Nunes Costa e Vitória Aparecida dos Santos Sousa, por estarem sempre torcendo e felizes pelas minhas conquistas.

A meus amigos (as) Assuero Costa, Elesie Alberto, Geovana Macedo e Lays Nunes pela amizade e companheirismo durante todo esse tempo.

A persistência é o caminho do êxito.
(Charlie Chaplin)

RESUMO

O cobre refinado a fogo (FRHC) desempenha um papel vital em setores como eletrônica e transmissão de energia, destacando-se pela sua alta condutividade elétrica e térmica, além de sua resistência à corrosão. Atualmente alguns estudos estão voltados para a produção de materiais condutores com melhores propriedades elétricas e mecânicas. Os processos de deformação plástica severa, em especial o ECAP (*equal channel angular pressing* ou extrusão em canal angular) é um método promissor que refina significativamente a microestrutura, podendo influenciar no desenvolvimento de uma textura cristalográfica adequada. O objetivo desse trabalho foi investigar evolução microestrutural, mecânica, textura e elétrica do cobre refinado a fogo (FRHC) processado por ECAP. O material foi submetido a deformação ECAP à temperatura ambiente pela rota B_C , com velocidade constante durante o processo. As microestruturas foram avaliadas através da microscopia ótica (MO). Foram realizados o difratogramas de raios-X (DRX) para a identificação das fases presentes, e na determinação das texturas cristalográficas. A microdureza Vickers foi mensurada em cada etapa do processamento. A combinação de técnicas como MO, DRX, textura e microdureza forneceram uma visão completa das transformações ocorridas no cobre durante o processamento. Os resultados demonstram um aumento na resistência após 4 passes. A textura cristalográfica evolui gradativamente com sequenciamento de deformação, com a forte presença da textura do tipo Goss e Rotated Cube na maioria dos passes.

Palavras-chave: Cobre refinado a fogo (FRHC); Extrusão em Canal Angular (ECAP); Microestrutura, Textura Cristalográfica, microdureza.

ABSTRACT

Fire-refined copper (FRHC) plays a vital role in sectors such as electronics and power transmission, standing out for its high electrical and thermal conductivity, as well as its resistance to corrosion. Currently, some studies are focused on the production of conductive materials with better electrical and mechanical properties. Severe plastic deformation processes, especially ECAP (equal channel, angular pressing or angular channel extrusion) are a promising method that significantly refines the microstructure and can influence the development of an adequate crystallographic texture. The objective of this work was to investigate the microstructural, mechanical, textural and electrical evolution of fire-refined copper (FRHC) processed by ECAP. The material was subjected to ECAP deformation at room temperature via the Bc route, with a constant speed during the process. The microstructures were evaluated using optical microscopy (OM). X-ray diffractograms (XRD) were carried out to identify the phases present and determine the crystallographic textures. Vickers microhardness was measured at each processing stage. The combination of techniques such as MO, XRD, texture and microhardness provided a complete view of the transformations occurring in copper during processing. The results demonstrate an increase in resistance after 4 passes. The crystallographic texture evolves gradually with deformation sequencing, with the strong presence of Goss and Rotated Cube textures in most passes.

Keywords: Fire-refined copper (FRHC); Angular Channel Extrusion (ECAP); Microstructure, Crystallographic Texture, microhardness.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1	– Técnica de DSP: a) Torção sob pressão, b) Laminação acumulada, c) ECAP.....	24
Figura 2	– Esquema simplificado do processamento ECAP e (b) Plano de cisalhamento no cruzamento dos canais	25
Figura 3	– Variação da deformação equivalente em função dos ângulos Φ e ψ	26
Figura 4	– As quatros principais rotas de processamento ECAP	28
Figura 5	– (a) e (b) exibem deformação processo de ECAP nos planos X, Y e Z em rotas distintas.....	28
Figura 6	– (a) e (b) micrografias FE-SEM do cobre após quatro e oito passes, respectivamente.....	29
Figura 7	– Cristais com distribuição preferencial: a) sem textura; b) com textura.....	31
Figura 8	– Desenho esquemático dos eixos externos mais comumente usados na medida de textura em materiais processado por ECAP: (a) amostra de seção quadrada e eixos, (b) desenho bidimensional da matriz, (c) sistema de coordenadas da amostra e do plano de cisalhamento.....	33
Figura 9	– Polares inversos (100) de amostras de cobre deformadas por ECAP usando a rota Bc após a) 1, b) 2 e c) 3 passagens.....	34
Figura 10	– Fluxograma com os processos metodológicos realizados no estudo.....	35
Figura 11	– Desenho esquemático com a geometria e as dimensões do corpo de prova e orifício usado no ECAP.....	36
Figura 12	– Revestimento após o processamento: (a) 1 passe, (b) 2	37

	passes.....	
Figura 13	– Matriz ECAP e a punção.....	38
Figura 14	– Desenho esquemático da região a meia espessura, em que é realizado a medição da macrotextura e a representação do sistema de referência externo com os eixos ED (direção de extrusão), ND (direção normal a extrusão) e TD (direção transversal a extrusão)	40
Figura 15	– Micrografias das amostras nas condições: (a) como recebida, (b) 2 passes.....	42
Figura 16	– Microestrutura do cobre refinado a fogo no estado como recebido a 200X	43
Figura 17	– Microestruturas óticas das amostras do cobre FRHC processadas por ECAP: (a) 1 passe, (b) 2 passes, (c) 3 passes, (d) 4 Passes.....	44
Figura 18	– Tamanho médio de grãos e desvio padrão em função do número de passes de deformação	46
Figura 19	– Difratoograma difração de raios-X das amostras de Cu FRHC como recebido e após o processamento ECAP.....	47
Figura 20	– Figuras de polo (111), (200) e (220) do cobre processado por ECAP pela rota B_c , amostras como recebida e para diferentes números de passes.....	48
Figura 21	– Seções $\varphi_2 = 0^\circ$ e 45° da ODF's do Cu FRHC processado por ECAP na amostra como recebida.....	49
Figura 22	– Seções $\varphi_2 = 0^\circ$ e 45° da ODF's do Cu FRHC processado por ECAP em diferentes números de passes.....	50
Figura 23	– Variação da microdureza com o número de passes ECAP.....	52

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Componentes de textura de recristalização para materiais CFCs	33
Tabela 2 – Composição química do vergalhão de cobre refinado a fogo (FRHC)	36
Tabela 3 – Nomenclatura das condições escolhidas.....	38
Tabela 4 – Composição dos reagentes usados para o ataque químico.....	39

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABCOBRE	Associação Brasileira do cobre
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ARB	União por Laminação Acumulativa (Accumulative Roll-Bonding)
Cu ETP	Cobre Eletrolítico
Cu FRHC	Cobre Refinado a Fogo
CFC	Cúbica de Face Centrada
ECAP	Extrusão em Canal Iguais (Equal Channel Angular Processes)
HPT	Torção sob alta Pressão (High Pressure Torsion)
IACS	International Annealed Copper Standar
SDP	Deformação Plástica Severa (Severe Plastic Deformation)
ED	Direção de extrusão
TD	Direção transversal a de extrusão
ND	Direção normal a de extrusão
DRX	Difração de Raios – X
ODF	Função de Distribuição de Orientações Cristalinas (Orientation Density Function)
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura

LISTA DE SÍMBOLOS

ρ Resistividade

σ Condutividade

σ_y Tensão de Escoamento

Φ Ângulo entre os Canais

Ψ Curvatura Externa

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	17
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	20
2.1	COBRE	20
2.1.1	Cobre Refinado a Fogo	21
2.2	DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA	22
2.2.1	Extrusão em Canal Angular (ECAP)	24
2.2.1.1	Fatores que influenciam o processo ECAP	26
2.2.1.2	Rotas de Processamento.....	27
2.2.1.3	Características do cobre após o ECAP	30
2.2.1.4	Propriedades a temperatura ambiente.....	31
2.3	TEXTURA CRISTALOGRÁFICA.....	31
2.3.1	Textura cristalográfica em Cobre processado por ECAP.....	32
3	MATERIAIS E MÉTODOS	35
3.1	MATERIAL	35
3.2	MÉTODOS	36
3.2.1	Confecção dos corpos de prova	36
3.2.1.1	Processamento.....	37
3.3	ANÁLISE MICROESTRUTURAL	39
3.4	DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)	40
3.5	TEXTURA	40
3.6	MICRODUREZA VICKERS	41
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	42

4.1	ANÁLISE MICROESTRUTURAL	42
4.1.1	Revelação da Microestrutura.....	42
4.2.1	Cobre Refinado a Fogo – Como Recebido	43
4.2.2	Influência processamento ECAP	44
4.3	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)	46
4.4	TEXTURA CRISTALOGRÁFICA	48
4.5	MICRODUREZA VICKERS	52
5	CONCLUSÃO	54
6	SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	55
	REFERÊNCIAS.....	56

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, o aumento significativo no consumo de cobre tem sido impulsionado pelas tecnologias emergentes, tais como energia renovável, telecomunicações, refrigeração e transporte. Em relação a energia renovável, a importância do cobre na transição para fontes de energia mais limpas é amplamente reconhecida, devido às suas propriedades e versatilidade únicas, que o torna essencial na busca por um futuro mais sustentável (ABCOBRE, 2022).

Nesse contexto de avanço tecnológico e necessidade crescente de eficiência, as características físicas e mecânicas dos materiais metálicos desempenham um papel crucial. Para atender à demanda por materiais condutores com melhor desempenho, como alta resistência mecânica, condutividade elétrica, dureza e resistência à corrosão, estão sendo explorados novos métodos e tecnologias. Diversos estudos estão sendo voltados para a redução no tamanho do grão (SILVA, 2020).

Em práticas industriais convencionais através de processamento termomecânico, o menor tamanho de grão obtido é na escala micrométrica. Segundo Valiev (2006) o ponto primordial para a melhoria das propriedades é o refino do grão para tamanhos submicrométricos e nanométricos, ou seja, com granulação fina e ultrafina, podendo atingir grãos inferiores a $1\mu\text{m}$. Esses objetivos podem ser alcançados através de processos de deformação plástica severa (SDP).

Dentro dos processos SDP uma das técnicas mais proeminentes é a Extrusão em Canal Angular (ECAP). Essa técnica envolve a passagem do material em dois canais de mesma seção transversal, que se interceptam em um ângulo de canal e um ângulo de curvatura, promovendo uma deformação plástica intensa por meio de cisalhamento, o que resulta em uma redução significativa no tamanho dos grãos, preservando a área da seção transversal original do material (BERNARDI, 2009; VALIEV; LANGDON, 2014).

As propriedades mecânicas dos materiais tratados com ECAP são significativamente melhoradas, como a combinação de alta resistência mecânica sem grandes perdas de ductilidade. Os parâmetros desse processo, tais como, rota de processamento, o número de passes, a temperatura de processamento e a configuração da matriz são variáveis que afetam o refino microestrutural (COSTA, 2023).

Algumas pesquisas demonstram que a deformação no cobre puro por ECAP pode aumentar a proporção de contorno de grão especiais e garantir boa condutividade elétrica, enquanto a resistência à tração aumenta gradualmente para 1,87 vezes ao comparar com resistência após o recozimento, e aumenta lentamente com o aumento da deformação (ZHANG *et al.* 2020; AFSARI e RANAEI, 2014; HIGUERA-COBOS e CABRERA, 2013).

Esse trabalho foi desenvolvido um estudo sobre os efeitos do processamento por ECAP no cobre refinado a fogo (FRHC), com o objetivo de caracterizar de forma detalhada as modificações microestruturais, a análise das texturas cristalográficas resultantes da deformação e a medição das variações na microdureza Vickers após diferentes números de passagens. Assim, esses dados fornecerão uma visão aprofundada dos mecanismos de fortalecimento e das melhorias nas propriedades mecânicas do cobre FRHC, contribuindo para o desenvolvimento de materiais com desempenho superior para aplicações industriais.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Geral

Investigar os efeitos da extrusão em canal angular (ECAP) na microestrutura, nas propriedades mecânicas e texturas cristalográficas do cobre refinado a fogo (FRHC).

1.1.2 Específicos

- Avaliar a evolução microestrutural e a influência do ECAP em diferentes números de passes nas propriedades do cobre em estudo;
- Verificar a textura cristalográfica do Cu FRHC, antes e após cada passes de ECAP;
- Analisar a dureza, através do ensaio de dureza Vickers;
- Comparar a microestrutura e as propriedades mecânicas.
- Correlacionar o refinamento do grão com as propriedades mecânicas.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 COBRE

O aumento na taxa per capita no consumo do cobre ao longo do tempo reflete seu papel crucial no desenvolvimento industrial e tecnológico. As propriedades únicas e versatilidade fazem do material um recurso indispensável em muitos setores, desempenhando um papel vital em infraestruturas modernas e tecnologias emergentes (SVERDRUP et al., 2014).

O cobre é um metal de transição não ferroso, apresenta estrutura cristalina cúbica de fase centrada (CFC), possui diversas propriedades notáveis que o torna fundamental em diversas aplicações. Dentre as características físico-químicas, estão a alta condutividade térmica e elétrica, maleabilidade, ductilidade, resistência à corrosão e à fadiga (SALEH, 2010). Ademais, é altamente reciclável, o que permite sua reutilização de maneira repetida sem que haja perda das suas características físicas ou químicas. Essa característica torna o cobre indispensável em dispositivos elétricos e eletrônicos, principalmente sua capacidade de condução elétrica. Por exemplo, aplicação em fios e cabos elétricos, nos contatos elétricos em relés, eletroímãs, eletrodos de solda, microchips, circuitos impressos e conectores, sistemas de tubulação, automóveis, entre outros (AYYAPPADAS et al., 2017).

Uma referência comum na indústria para avaliar a eficiência do cobre é a medida padrão "International Annealed Copper Standard" (IACS) a 20 °C, onde 100% IACS representa sua máxima condutividade elétrica com resistividade padrão 0,017241 $\mu\Omega\cdot m$ (CELEBI EFE et al., 2012).

O cobre não apenas exibe uma notável condutividade elétrica, mas também demonstra ser excelente condutor térmico. Por isso, é utilizado em aplicações que demandam a dissipação de calor, como em tubos de calor e radiadores. Ademais, é altamente maleável e dúctil, o que pode ser facilmente moldado em diferentes formas sem fraturar. Sua ductilidade permite que seja conformado em fios finos sem perder suas propriedades condutoras (CALLISTER JR, 2020). Além do mais, apresentar uma boa resistência à tração, o que o torna útil em aplicações em que é necessário resistência mecânica (ABCOBRE, 2021).

Vale destacar sua resistência à corrosão, o que o torna adequado para uso em ambientes externos e subaquáticos. No entanto, pode sofrer corrosão em certas

condições, como em ambientes ácidos ou salinos. Entre os ácidos estão, oluções contendo íons de amônia e ácidos oxidantes, como ácido nítrico. Além disso, sais como cloreto de sódio (NaCl) e sulfato de cobre (CuSO₄), assim como cloro gasoso (Cl₂), também podem corroer o cobre. Além do mais, apresentar uma boa resistência à tração, o que o torna útil em aplicações em que é necessário resistência mecânica (ABCOBRE, 2021).

O cobre pode ser utilizado na sua forma comercialmente pura ou em forma de liga metálica a depender das exigências da aplicação. Portanto, podendo ser classificado em cobre puro, baixa liga ou em ligas (ABNT – TB 50). Essa classificação é importante para determinar suas propriedades e adequação para diferentes fins. Para aplicações elétricas, normalmente é utilizado o cobre puro, com uma pureza superior a 99,3%, os catalogados são: Cobre Eletrolítico, Cobre sem Oxigênio de Alta Condutividade; Cobre Desoxidado com Fósforo; Cobre Refinado a Fogo e Cobre Refinado a Fogo Tenaz (INFOMET, 2017).

De acordo com a demanda da empresa Mega Fios LTDA, financiadora do projeto, o cobre refinado a fogo (FRHC) foi a escolhido para a realização do trabalho.

2.1.1 Cobre Refinado a Fogo

No Brasil, os principais tipos de cobre utilizados na produção de fios e cabos elétricos são o cobre eletrolítico (Cu ETP) e o cobre refinado a fogo (FRHC). O Cu ETP destaca-se pela sua alta pureza e excelente condutividade elétrica, atendendo às especificações rigorosas das normas técnicas e garantindo desempenho e confiabilidade nas aplicações elétricas e eletrônicas mais exigentes (ABCOBRE, 2022). Por outro lado, o FRHC é uma opção mais econômica, mantendo propriedades elétricas adequadas para aplicações onde as especificações de pureza e condutividade não são tão rigorosas, representando um equilíbrio eficiente entre custo e desempenho.

O cobre FRHC é produzido através do processo de refinação a fogo, que remove impurezas e melhora a homogeneidade do material. Entretanto, mesmo que o processo seja eficaz na remoção de muitas impurezas, ele não é capaz de remover completamente os elementos indesejados. Assim, é importante reconhecer os desafios associados à presença de impurezas no Cu FRHC, como a redução na

capacidade de condução elétrica, consequentemente ocasionando o aumento da resistência elétrica, problemas no alongamento e tenacidade.

O estudo de Barbour (2011) traz uma classificação das impurezas encontradas no cobre baseando nos efeitos deletérios na condutividade elétrica, qualidade da superfície e processamento. Os elementos Cr, Fe, Sn, P, Si e Ag causam efeitos negativos relativamente baixos; os componentes As e Sb são considerados prejudiciais e podem tornar o cobre menos adequado para aplicações que exigem alta condutividade e processamento eficiente; o Bi, Te e Se são particularmente problemáticas, podendo causar defeitos graves, como fragilidade e trincas, tornando inadequado para muitas aplicações. Camurri et al., (2001) observaram que o chumbo, antimônio, bismuto e oxigênio em concentrações significativas pode tornar o material quebradiço e reduzir sua capacidade de deformação plástica.

O oxigênio é outro elemento que pode influenciar significativamente as propriedades mecânicas do cobre, especialmente em sua forma de óxido cuproso (Cu_2O). Em baixas concentrações, tanto a condutividade quanto a recristalização são afetadas, podendo ter implicações na eficiência elétrica e nas propriedades de conformação do material. No caso de concentrações mais altas, uma grande quantidade de Cu_2O é gerada, o que reduzi a condutividade e causa fragilidade (SILVA; QUINTÃO; CARIA, 2016). Pops (2010) no seu estudo observou que a concentração ideal de oxigênio se situa em torno de 250 ppm. Além disso, verificou que altas concentrações podem reduzir a condutividade e a conformação a frio, baixas concentrações podem causar trincas a quente.

Embora apresente uma maior quantidade de impurezas em relação ao cobre eletrolítico de alta condutividade (Cu ETP), o cobre FRHC oferece uma boa condutividade elétrica com um custo menor. Portanto, a busca contínua pelo aprimoramento das propriedades é uma fonte constante de estudo, e no caso do cobre FRHC na produção de fios, alcançar simultaneamente melhorias nas propriedades elétricas e mecânicas. Sendo, assim, a deformação plástica severa está sendo considerada uma técnica promissora para aprimorar as propriedades dos materiais.

2.2 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA SEVERA

Os processos de deformação plástica severa (Severe Plastic Deformation, SPD) são técnicas de processamento que visam a obtenção de microestruturas

refinadas através da aplicação de altas deformações sem mudanças significativas nas dimensões sólidas, podendo atingir microestruturas ultrafinas (AZUSHIMA *et al.*, 2008). Em práticas industriais convencionais, através de processamento termomecânico, o menor tamanho de grão que geralmente pode ser alcançado está na escala micrométrica. No entanto, por meio dos processos SPD, é possível obter microestruturas com grãos ainda menores, atingindo a escala submicrométrica (VALIEV & LANGDON, 2006).

Materiais submetidos a SPD realmente apresentam melhoras nas propriedades mecânicas. Isso ocorre devido à alta densidade de discordâncias e refinamento de grão, que possibilita a obtenção de grãos ultrafinos. Ao contrário de outros métodos, o refinamento de grão é tecnicamente atraente porque não afeta adversamente a ductilidade e a tenacidade, influenciando diretamente as propriedades mecânicas e físicas do material. A resistência mecânica dos materiais policristalinos segue a lei de Hall-Petch, descrito pela expressão abaixo:

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (4)$$

em que k e σ_0 são constantes do material, d tamanho médio do grão e σ_y a tensão de escoamento (CALLISTER JR, 2016).

Dentre os processos SPD, os mais comuns são (VALIEV & LANGDON, 2013; KHABUSHAN & BONABI, 2017):

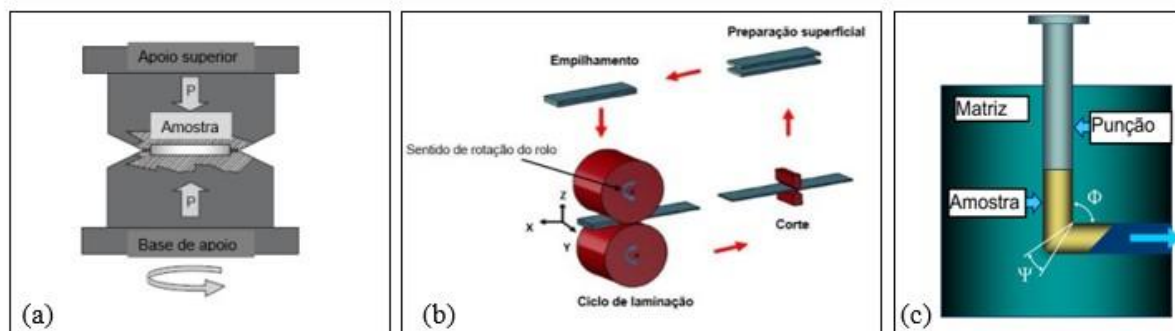
a) Torção sob Alta Pressão (HPT - *High Pressure Torsion*): envolve o processo de compressão de um disco de material dentro de uma matriz fechada, sujeita a altas pressões. A deformação plástica por torção é alcançada pela rotação de uma das partes da matriz, como ilustrado na Figura 1a.

b) Laminação acumulativa (ARB - *Accumulative Roll Bonding*): consiste em laminar o material em forma de chapas até a redução da metade da espessura, depois cortado ao meio e empilhado. Sua interface passa por um pré-tratamento na superfície para aumentar a força de adesão. Em seguida, lamine as metades empilhadas novamente até a metade da espessura e corte ao meio novamente, sendo repetido até gerar uma grande quantidade de deformação plástica na chapa, (Figura 1b);

c) Extrusão em Canais Angular (ECAP- *Equal Channel Angular Pressing*): no processo, o material na forma de tarugo (seção quadrada, circular ou chapas) é extrudado através de uma matriz contendo um canal restritivo que muda de direção

em um ângulo (Figura 1c). Como as dimensões da seção transversal do material deformado permanecem constantes, o processo pode ser repetido para deformações extremamente altas.

Figura 1. Técnica de DSP: a) Torção sob pressão, b) Laminação acumulada, c) ECAP.



Fonte: (a) e (c) adaptado (VALIEV e LANGDON, 2013), (b) adaptado (KHABUSHAN e BONABI, 2017).

Dentre os processos, o ECAP foi escolhido para realização desse trabalho, em virtude da facilidade de implementação e viabilidade prática. Além da capacidade de produzir mudanças microestruturais significativas de uma maneira prática e controlada. Isso pode permitir investigações detalhadas sobre o efeito da deformação plástica na microestrutura, textura cristalográfica e nas propriedades mecânicas e elétricas do material.

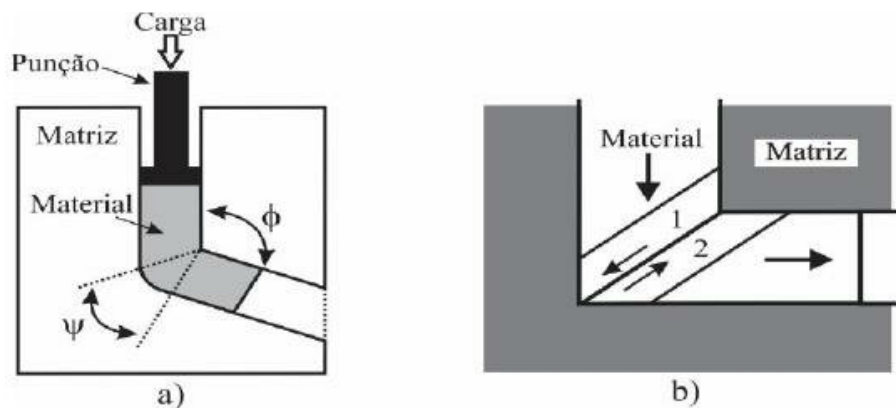
2.2.1 Extrusão em Canal Angular (ECAP)

O processo ECAP é caracterizado pela passagem de um metal por uma matriz com canais angulares, onde a deformação é aplicada por meio de cisalhamento simples. Ao submeter o material a canais estreitos e curvos, uma deformação plástica intensa é induzida, levando à quebra e refino dos grãos. Esse fenômeno resulta em uma microestrutura com grãos mais uniformes e finos, o que contribui para a melhoria das propriedades mecânicas do material (VALIEV e LANGDON, 2006).

O processamento consiste em uma deformação abrupta imposta na amostra durante a passagem através da matriz, na qual dois canais da mesma seção transversal se encontram em um ângulo (ϕ) e uma curvatura externa (ψ) na junção dos canais, conforme mostrado na Figura 2. Antes da deformação, amostra e matriz

de mesma secção transversal são bem lubrificadas e inserida no primeiro canal, em que é aplicada uma carga à punção para pressionar a amostra a fluir entre os canais de entrada e saída (Figura 2a). Nas interseções entre os canais, o material sofre um cisalhamento simples (Figura 2b). O processo termina com a retirada da punção, seguida da retirada da amostra deformada do segundo canal (ADEDOKUN, 2011; VALIEV & LANGDON, 2006).

Figura 2. (a) Esquema simplificado do processamento ECAP e (b) Plano de cisalhamento no cruzamento dos canais.



Fonte: Adaptado (VALIEV & LANGDON, 2006).

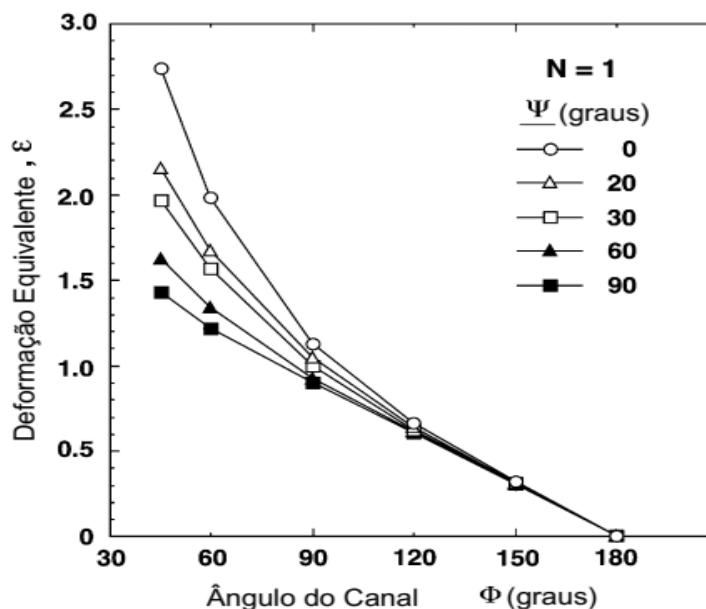
Ao passar pela matriz, a magnitude da deformação abruptamente pode ser estimada usando aproximações analíticas baseadas em várias configurações de matrizes, onde N é o número de passes, Φ é o ângulo do canal e ψ denota o ângulo relacionado ao arco de curvatura onde as duas partes do canal se cruzam. O ângulo determina a gravidade da deformação de cisalhamento, e a deformação equivalente (ϵ_{eq}) por passe é dada pela equação 5 (IWAHASHI et al., 1996):

$$\epsilon_N = \frac{N}{\sqrt[2]{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (5)$$

Valiev e Langdon (2006), estudaram o efeito do ângulo na deformação, constataram que o ângulo ψ do arco de curvatura é a tensão equivalente, exceto apenas para ângulos de canal menores que 90° . A deformação extremamente alta pode ser atingida em uma única passagem, construindo uma matriz com valores muito baixos de Φ e Ψ . Também observaram que para moldes convencionais onde o ângulo do canal é geralmente igual a 90° , em um único passe, a deformação equivalente é

próxima de 1, e esta deformação é essencialmente independente do ângulo ψ que representa o arco de curvatura, mostrado na Figura 3.

Figura 3. Variação da deformação equivalente em função dos ângulos Φ e ψ



Fonte: Adaptado de (FURUNO et al., 2004).

2.2.1.1 Fatores que influenciam o processo ECAP

A microestrutura dos tarugos submetidos ao processamento ECAP podem ser afetadas por diversos fatores como: os ângulos do canal (Φ) e da curvatura (ψ) da matriz de ensaio, números de passes, temperatura e velocidade de prensagem (VALIEV e LANGDON, 2006).

O ângulo do canal (Φ) é o fator experimental mais importante, pois a deformação exercida na amostra durante a passagem do ECAP depende principalmente do ângulo entre as duas partes do canal. Portanto, o ângulo Φ tem um impacto direto na microestrutura final obtida (VALIEV *et al.*, 2012; VALIEV & LANGDON, 2006).

O ângulo de curvatura ψ é outro arco onde as duas partes do canal se cruzam na matriz. Este ângulo representa apenas uma pequena fração na determinação da deformação total aplicada à amostra. Entretanto, é importante estudar o efeito desse ângulo na produção de materiais de granulação ultrafina (VALIEV & LANGDON, 2006).

O número de passes reflete a quantidade de vezes que o material pode ser deformado durante o processamento pelo ECAP. Quanto mais passes, maior o

refinamento microestrutural, conseqüentemente, acarretando efeito nas propriedades do material, como aumento da resistência mecânica e tenacidade (CIEMIOREK et al., 2021). A pesquisa de Kapoor (2017) ressalta que o número de passes está associado ao tipo de material processado, podendo alterar o nível de deformação, sendo que na grande maioria dos casos, grãos alongados na direção da deformação foram observados no passe inicial, e conforme o aumento no número de passes os grãos tendem a atingir um tamanho de equilíbrio.

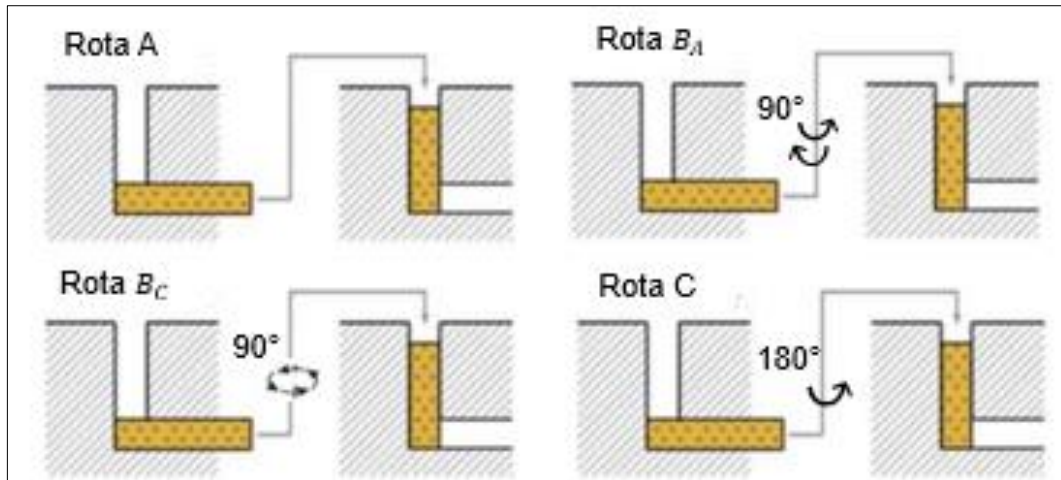
A variação de temperatura depende do tipo de material a ser usinado, pois alguns materiais não permitem deformação a frio pelo ECAP. A resposta de materiais deformados plasticamente a quente e a frio será diferente, portanto, a microestrutura exibirá características e propriedades diferentes nas duas condições de processamento. Quanto maior a temperatura de prensagem durante a deformação, maior o tamanho do grão e maior a proporção de contornos de grão de baixo ângulo. Por outro lado, quanto menor a temperatura do processo ECAP, melhor o efeito do refinamento do grão, e a deformação do material processado promoverá maior fragmentação do perfil de alto ângulo, resultando em aumento da energia interna armazenada, o que é benéfico para obter a determinação do tamanho de partícula da UFG (VALIEV *et al.*, 2012; VALIEV & LANGDON, 2006).

A velocidade de deformação na microestrutura final não é tão pronunciada quanto outros parâmetros. Porém, como a recuperação ocorre mais facilmente quando utilizado em velocidades menores, assim, velocidades menores resultam em uma microestrutura mais uniforme (FARIAS, 2009).

2.2.1.2 Rotas de Processamento

As rotas de processamento é um dos principais parâmetros quando se aplica passes múltiplos de ECAP. Existem quatro rotas principais de processamento (Figura 4). Em cada rota há um sistema diferente de deslizamento, afetando de forma distinta a microestrutura. Na rota A o material é extrudado na mesma direção; na rota B_A rotacionado a 90° , alternando o sentido em horário e anti-horário em cada passes; na rota B_C gira-se a amostra á 90° no mesmo sentido em cada passe, e na rota C passa por um giro de 180° em relação ao eixo longitudinal ao fim de cada passe (VALIEV & LANGDON, 2006; DALY *et al.*, 2009).

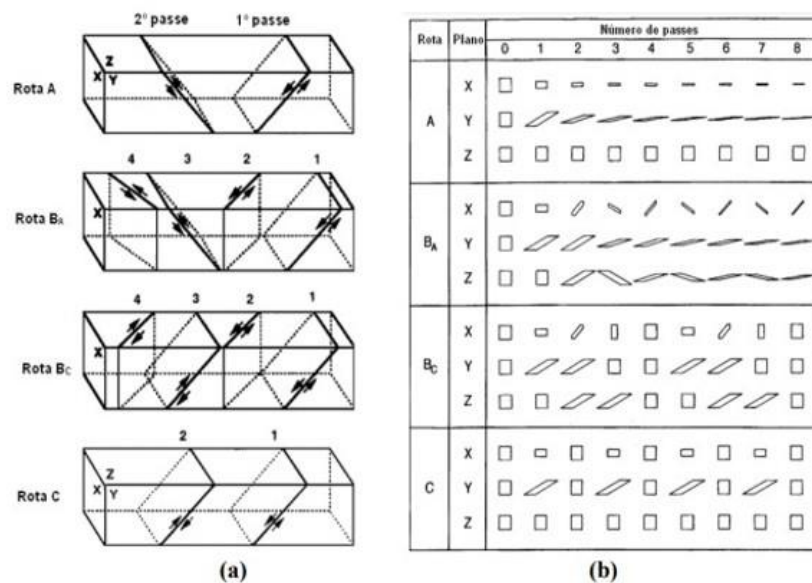
Figura 4. As quatro principais rotas de processamento ECAP.



Fonte: Adaptado de (NEMATİ, *et al.*, 2014).

A deformação produzida pelo processo ECAP ocorre alongando a estrutura no plano X, alongamento rotacionalmente no plano Y e sem modificação significativa no plano Z. As diferentes microestruturas obtidas em cada percurso devem-se às diferenças na orientação e número de voltas dadas nas amostras entre cada passagem. O efeito previsto da deformação de cisalhamento macroscópica para os quatros caminhos e diferentes formas de deformação nos planos X, Y e Z são mostrados na Figura 5.

Figura 5 - (a) e (b) exibem deformações do processo de ECAP nos planos X, Y e Z em rotas distintas.

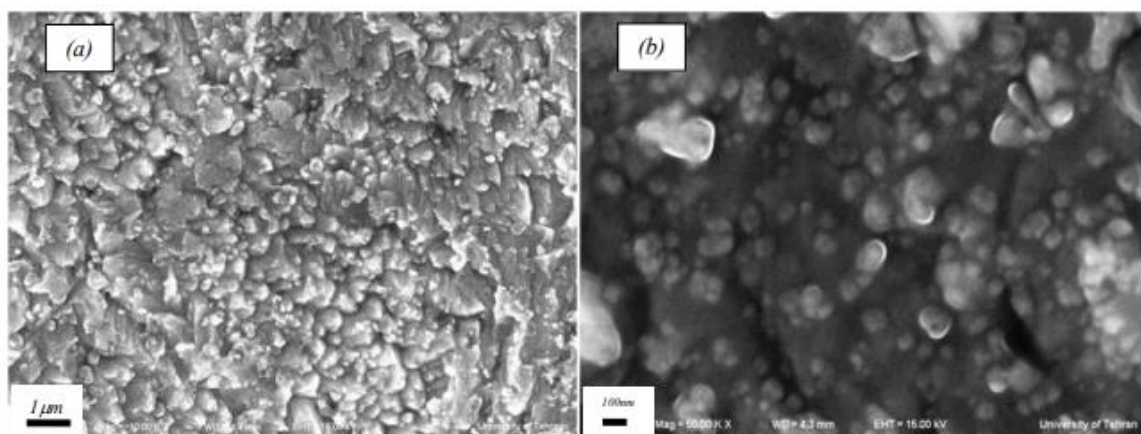


Fonte: Adaptado de (ROODPOSHTI *et al.*, 2015).

Nota-se que as distorções mais severas dos elementos cúbicos ocorrem nas rotas de processamento A e B_A (Figura 5a). Considerando as rotas B_C e C, a unidade cúbica retorna à sua forma original a cada 4 passagens pela rota B_C e a cada 2 passagens pela rota C (Figura 5b).

Como mencionado, as rotas são fatores que afetam diretamente a microestrutura e a textura cristalográfica do material submetido ao ECAP. De acordo com Afsari & Ranaei (2014), o refinamento de grão pela via B_C pode melhorar a uniformidade da estrutura. Os resultados corroboram com Valiev e Langdon (2006), mostraram que a rota B_C exibi maior homogeneidade microestrutural de todas as rotas, resultando em materiais processados com comportamento mais isotrópicos. A Figura 6 ilustra a redução no tamanho médio do grão de cobre após a aplicação do ECAP via B_C em 4 e 8 passes.

Figura 6. (a) e (b) micrografias FE-SEM do Cu após 4 e 8 passes respectivamente.



Fonte: (AFSARI & RANAIEI, 2014).

O tipo de rota e a temperatura de prensagem apresenta efeitos distintos na homogeneidade microestrutural do material. Magalhães *et al.*, (2021) estudaram a homogeneidade microestrutural do cobre puro através da prensagem ECAP via rotas A e B_C em processos a frio e a quente. A frio os resultados mostraram que distribuição de dureza na rota A foi menos uniforme em comparação com as amostras tratadas com a rota B_C . Com relação à distribuição de dureza ao longo da superfície analisada da amostra processada a quente, observou que ambas as rotas apresentaram um caráter homogêneo.

Estudos de microestruturas de cobre e alumínio usando as rotas B e C mostram que ambas as rotas produzem microestruturas semelhantes em temperatura ambiente e elevada. A diferença mais marcante no desenvolvimento microestrutural é a presença de recristalização dinâmica no cobre (HUANG et al., 2004). Daly et al., (2009) também mostraram que para o cobre puro processado por ECAP à temperatura ambiente, a temperatura de recozimento aumentou à medida que a microestrutura se tornou mais homogênea, mas a microdureza diminuiu significativamente.

2.2.1.3 Características do cobre após o ECAP

A tecnologia de prensagem ECAP altera a microestrutura do material processado, resultando em propriedades físicas e mecânicas aprimoradas. Diversos estudos estão analisando o efeito dos parâmetros de processamento ECAP na evolução microestrutural e nas propriedades mecânicas do cobre puro. Blum et al., (2018) observaram que os grãos microcristalinos produzidos pelo processamento ECAP engrossaram de forma descontínua durante o teste de fluência, resultando em mudança expressivas na taxa de fluência.

Segundo Zhu et al., (2013), após 4 passes de ECAP os grandes grãos iniciais do cobre são refinados, enquanto 5 a 8 passes resultaram em saturação e na formação de células de deslocamento de alta densidade com um tamanho de 500 nm dentro dos grãos de micron. Por outro lado, o perfil de dureza mostra falta de uniformidade nas propriedades. O estudo de Ebrahimi e Gode (2017), apresentou uma distribuição não homogênea de dureza, com o cobre tendo uma dureza menor na região inferior, que gradualmente se tornou mais uniforme com aumento no número de passes.

A pesquisa de Mishra et al. (2007) longo da rota B_C em diferente número de passes, resultou em um aumento significativo na resistência mecânica durante os dois primeiros passes, indicando que o maior refinamento de grão ocorre nas primeiras passagens. Além disso, observaram que a saturação de tensão produz deformação plástica, porém a partir do quarto passe. No estudo Dobatkin et al. (2007), a resistência aumentou por um fator de 1,6 e permaneceu quase inalterada após a quinta passagem. Ademais, a ductilidade diminuiu após 1º passe e aumentou no 10º passe.

O efeito mais óbvio no processamento ECAP é a redução do tamanho do grão, resultando em uma melhora significativa nas propriedades mecânicas do material.

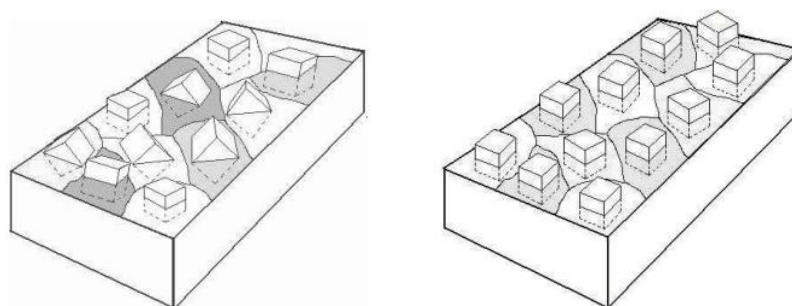
Wang et al. (2019), processaram Cu puro até 8 vezes à temperatura ambiente pelas rotas B_C , A e uma nova rota (ângulo de rotação específico da amostra entre canais sucessivos) chamado X, e descobriram que a nova rota X além de processar amostras com maior resistência e ductilidade, levou a uma redução na densidade de discordância e no tamanho de grão. Miyajima *et al.*, (2015) constataram que em amostras deformadas por ECAP, a densidade de discordância depende do formato e tamanho do grão.

O estudo de Guo *et al.*, (2019) sobre as propriedades mecânicas e a condutividade elétrica do monocristal de cobre durante a deformação via ECAP pela rota B_C à temperatura ambiente, mostraram um aumento na resistência e plasticidade do monocristal após 4 passes. Enquanto, observaram uma diminuição gradual da condutividade com o aumento do número de passes. Higuera-Cobos & Cabrera (2013), revelaram que na deformação mais alta, a condutividade do material foi reduzida em apenas cerca de 2% IACS.

2.3 TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

A distribuição das orientações dos grãos raramente segue um padrão aleatório. Muitas vezes, eles apresentam uma orientação preferencial e uma propensão a assumir certas orientações em relação a um sistema de referência específico, como os eixos cristalográficos do material. Esse comportamento pode ser causado por processos como solidificação ou tratamentos termomecânicos, como os processos de conformação (SUWAS e RAY, 2014). Essa orientação preferencial dos grãos é descrita pela textura cristalográfica (SANTOS, 2017).

Figura 7 – Cristais com distribuição preferencial: a) sem textura; b) com textura.



Fonte: (FREITAS, 2003)

A textura cristalográfica pode ser caracterizada através das figuras de polos diretas, que são projeção estereográfica bidimensionais, representando a distribuição estatística de determinados planos $\{hkl\}$ de uma amostra policristalina. Esse método proporciona uma descrição visual da orientação cristalográfica preferencial de forma compreensível, permitindo prever graficamente a textura de um metal (CULLITY, 1978). A difração de raios X é um método pelo qual informações sobre a textura podem ser obtidas medindo a fração volumétrica associada a uma determinada orientação do cristal (RANDLE; ENGLER, 2000).

Outra maneira de representar a textura cristalográfica é a Função de Distribuição de Orientações Cristalinas (FDOC ou ODF - Orientation Distribution Function), que possibilita o cálculo da densidade de probabilidades de encontrar determinadas orientações dos grãos em uma amostra, expressas como componentes cristalográficos $\{hkl\}\langle uvw \rangle$, em um espaço tridimensional. Na ODF, a orientação de um grão é definida mediante ângulos de Euler, que descrevem o mínimo conjunto de rotações necessárias para alinhar uma orientação com outra. Existem várias convenções e métodos matemáticos para calcular a ODF, sendo os mais proeminentes os métodos de séries desenvolvidos por Roe (1965) e Bunge (1982) (BUNGE, 1982; NETO BARROS, 2020).

2.3.1 Textura cristalográfica em Cobre processado por ECAP

Estudos mostraram que o cobre processado por ECAP pode exibir uma textura relativamente homogênea com uma distribuição de orientações cristalográficas mais uniforme em comparação com outros métodos de processamento. Isso pode resultar em propriedades mecânicas melhoradas, como uma maior resistência à tração e uma maior ductilidade.

Com relação a materiais CFC processados por ECAP, no estudo de Suwas e Mondal (2019), demonstraram que a textura está relacionada ao plano e direção de cisalhamento. Em geral, verificaram a presença de duas fibras principais: fibra A, orientada $\{111\} \parallel PC$ e fibra B, orientada $\langle 111 \rangle AD$. Durante os processamentos, as texturas que surgem são essencialmente texturas de deformação, influenciadas por diversos parâmetros de controle: caminho de deformação imposto, fatores cristalográficos que governam os mecanismos de deformação (como deslizamentos e maclas), a textura e microestrutura iniciais do material.

Para auxiliar na análise dos resultados de textura em materiais CFCs, como o cobre, também são utilizadas as componentes de textura de recristalização, como exposto na tabela 1.

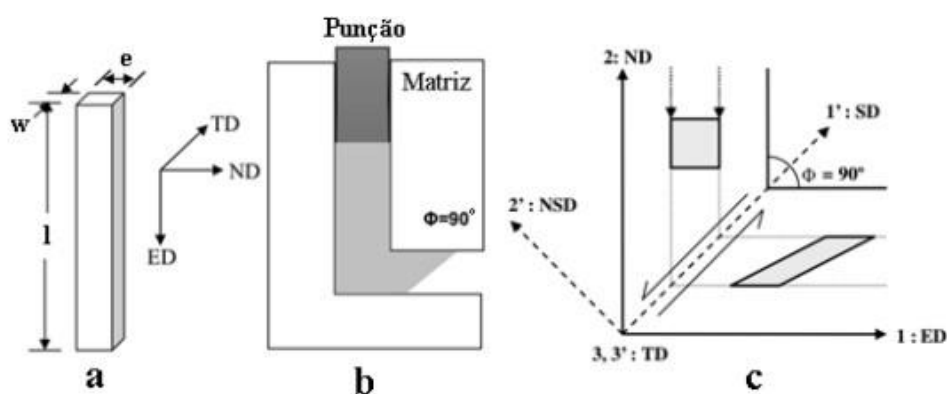
Tabela 1. Componentes de textura de recristalização para materiais CFCs.

Notação	$\{hkl\}\langle uvw \rangle$
Cubo (C)	$\{001\}\langle 100 \rangle$
Cubo Rodado (RC)	$\{001\}\langle 110 \rangle$
Cubo RD	$\{013\}\langle 100 \rangle$
Cubo ND	$\{001\}\langle 310 \rangle$
Goss (G)	$\{011\}\langle 100 \rangle$
Goss Rodado (RG)	$\{110\}\langle 001 \rangle$
Cobre (Cu)	$\{112\}\langle 111 \rangle$
Cobre Rodado (RCu)	$\{011\}\langle 211 \rangle$
Latão (B)	$\{110\}\langle 112 \rangle$
Latão Rodado (RB)	$\{110\}\langle 111 \rangle$
P	$\{011\}\langle 122 \rangle$
Q	$\{013\}\langle 231 \rangle$

Fonte – Adaptado de (HIGUERA-COBOS et. al, 2014).

Para a mensuração da textura é fundamental um sistema de referência associado ao processamento. Normalmente, utilizar-se os eixos ED (direção de extrusão), TD (direção transversal) e ND (direção normal), como apresentado na figura 8.

Figura 8. Desenho esquemático dos eixos externos mais comumente usados na medida de textura em materiais processado por ECAP: (a) amostra de seção quadrada e eixos, (b) desenho bidimensional da matriz, (c) sistema de coordenadas da amostra e do plano de cisalhamento.

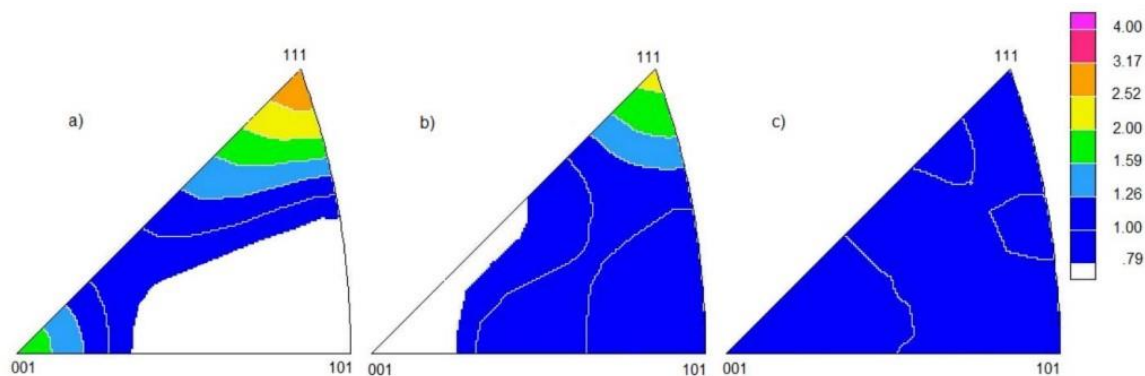


Fonte: Adaptada de (BEAUSIR et al., 2008; BARROS NETO, 2020).

A evolução da textura do cobre durante o ECAP aplicando 4 passes pela rota B_C foram estudadas por Alateyah *et al.*, (2021), obtiveram uma textura de cisalhamento simples e forte, com orientação mais aleatória ou equiaxial em comparação com o cobre não processado. Os resultados corroboram com o trabalho Molodova *et al.*, (2007), utilizando a rota B_C por até 12 passagens com deformação progressiva e recozimento subsequente, demonstram texturas semelhantes às texturas de cisalhamento simples.

Sousa *et al.* (2018), processaram cobre pela rota B_C e verificaram a diminuição na intensidade da textura com o aumento do número de passes; em uma única passagem notaram que a textura já era relativamente baixa. Após 3º passe, a textura quase desapareceu (Figura 9). Essa redução se deve ao fato de a direção e/ou orientação da deformação por cisalhamento imposta pelo processo ser diferente em cada passe, resultando em uma dispersão da textura.

Figura 9. Polares inversos (100) de amostras de cobre deformadas por ECAP usando a rota B_C após a) 1, b) 2 e c) 3 passagens.

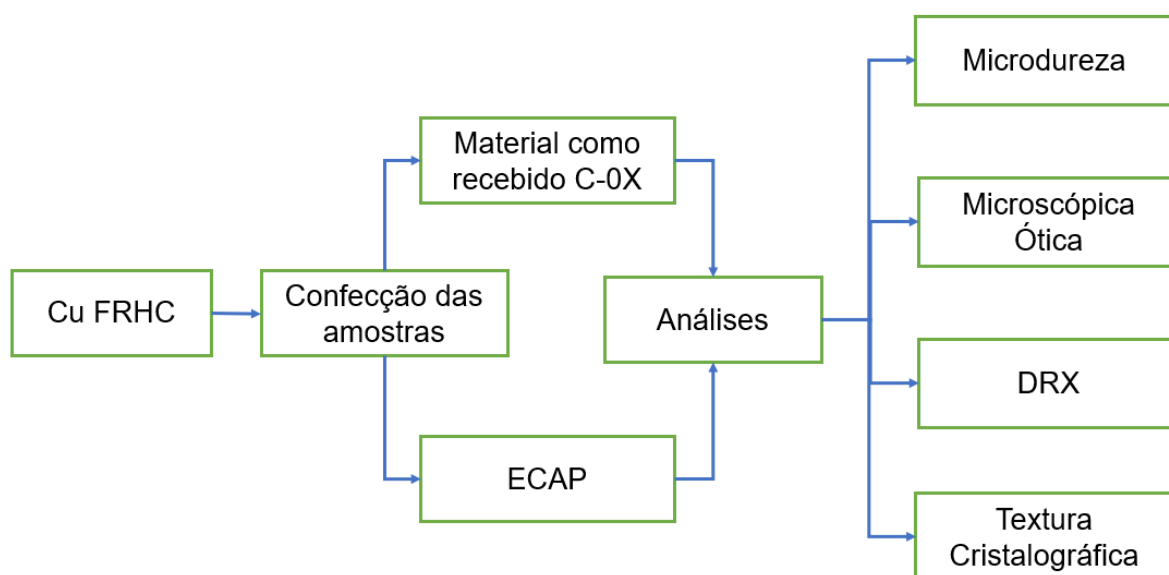


Fonte: (SOUSA; SORDI & BRANDÃO, 2018).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Nessa secção são descritas as técnicas e os procedimentos experimentais utilizados na investigação do material como recebido e submetido as condições de processamento por ECAP. Os procedimentos seguiram os padrões reconhecidos internacionalmente para garantir a validade e a confiabilidade dos resultados. O fluxograma com os processos metodológicos que foram realizados no estudo, estão disponíveis na Figura 10.

Figura 10. Fluxograma com os processos metodológicos realizados no estudo.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

3.1 MATERIAL

O material usado nesse estudo consiste em cobre refinado a fogo, foi fornecido pela empresa Mega Fios (Copperline) produtora de fios e cabos elétricos. Sendo disponibilizado na forma de tarugo de seção circular com diâmetro de 8 mm, conforme os requisitos da norma de tarugo de cobre para uso elétrico, correspondente a NBR 14733. Na tabela 2 é mostrado a composição química do material.

Tabela 2. Composição química do tarugo de cobre refinado a fogo (FRHC).

Elementos	Composição fornecida pela empresa (% em peso)
Cu	> 99,9
Pb	0.0395
Sn	0.0149
Fe	0.0008
Ni	0.0053
Te	0.0001
As	0.0002
Sb	0.0048
Ag	0.0058
S	0.0008
Se	0.0001
O	0.0250
Te Se Bi	0.0003

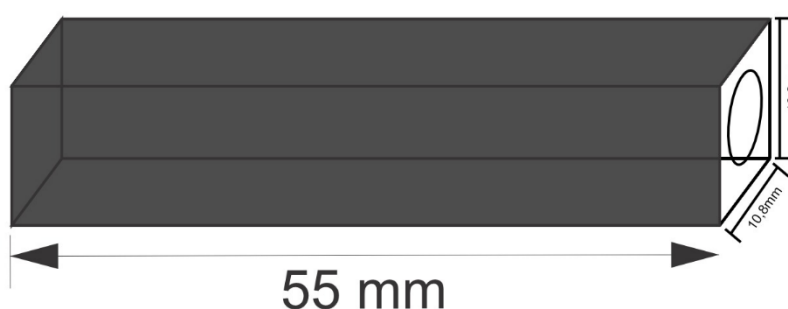
Fonte: IBRAME (2023).

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Confeção dos corpos de prova

A matriz de ECAP usada no processamento possui um canal de seção transversal quadrática em torno de 11 mm. Contudo, o material como recebido apresenta seção transversal circular e com área inferior ao canal da matriz. Para o processamento do cobre foi necessária uma adaptação dos corpos de prova para ter as dimensões adequada. Para isso, confeccionou revestimento de alumínio com dimensões (55 x 10.8 x 10.8 mm) contendo um orifício central para introduzir as amostras de cobre, conforme exposto na Figura 11. O revestimento foi confeccionado no laboratório de Usinagem do Instituto Federal do Piauí (IFPI).

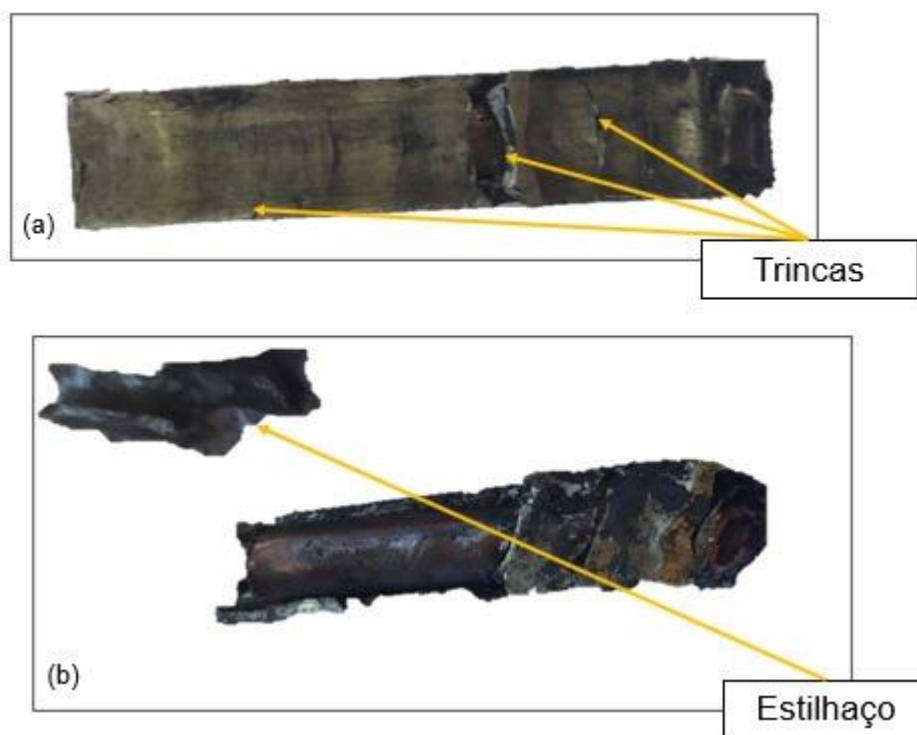
Figura 11. Desenho esquemático com a geometria, as dimensões e orifício do revestimento feito para o processamento ECAP.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Durante o processamento os revestimentos sofreram fraturas significativas a cada passes. No 1º passe (Figura 12a) o alumínio sofreu trincas, no 2º passe não suportando a deformação e ocasionando a fragmentação (Figura 12b). Após dois passes, grande parte do alumínio se despedaçou, causando inviabilidade de uma nova passagem. Assim, para os passes subsequentes 3 e 4 foram feitos novos revestimentos.

Figura 12. Revestimento após o processamento: (a) 1 passe, (b) 2 passes.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

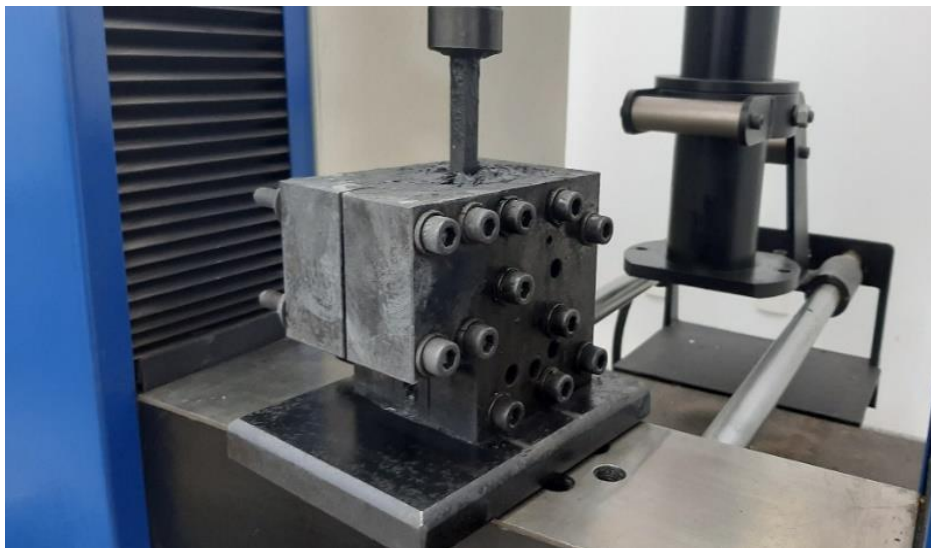
Quanto às trincas observadas no revestimento, é possível que estejam relacionadas ao espaçamento entre os dois materiais, mesmo que seja mínimo, é provável que tenha exercido alguma influência.

3.2.2 Processamento

O processamento do ECAP foi realizado no Laboratório de Ensaio Mecânicos do Departamento de Engenharia dos Materiais da Universidade Federal do Piauí (UFPI). Para os ensaios foi utilizado a máquina de ensaios DL 2000 EMIC Universal Testing Machine com carga máxima de 20 t/cm² e velocidade de travessão de 0,001

a 100 mm/min, com uma matriz punção e graxa lubrificante (MoS₂). O canal da matriz é feito de aço H13 com seção transversal quadrada com comprimento lateral de 11 mm, ângulos $\Phi = 110^\circ$ e $\psi = 80^\circ$ e punção de aço H13 (Figura 13).

Figura 13. Matriz ECAP e a punção.



Fonte: Elaborado pela autora (2023).

Antes da deformação, amostra e matriz de mesma secção transversal são bem lubrificadas e inserida no primeiro canal, em que é aplicada uma carga à punção para pressionar a amostra a fluir entre os canais de entrada e saída. As amostras foram processadas de 1 a 4 passes à temperatura ambiente pela rota B_C , a uma velocidade de 5 mm/min.

No intuito de padronizar a terminologia usada ao longo do estudo, facilitando a compreensão e análise dos resultados, a Tabela 3 sumariza as condições escolhidas.

Tabela 3. Nomenclatura das condições escolhidas.

Nº de Passes	Condições
-	C-0X
1	C-1X
2	C-2X
3	C-3X
4	C-4X

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Para análise subsequente, foram investigados a evolução microestrutural e a textura cristalográfica, incluindo, dessa forma, características microestruturais e estrutura cristalina.

3.3 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

Para preparação metalográfica foi feito a retirada do revestimento de alumínio, o corte transversal da amostra (com serra manual), embutimento, lixamento (P200, P320, P400, P600; P1200 e P2000), polimento (alumina 0,3 μm e 0,05 μm), e posteriormente o ataque químico, a fim de revelar a microestrutura. Os reagentes usados para o ataque são mostrados no Quadro 1.

Tabela 4. Composição dos reagentes usados para o ataque químico.

	Composição	Comentários
Ataque Químico	5 g de FeCl_3 + 10 ml de HCl + 100 ml de H_2O	O ataque foi feito por imersão durante 7 s.
	25 ml de H_2O_2 a 3% + 25 ml de NH_3 + 50 ml de H_2O	O ataque foi feito por imersão com tempo inconstante, com os grãos da microestrutura mal revelados.

Fonte: Elaborado pela autora (2024).

As análises microestruturais foram realizadas no microscópio ótico Carl Zeiss, modelo AxioCam ICc5 com câmera digital INSIZE, no Laboratório de Mecânica da Universidade Federal do Piauí (UFPI).

O tamanho médio de grão ($\bar{d}$) e o desvio padrão foram calculados utilizando o software ImageJ© usando o método do intercepto linear, conforme a ASTM E 112 (2005), com o uso da Equação 6,

$$\bar{d} = \frac{n \times L}{N \times M} \quad (6)$$

em que n é o número de linhas, L é o comprimento da linha (mm), N é o número de intersecções dos contornos de grão com as linhas e M é a ampliação usada na micrografia.

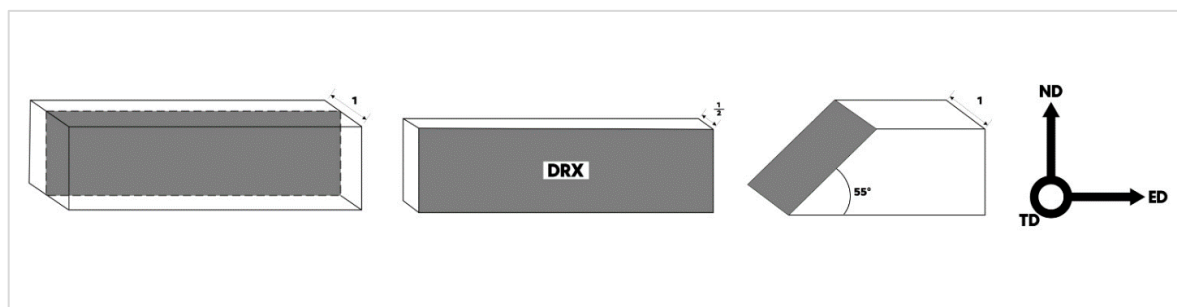
3.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)

As amostras foram cortadas longitudinalmente, lixadas e submetidas à análise de difração de raios X para determinação das fases. Para isso, foi utilizado um difratômetro de raios X (marca PHILIPS - modelo X'PERT), do Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) do Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais do Centro de Tecnologia da Universidade Federal do Ceará. O software de coleta de dados foi da PHILIPS - X'pert Data Collector, com a radiação $K\alpha$ de cobalto, ($\lambda_{CoK\alpha} = 1.789 \text{ \AA}$), tensão 40kV, corrente 45mA.

3.5 TEXTURA

A definição das texturas cristalográficas foi determinada pela medição direta das figuras de polos através da difração de raios-X. Com o intuito de avaliar a macrotextura cristalográfica do material processado por ECAP, foi verificada a seção longitudinal a meia espessura contendo a direção de extrusão (plano ED-ND), conforme representado na figura 14.

Figura 14. Desenho esquemático da região a meia espessura, em que é realizado a medição da macrotextura e a representação do sistema de referência externo com os eixos ED (direção de extrusão), ND (direção normal a extrusão) e TD (direção transversal a extrusão).



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

A preparação da superfície foi semelhante a preparação da análise da microestrutura. O processamento dos dados de textura e a construção das ODF'S foram realizados através do (software) ATex©.

A textura foi investigada através das figuras de polos (111), (200) e (220), com medidas no plano ED-ND até uma inclinação de 75°. As funções de distribuição de orientação (FDOC) foram calculadas utilizando o método de direto zero range (threshold de 5°), com notação de Bunge sem aplicar quaisquer restrições na simetria da amostra (simetria triclinica). E para a interpretação das ODF's usou-se Ábacos na notação Bunge.

3.6 MICRODUREZA VICKERS

O ensaio foi realizado no Laboratório de Microscopia Óptica do Instituto Federal do Piauí, com o equipamento microdurômetro da marca Shimadzu, modelo HMV.

As seções transversais das amostras foram analisadas como recebidas e submedidas por ECAP. Antes do teste, as amostras foram lixadas e polidas. Em cada amostra foi medido 3 pontos equidistantes, sendo que as medições foram feitas a cada 1 mm da borda da amostra na área central. A carga utilizada foi de 980,7mN (aproximadamente 100 gf), aplicada por 15 s.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção serão apresentados os resultados desse trabalho. Inicialmente, serão apresentados os dados referentes ao processamento via extrusão em canal angular. Posteriormente serão apresentados os resultados referentes a microscopia óptica e DRX. Por fim, a textura cristalográfica e os testes de microdureza superficial.

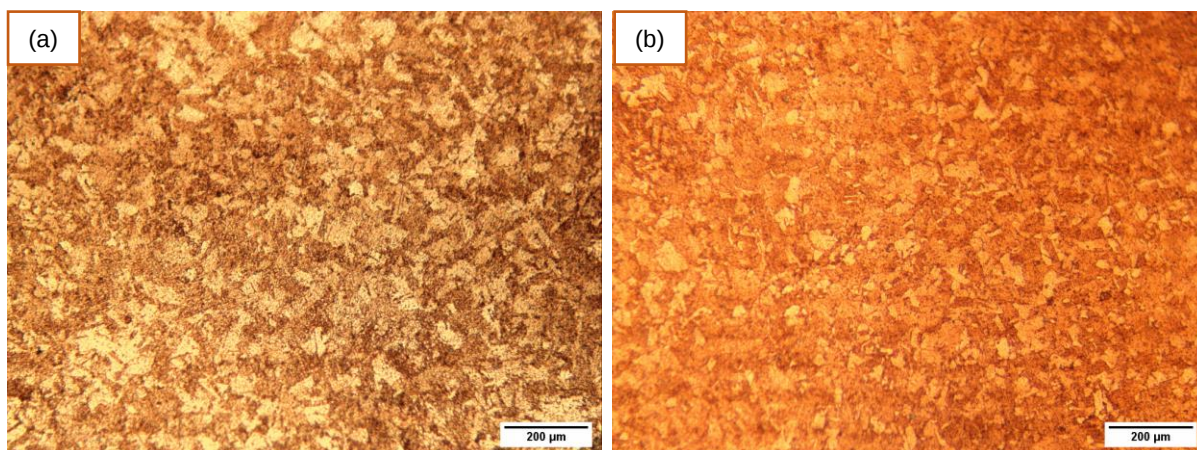
4.1 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

Serão descritos a análise microestrutural, por meio da microscopia ótica do Cu FRHC. A identificação das fases presente foi realizada através de difratograma de raios-X.

4.1.1 Revelação da Microestrutura

No ataque químico para revelação microestrutural foi testado dois tipos de reagentes. A princípio o reagente (25 ml de H_2O_2 a 3% + 25 ml de NH_3 + 50 ml de H_2O) mostrou-se ineficaz, pois não revelou adequadamente a microestrutura das amostras. Para as amostras C-0X e C-2X, foram utilizados tempos de ataque de 2 min e 4 min 30s, respectivamente, mesmo assim, as micrografias não mostraram uma revelação significativa dos grãos (Figura 15). Vale ressaltar, na literatura foram encontrados tempos de ataque em torno de 1min 30s.

Figura 15. Micrografias das amostras nas condições: (a) como recebida, (b) 2 passes.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

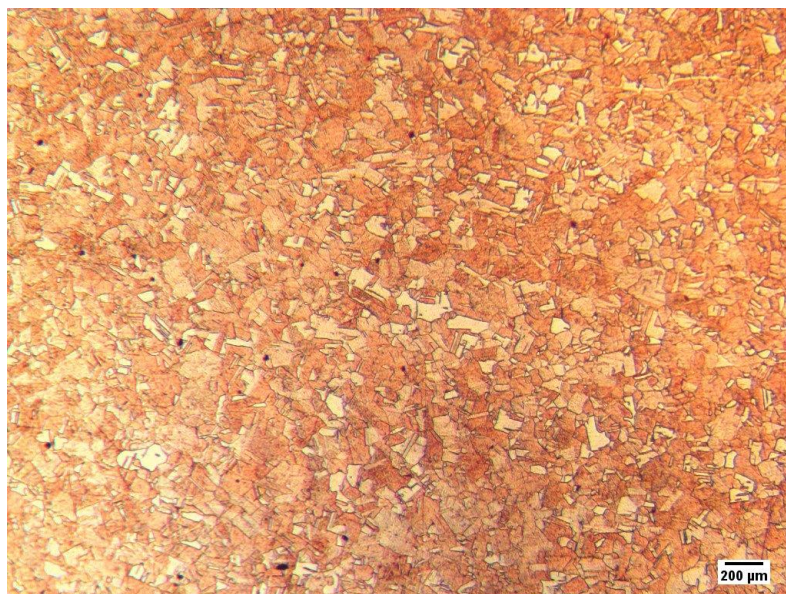
Quanto as outras condições de processamento C-1X; C-3X e C4X foram testadas até 15 min e não ocorreu a revelação dos grãos. Então, possivelmente o reagente aumentou sua densidade com o passar do tempo, consequentemente, diminuindo sua eficiência, visto que, desde sua preparação ao último teste, o reagente apresentou uma progressão no tempo de ataque. **Erro! A origem da referência não foi encontrada.**

Após tentativas sem sucesso de revelação da microestrutural, optou-se pela mudança do reagente, sendo assim, o ataque foi feito por imersão durante 7 s com o reagente (5 g de $FeCl_3$ + 10 ml de HCl + 100 ml de H_2O). Em todas as amostras houve a revelação dos grãos, como exibidos nas Figura 18 e 19.

4.1.2 Cobre Refinado a Fogo – Como Recebido

O cobre refinado a fogo foi concedido na forma de tarugo cilíndrico. Na Figura 16 é apresentado a micrografia da amostra de Cu FRHC como recebida.

Figura 16. Microestrutura do cobre refinado a fogo no estado como recebido a 200X.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

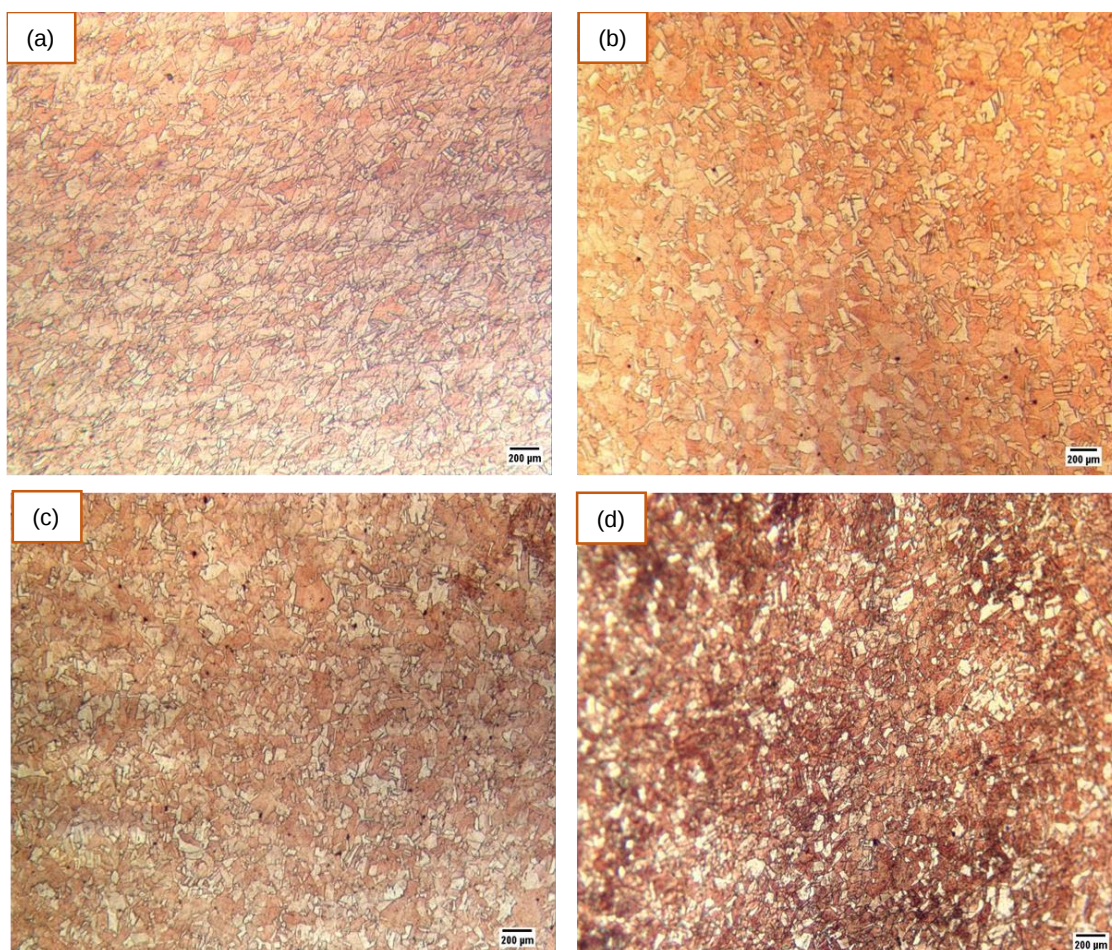
A micrografia exhibe uma estrutura granular com grãos de tamanhos variados, apresentando contornos nítidos e bem definidos. A maioria dos grãos apresenta uma microestrutura equiaxial recristalizada, distribuídos de forma homogênea. O tamanho médio dos grãos é de 50 µm com desvio padrão de 28,4 µm. Além disso, o material é

constituído por uma única fase α -Cu, com a presença de maclas mecânicas.

4.1.3 Influência do processamento ECAP

Os corpos de provas de Cu FRHC foram processados 1 a 4 passes a temperatura ambiente através da rota B_C , com velocidade de prensagem (5 mm/min). Os resultados da evolução microestrutural são exibidos na Figura 17.

Figura 17. Microestruturas óticas das amostras do cobre FRHC processadas por ECAP: (a) 1 passe, (b) 2 passes, (c) 3 passes, (d) 4 Passes.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Na micrografia de 1º passe (Figura 17a), pode-se observar o desenvolvimento de grãos alongados e um alinhados ao longo do plano de cisalhamento. Além disso, a microestrutura possui diferentes características em diferentes áreas, indicando uma heterogeneidade, o que significa que é composta por grãos de diferentes tamanhos, com um tamanho médio de aproximadamente 36,5 μm e desvio padrão 23,6 μm .

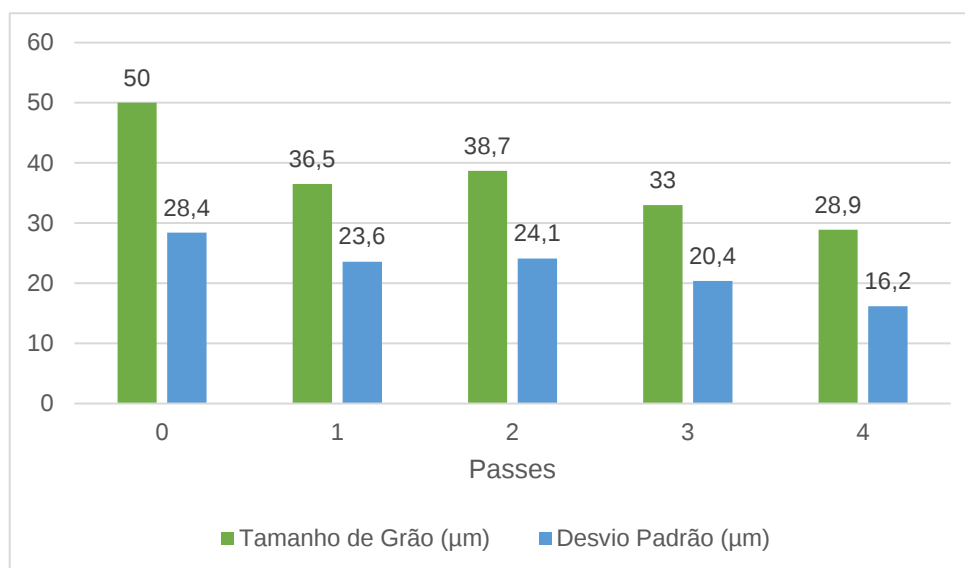
No 2º passe de deformação (Figura 17b), os grãos sofrem um pequeno crescimento em relação ao passe anterior de aproximadamente 6,03%, com valor médio do tamanho de grão ($\sim 38,7 \mu\text{m}$), sinais de recristalização dinâmica. Os grãos começam a regenerar e crescer em tamanho, substituídos por novos grãos com orientações aleatórias com diferentes tamanhos, alguns grosseiros ($\sim 155,5 \mu\text{m}$) e outros bem menores ($\sim 7,3 \mu\text{m}$). Corroborando com o estudo Higuera e Cabrera (2013), o processo de recristalização de um material deformado de fato envolve a nucleação e o crescimento de novos grãos não deformados na matriz deformada. Esses novos grãos são caracterizados pela formação e movimentação de contornos de grãos de alto ângulo. Isso implica em uma reorganização da estrutura cristalina, onde os grãos antigos deformados são substituídos por novos grãos com uma estrutura mais estável e menos deformada.

Após o 3º passe (Figura 17c), a microestrutura mostra uma redução adicional no tamanho de grão, mantendo características significativas do estado deformado anterior, principalmente a heterogeneidade. Os tamanhos médios dos grãos são reduzidos para $33 \mu\text{m}$, com um desvio padrão de $20,4 \mu\text{m}$. Além disso, observam-se contornos nítidos e bem definidos entre os grãos. Esse fenômeno sugere que o processo de deformação está refinando a estrutura de grãos de forma consistente, produzindo uma distribuição mais uniforme e melhorando a homogeneidade do material.

Na microestrutura de 4º passe (Figuras 17d) produziu-se um refinamento significativo dos grãos, com uma tendência de distribuição relativamente equiaxial. O tamanho médio de grão diminui para aproximadamente ($\sim 29 \mu\text{m}$) e desvio padrão $16,2 \mu\text{m}$. Apesar da variação nos tamanhos individuais, os grãos estão diminuindo de forma relativamente uniforme em todas as direções, o que pode ser atribuído à movimentação de contornos de grãos e redistribuição de energia dentro do material.

O tamanho médio dos grãos e o desvio padrão em função do número de passes por deformação ECAP é mostrado na Figura 18. Nota-se uma mudança significativa nos tamanhos de grão a cada passe de deformação. Antes da deformação, o material apresentava um tamanho médio de grão de $50,0 \mu\text{m}$, enquanto após a 4ª passagem esse valor diminuiu para $28,9 \mu\text{m}$. Esta redução no tamanho de grão indica que a rota Bc tende a produzir uma estrutura de grãos mais uniforme, como evidenciado pela redução do desvio padrão do tamanho de grão com o aumento do número de passes.

Figura 18. Tamanho médio de grãos e desvio padrão em função do número de passes de deformação.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

4.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX)

Os padrões de difração de raios X do cobre refinado a fogo antes e depois do processamento ECAP são mostradas na Figura 19. O difratograma do Cu FRHC mostra que consiste em uma única fase (α -Cu), com os picos dos planos (111), (200) e (220), caracterizam o cobre de estrutura CFC. Na condição como recebida (Cu FRHC-0X), as intensidades dos picos são moderadas, com grãos relativamente grandes e poucas discordâncias, indicando uma estrutura cristalina bem ordenada e com poucos defeitos.

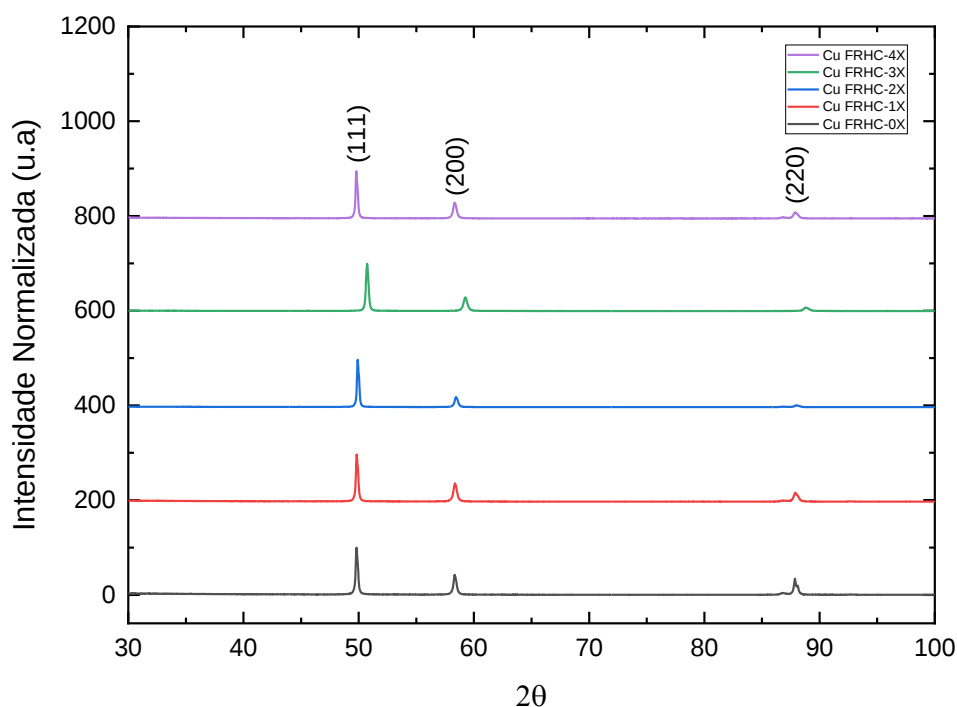
Em uma única passagem, observou-se um aumento na intensidade dos picos (111) e (200), enquanto o pico (220) diminuíram. Isso sugere que a deformação causada pelo processamento ECAP levou a mudanças na orientação cristalográfica do material. O aumento de intensidade dos picos pode indicar uma preferência na orientação desses planos e a diminuição pode ser devido a mudança na orientação ou no tamanho do cristalito.

Depois do 2º passe de deformação, houve uma diminuição na intensidade do pico (220), enquanto as intensidades dos picos (111) e (200) aumentaram. A diminuição pode indicar uma mudança na orientação ou uma redução no tamanho dos cristalitos nesse plano específico, enquanto o aumento nos outros picos pode refletir mudanças semelhantes nos planos associados.

O 3º passe ECAP resultaram em intensidades de picos menores, o que sugere um refinamento de grãos significativo e uma recristalização avançada. Ademais, a estrutura do cobre está se tornando mais fina e homogênea, com uma orientação preferencial bem desenvolvida dos grãos. Além disso, verificou um pequeno deslocamento dos picos, isso devido a deformação sofrida.

Após 4º passe, todos os picos de difração caíram significativamente em intensidade em relação à deformação do passe. Isso sugere que o material atingiu um estado de distribuição mais homogênea com aleatoriedade na orientação e uma redução no tamanho dos cristalitos devido à deformação repetida.

Figura 19. Difratoograma difração de raios-X das amostras de Cu FRHC como recebida e após o processamento ECAP.



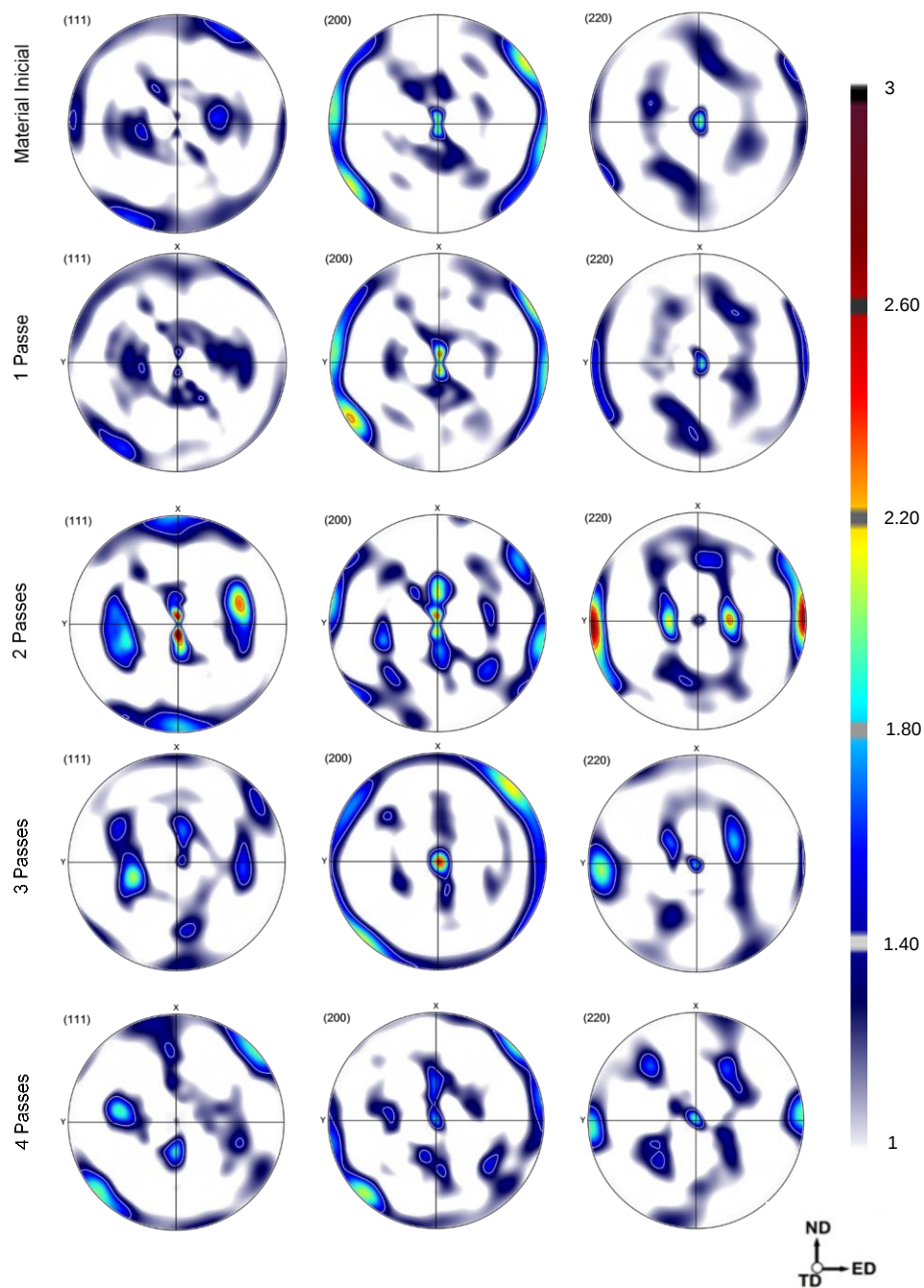
Fonte: Elaborado pela autora (2024).

As variações nos picos de difração observadas durante o processamento por ECAP são o resultado de uma série de mudanças microestruturais complexas que ocorrem devido à deformação imposta pelo processo. Essas mudanças podem estar relacionadas às flutuações na tensão de rede, ao tamanho do cristalito, à orientação cristalina ou à ativação de diferentes sistemas de escorregamento (GUO et al., 2019).

4.4 TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

A mensuração das texturas cristalográficas, as propriedades relacionadas ao Cu FRHC processado por ECAP e a influência do número de passagens na textura são apresentados na Figura 20.

Figura 20. Figuras de polo (111), (200) e (220) do cobre processado por ECAP pela rota B_c , amostras como recebida e para diferentes números de passes.

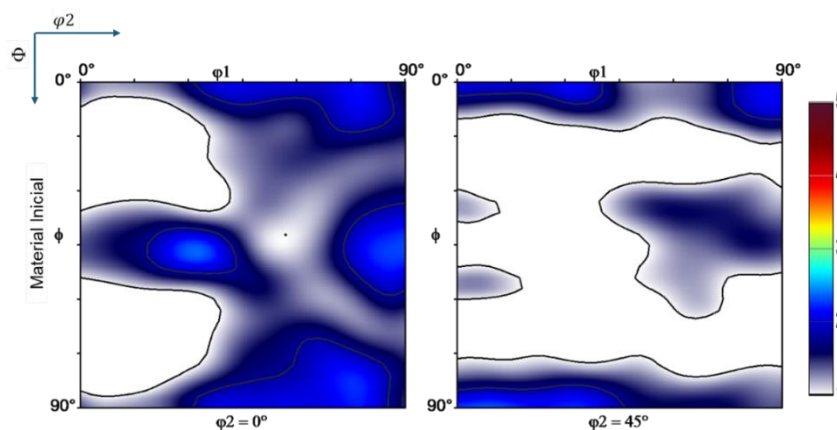


Fonte: Elaborado pela autora (2024).

Pode-se observar no polo (111), (200) e (220), o desenvolvimento de textura em relação a direção de extrusão com a sequência de passes de deformação. Para o polo (111), a orientação preferencial dos grãos normal à direção de extrusão, resultando em uma textura anisotropia. No polo (200), a uma orientação preferencial dos grãos perpendicular à direção de extrusão, resultando em uma textura mais homogênea e menos intensa. No polo (220), induziu uma orientação preferencial dos grãos paralela à direção de extrusão o que resultou em uma textura mais intensa nessa direção. Embora as figuras de polos forneçam uma representação útil da textura de um material, elas devem ser consideradas como uma parte de um conjunto de técnicas de caracterização utilizadas para uma compreensão completa da textura cristalográficas. Então, foram calculadas as ODF's, a partir das figuras de polo dos planos difratados, medidas na difração de raios-X e representadas nas seções $\phi_2=0^\circ$ e $\phi_2=45^\circ$, conforme mostrado nas Figura 23-24.

As ODF's do Cu FRHC antes do processo ECAP (Figura 21), nota-se para o $\phi_2 = 0^\circ$, os picos estão próximos ao meio e ao canto inferior direito do quadrado do ábaco de Bunge, correspondendo às direções $[3\bar{1}1]$, $[1\bar{2}0]$, $[0\bar{1}1]$ e $[103]$. Para $\phi_2 = 45^\circ$, as regiões de maior intensidade estão próximo aos cantos superior e inferior esquerdo do ábaco de Bunge, corresponde à direção e $[\bar{1}\bar{1}0]$ e $[1\bar{1}0]$. Vale destacar a presença das componentes de textura de recristalização Latão (011) $[3\bar{1}1]$, Cube (001) $[100]$ e Goss Rotated (112) $[110]$.

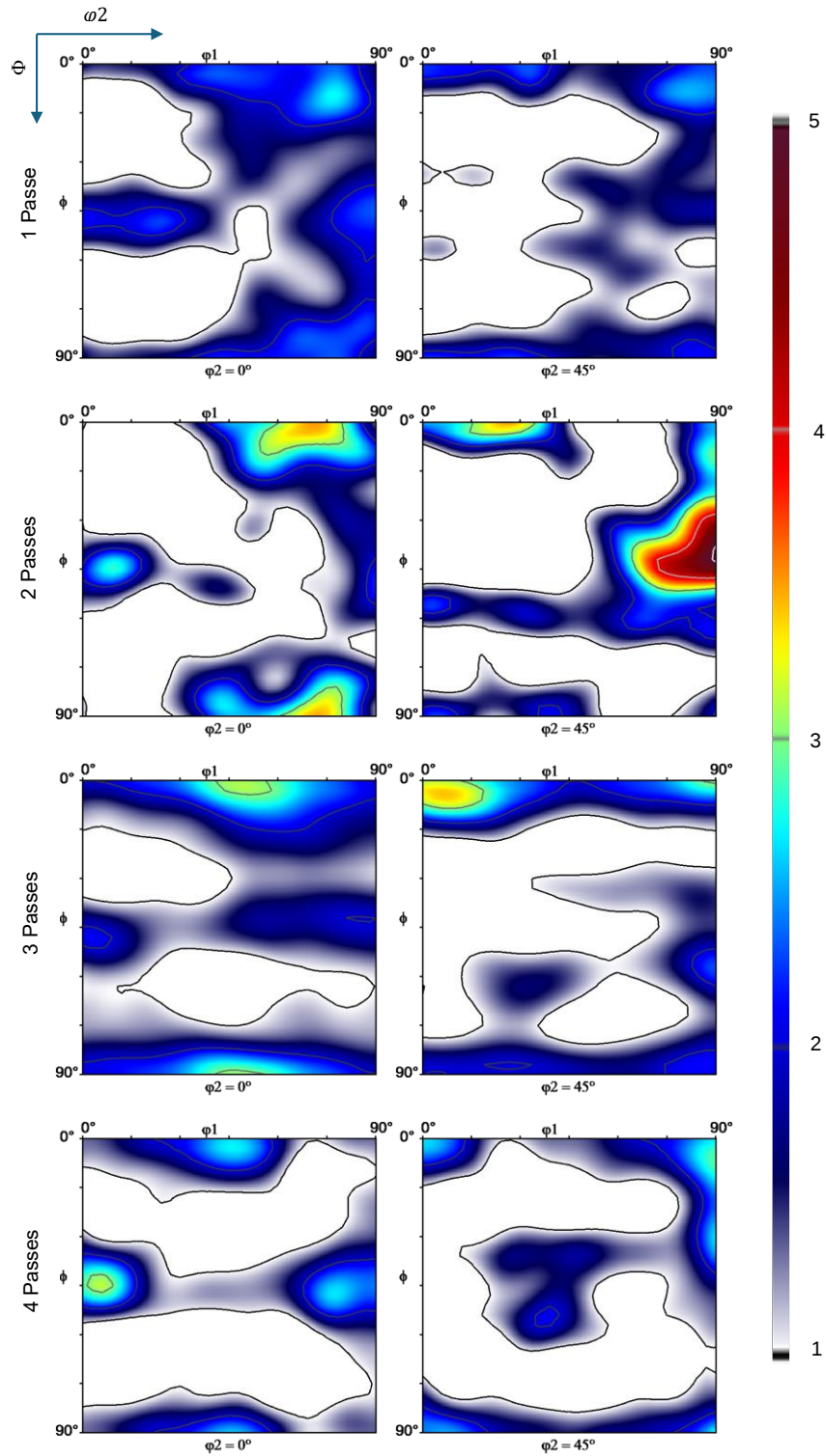
Figura 21. Seções $\phi_2 = 0^\circ$ e 45° da ODF's do Cu FRHC processado por ECAP na amostra como recebida.



Fone: Elaborado pela autora (2024).

Na figura 22 são mostradas as ODF's do Cu FRHC processado por ECAP em diferentes números de passes, representadas nas seções $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$.

Figura 24. Seções $\phi_2 = 0^\circ$ e 45° da ODF's do Cu FRHC processado por ECAP em diferentes números de passes.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

As ODF's demonstraram baixa intensidade, sugerindo uma textura fraca após primeira passagem, na seção $\varphi_2 = 45^\circ$, há a presença de uma fibra B, correspondendo ao plano (110) ||ED, composta pelo componente C (001) $[\bar{1}\bar{1}0]$ de intensidade 2.4 localizada $\varphi_1 = 45 - 85^\circ$, $\Phi = 0 - 10^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$. Também há a presença com menor intensidade dos componentes de textura Goss (110) [001] e Rotated Goss (110)[$\bar{1}\bar{1}0$]. No entanto, a localização mais intensa está na seção $\varphi_2 = 0^\circ$, em torno das posições $\varphi_1 = 75 - 90^\circ$ e $\Phi = 0 - 10^\circ$ e $\varphi_2 = 0^\circ$, com uma intensidade máxima de 3 e predominância componentes recristalização cube (001) [100]. Contudo, a distribuição é dispersa, indicando uma textura inicial fraca semelhante a $\varphi_2 = 45^\circ$.

Após 2 passes, houve um leve aumento a fibra B na seção $\varphi_2 = 45^\circ$, agora com intensidade 2.5. No entanto, verificou-se uma nova mudança nas orientações mais intensas, com a predominância da componente de textura Copper (112) $[\bar{1}\bar{1}1]$. Essas orientações foram observadas nas posições $\varphi_1 = 90^\circ$ e $\Phi = 30 - 45^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$, com intensidade 5.2. Na seção $\varphi_2 = 0^\circ$, as orientações mais intensas estão localizadas $\varphi_1 = 60 - 80^\circ$, $\Phi = \sim 5^\circ$ e $\varphi_2 = 0^\circ$ com intensidade 3.3.

No 3º passe de deformação, na seção $\varphi_2 = 0^\circ$, observa-se o início da distribuição e espalhamento mais uniformemente das áreas de intensidade de textura. Isso sugere que a textura está se estabilizando e que as orientações dos grãos estão se equilibrando, com intensidade mais expressiva localizada $\varphi_1 = 40 - 60^\circ$ e $\Phi = 0 - 10^\circ$ e $\varphi_2 = 0^\circ$ referente a textura cube. Na seção $\varphi_2 = 45^\circ$ as áreas de intensidade estão se estabilizando e se espalhando, indicando um equilíbrio nas orientações dos grãos, com intensidade 3.72 localizada nas posições $\varphi_1 = 0 - 20^\circ$ e $\Phi = 0 - 15^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$ correspondendo à componente Rotated cube.

A textura de 4º passe na seção $\varphi_2 = 0^\circ$, verifica-se uma textura estabilizada com áreas de alta intensidade de 3.5 corresponde à componente Latão na direção de cisalhamento uniformemente distribuídas, localizada aproximadamente em $\varphi_1 = 0 - 15^\circ$, $\Phi = 45^\circ$ e $\varphi_2 = 0^\circ$. Para a seção $\varphi_2 = 45^\circ$, ocorre um novo aumento na fibra B, agora com intensidade 3, localizada nas posições $\varphi_1 = 80 - 90^\circ$ e $\Phi = 0 - 40^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$. Além disso, pode-se verificar

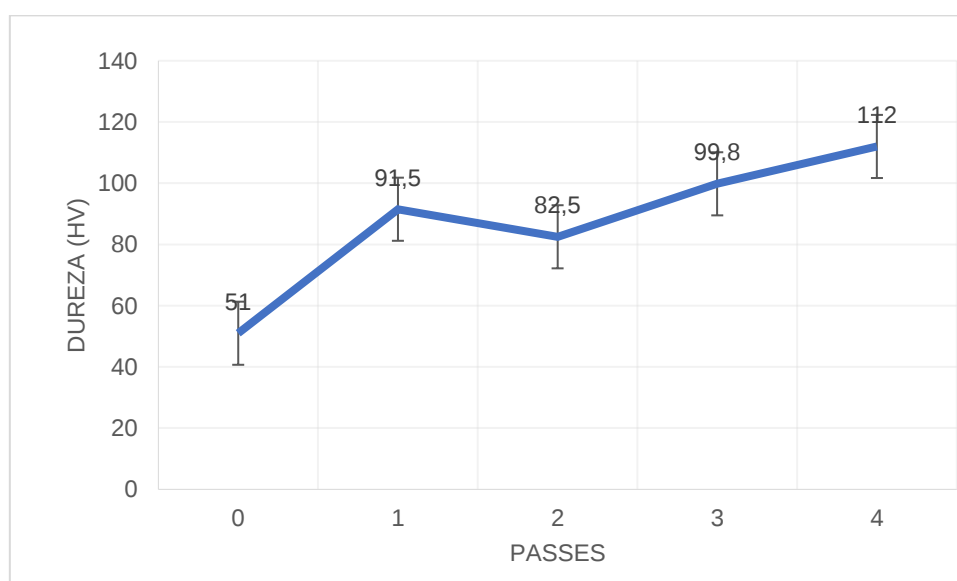
a presença com menor intensidade dos componentes de textura Goss, Rotated Cube e Rotated Goss, mas há também uma estabilidade nas orientações.

Esses resultados indicam uma evolução contínua na distribuição da textura e nas orientações cristalinas do material, sendo que, após os passes de deformação, verificou uma reorientação significativa dos grãos, formando texturas preferenciais que se estabilizam após múltiplas passagens.

4.5 MICRODUREZA VICKERS

Os resultados da microdureza Vickers do cobre refinado a fogo em diferentes passes do processamento por ECAP são mostrados na Figura 23, com a dureza inicial (amostra como recebida) para comparação.

Figura 23. Variação da microdureza com o número de passes ECAP.



Fonte: Elaborado pela autora (2024).

No 1º passe de deformação, a dureza aumentou significativamente em cerca de 47%. O rápido aumento na microdureza pode ser atribuído a redução do tamanho de grão e ao encruamento (introdução de discordâncias e defeitos durante a deformação). Resultados semelhantes foram encontrados por Huang et al. (2020) e Irfan et al. (2017), constataram que o aumento da dureza com o passe inicial está relacionado principalmente ao aumento do número de discordâncias e ao refinamento do grão.

Após o segundo passe, observou-se uma queda de 10% na dureza, possivelmente atribuída ao pequeno aumento no tamanho dos grãos. Esse fenômeno resulta em uma diminuição na densidade de contornos de grãos por unidade de volume, o que implica em menos obstáculos para o movimento de discordâncias. Consequentemente, isso pode levar a uma diminuição na resistência do material à deformação, refletida pela redução na dureza

O nível de dureza aumenta posteriormente nas passagens subsequentes 3° e 4° passes, atingindo um valor médio de 112 HV no 4° passe. Isso pode ser resultado do refinamento adicional da microestrutura, o aumento na densidade de discordâncias e endurecimento por encruamento devido à deformação.

5. CONCLUSÃO

Serão apresentadas algumas conclusões conforme os resultados e discussões apresentado nesse trabalho.

1. O processamento por ECAP em Cu FRHC pela rota B_c a temperatura ambiente apresenta um refinamento gradativo ao longo dos passes de deformação;
2. O cobre passa por um processo complexo de deformação e recristalização dinâmica 2º passe de deformação. Contudo, exibe uma evolução microestrutural nos passes subsequentes 3 e 4º passes. O 4º passe resultou em uma estrutura com distribuição equiaxial e um refinamento significativo dos grãos;
3. A textura cristalográfica do cobre FRHC evolui gradativamente até 4º passe. As ODF's sugerem forte presença da textura do tipo Goss e Rotated Cube na maioria dos passes;
4. A dureza aumentou significativamente com o aumento dos passes, a 4 passagem atingindo o valor de 112 HV. Contudo, ocorreu uma pequena redução no 2 passe. Além disso, observa uma relação direta entre o nível de dureza e o refinamento dos grãos.

O refinamento gradual dos grãos observado durante os passes de deformação por ECAP é crucial para a melhoria das propriedades mecânicas do cobre. O aumento significativo na dureza com o número de passes até o 4º passe indica uma melhoria na resistência mecânica do cobre. Quanto a presença de texturas específicas, como Goss e Rotated Cube, pode influenciar a condutividade elétrica e a resistência ao desgaste do cobre. Essas texturas podem afetar a forma como o cobre responde ao alongamento.

A evolução das texturas cristalográficas, como Goss e Rotated Cube, observar ao longo dos passes de deformação pode ter um efeito significativo sobre as propriedades elétricas do material. Essas texturas podem influenciar a mobilidade dos elétrons através dos grãos, impactando a condutividade elétrica. Por exemplo, uma textura Goss é frequentemente associada a uma alta anisotropia nas propriedades elétricas, o que pode resultar em variações na

condutividade dependendo da orientação do grão em relação ao fluxo de corrente elétrica. Os resultados do ECAP indicam que o processamento pode levar a um cobre com propriedades mecânicas aprimoradas, o que pode beneficiar a produção de fios e cabos elétricos, oferecendo maior resistência e durabilidade.

6. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

Para demonstrar que o estudo desenvolvido é contínuo e possui potencial para futuras pesquisas, sugere-se explorar alguns pontos adicionais.

- I. Analisar a resistência a partir do ensaio de tração do material processado por ECAP;
- II. Aplicar mais passes de deformação, possibilitando avaliar a evolução microestrutural, textura cristalográfica, dureza, resistência e condutividade após os progressivos passes de deformação;
- III. Averiguar o processo de introdução de discordâncias e defeitos durante a deformação;
- IV. Examinar as propriedades elétricas, a partir das medidas de condutividade elétrica e correlacionar com as propriedades mecânicas e microestruturais;
- V. Explore a possibilidade de utilizar métodos indiretos ou alternativos para avaliar a condutividade elétrica. Por exemplo, algumas técnicas podem inferir propriedades elétricas a partir de propriedades mecânicas e microestruturais conhecidas.

REFERÊNCIAS

AFSARI, A; RANAEI, M.A. **Equal Channel Angular Pressing to Produce Ultrafine Pure Copper with Excellent Electrical and Mechanical Properties.** J. Nanosci. Nanotechnol., Vol. 10, No. 4, Dec. 2014, pp. 215-222, 2014.

ALATEYAH, A. I. *et al.* **Experimental and Numerical Investigation of the ECAP Processed Copper: Microstructural Evolution, Crystallographic Texture and Hardness Homogeneity.** Metals, v. 11, n. 4, pág. 607, 2021.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO COBRE. **Anuário Brasileiro do Cobre.** São Paulo, dez. 2022.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DO COBRE. **Propriedades do cobre.** São Paulo, mar. 2021. Disponível em: <https://abccobre.org.br/propriedades-do-cobre/>. Acesso em: 02 jul. 2024.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 14733 – **Vergalhão de cobre para uso elétrico.** Rio de Janeiro, 2001.

ATRIBUTOS DO COBRE. **Associação Brasileira do Cobre.** Disponível em: <https://abccobre.org.br/atributos-do-cobre/>. Acesso em: 25 de março de 2024.

AYYAPPADAS, C. *et al.* **An investigation on the effect of sintering mode on various properties of copper-graphene metal matrix composite.** Advanced Powder Technology, v. 28, n. 7, p. 1760–1768, 2017.

AZUSHIMA, A.; KOPP, R.; KORHONEN, A. *et al.* Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. **CIRP Annals - Manufacturing Technology**, v. 57, n. 2, p. 716–735, 2008.

BARBOUR, R. **Determinação de impurezas em cobre eletrolítico por espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado.** Tese (Doutorado), Universidade Federal da Bahia – UFB, Salvador, Bahia, 2011.

BEAUSIR, B.; SUWAS, S.; TÓTH, L. S.; NEALE, K. W.; FUNDENBERGER, J. J. **Analysis of texture evolution in magnesium during equal channel angular extrusion.** Acta Materialia, v. 56, n. 2, p. 200–214, 2008.

BERNARDI, H. H. **Processamento e caracterização microestrutural de nióbio deformado plasticamente por extrusão em canal angular.** Tese de Doutorado — São Paulo, SP: Universidade de São Paulo (USP). Escola de Engenharia de Lorena, 17 abr. 2009.

BLUM, W.; DVOŘÁK, J.; KRÁL, P.; SKLENIČKA, V. **Dynamic grain coarsening in creep of pure Cu at 0.42T_m after predeformation by ECAP.** Mater. Sci. Eng. A (2018), 731, 520–529.

BUNGE, H.-J. Expansion of Orientation Distribution Functions in Series of Generalized Spherical Harmonics: Three-dimensional Textures. In: BUNGE, H.-

J. (Org.). **Texture Analysis in Materials Science**. Butterworth-Heinemann, 1982. p. 47–118.

CAMURRI, C. P; LÓPEZ, M. J; LEÓN, R. C. **Rheology and metal forming of fire-refined copper**. 47 (3-4), Department of Metallurgy, University of Concepción, Edmundo Larenas 270, Casilla 53-C, Concepción, Chile.

CALLISTER JR., W. D. **Materials science and engineering: an introduction**. 10. ed. New York: J. Wiley & Sons, 2020.

CALLISTER JR., W. D; RETHWISCH. D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. 9. ed. LTC __ Livros Técnicos e Científicos Editora, Rio de Janeiro, 2016.

CELEBI EFE, G. et al. An investigation of the effect of SiC particle size on Cu-SiC composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 43, n. 4, p. 1813–1822, (2012).

CIEMIOREK, M.; CHROMINSKI, W.; JASIŃSKI, C. et al. **Microstructural changes and formability of Al–Mg ultrafine-grained aluminum plates processed by multi-turn ECAP and upsetting**. Materials Science and Engineering: A Vol. 831,13. 2022.

COBRE COMERCIALMENTE PURO E COBRE LIGADO (SÉRIE C 1XX). **INFOMET**. Disponível em: <<https://www.infomet.com.br/site/metais-e-ligas-conteudo-ler.php?codAssunto=62>>; Acesso em: 04 de novembro de 2022.

COSTA, F. R. P. **Estudo do comportamento das ligas de alumínio 6351 e 7075 submetidas ao processo de extrusão em canal angular**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais). Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Instituto Federal do Piauí, Brasil.

CULLITY, B. D. **Elements of X-ray diffraction**. 2. ed. Indiana: Addison-Wesley Publishing Company, 1978.

DALY, R.; ZGHAL, S.; NJEH, N. **Effects of annealing on the microstructure and properties of Cu1copper processed by equal channel angular extrusion**, *Phys. Procedia*, (2009), No. 3, p. 677.

DOBATKIN, S.V.; SZPUNAR, J. A.; ZHILYAEV, A. P.; CHO, J.Y.; KUZNETSOV, A. A. **Effect of the route and strain of equal-channel angular pressing on structure and properties of oxygen-free copper**., 462(1-2), 132–138. (2007). doi:10.1016/j.msea.2006.04.156.

EBRAHIMI, M.; GODE, C. **Severely deformed copper by equal channel angular pressing**. *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.* 2017, 27, 244–250.

FARIAS, F. A. **Processamento de aço inoxidável dúplex por extrusão em canal angular**. Dissertação (Mestrado), Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2009.

- FURUNO, K.; AKAMATSU, H.; OH-ISHI, K. et al. **Microstructural development in equal-channel angular pressing using a 60° die**. Acta Materialia, Fukuoka, v. 52, n. 9, p. 2497-2507, 17 May 2004.
- GUO, T.; WEI, S.; WANG, C.; LI, Q.; JIA, Z. **Texture evolution and strengthening mechanism of single crystal copper during ECAP**. Materials Science & Engineering A 759 (2019) 97–104. doi:10.1016/j.msea.2019.05.042.
- HIGUERA, O. F.; CABRERA, J. **Texture analysis in ultrafine grained coppers processed by equal channel angular pressing**. Materials Research, SciELO Brasil, v. 16, p. 619–624, 2013.
- HIGUERA-COBOS, O. F.; CABRERA, J. M. **Evolução mecânica, microestrutural e elétrica do cobre comercialmente puro processado por extrusão angular de canais iguais**. Ciência e Engenharia de Materiais: A, 571(), 103–114, (2013). doi:10.1016/j.msea.2013.01.076
- HUANG, W. H.; YU, C. Y.; KAO, P. W.; CHANG, C. P. **The effect of strain path and temperature on the microstructure developed in copper processed by ECAE**, Mater. Sci. Eng. A, 366 (2004), No. 2, p. 221. DOI:10.1016/j.msea.2003.08.033.
- HUANG, R.; ZHU, D.; LIAO, X.; YAN, Q. **Effect of ecap process and subsequent annealing on microstructure and properties of Cu-0.25 wt% Se alloy**. Journal of Electronic Materials, Springer, v. 49, n. 4, p. 2617–2624, 2020.
- INSTITUTO BRASILEIRO DE MINERAÇÃO (IBRAM). **Informações e análises da economia mineral brasileira**. Disponível em: <http://www.ibram.org.br/sites/1300/1382/00002788.pdf>. Acesso em 01 de dezembro de 2022.
- IRFAN, O. M.; AL-MUFADI, F.; AL-SHATAIF, Y.; DJAVANROODI, F. **Effect of equalchannel angular pressing (ecap) on erosion-corrosion of pure copper**. Applied Sciences, Multidisciplinary Digital Publishing Institute, v. 7, n. 12, p. 1250, 2017.
- KAPOOR R. **“Severe Plastic Deformation Of materials”**, Materials Under Extreme Conditions, p. 717–754, (2017), <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-801300-7.00020-6>.
- KHABUSHAN, J.K., BONABI, S.B., **Investigating of the Microstructure and Mechanical Properties of Al-Based Composite Reinforced with Nano-Trioxide Tungsten via Accumulative Roll Bonding Process**, Open Journal of Metal, v.7, p.9-23, 2017.
- MAGALHAES, H. A. Y, et al. **Hardness and Texture of Electrolytic Copper Processed by ECAP at Cold and Warm Temperatures**. Vetor, Rio Grande, vol. 31, no. 2, pp. 74–87, (2021), doi: <https://doi.org/10.14295/vetor.v31i2.13743>.

MISHRA, A.; KAD, B.; GREGORI, F.; MEYERS, M. **Microstructural evolution in copper subjected to severe plastic deformation: Experiments and analysis**. *Acta Materialia*, 55(1), 13–28. (2007). doi:10.1016/j.actamat.2006.07.008.

MIYAJIMA, Y; OKUBO, S.; ABE, H., et al. **Dislocation density of pure copper processed by accumulative roll bonding and equal-channel angular pressing**. *Materials Characterization*, 104(), 101–106. (2015). doi:10.1016/j.matchar.2015.04.009

MOLODOVA, X, *et al.*, **Thermal stability of ECAP processed pure copper**. 460-461(none), 204–213, 2007. doi:10.1016/j.msea.2007.01.042.

National Institute for Occupational Safety and Health - NIOSH. **Copper and compounds**. Disponível em: <https://www.cdc.gov/niosh/npg/npgd0162.html>. Acesso em: 22 janeiro 2024.

NEMATI, J. *et al.* **Improvements in the microstructure and fatigue behavior of pure copper using equal channel angular extrusion**. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 21(6), 569–576, (2014), doi:10.1007/s12613-014-0943-4.

NETO BARROS, J.R. **Evolução da Microestrutura e da Textura Cristalográfica Durante a Etapa de Aquecimento do Recozimento de um Aço IF**. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais). Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, Ceará, 2013.

POPS, H. **Influence of oxygen in copper**. *Tech News Magazine*.; 5: 230-232. (2010).

RANDLE, V.; ENGLER, O. **Introduction to Texture: Analysis Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping**. Second ed. Boca Raton: CRC Press, 2000.

ROE, R-J. Description of Crystallite Orientation in Polycrystalline Materials. III. General Solution to Pole Figure Inversion. **Journal of Applied Physics**, v. 36, p. 2024, 1965.

ROODPOSHTI, P. S., *et al.* **Microstructural approach to equal channel angular processing of commercially pure titanium - A review**. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 25, n. 5, pp. 1353-1366, 2015.

SALEH, Joseph. World Intellectual Property Organization. **High Strength, High Conductivity Alloys and Electrical Cinductors Made Therefrom Field and Background of the Invention**. Int C22C 9/00 (2006.01) C22F 1/08 (2006.01). WO2012074572A1. 29 march 2011, 7 june 2012. WIPO/ PCT.

SILVA, I. A. **Mecanismo associados ao refino de grão em ligas de alumínio após processamento pela técnica de prensagem em canais equiangulares (PCE)**. Tese (Doutorado), Autarquia Associada à Universidade de São Paulo, Instituto de pesquisas energéticas e nucleares, São Paulo. 2020

SILVA, B. P.; QUINTÃO, V. M.; CARIA, M. F. In: **7º Seminário de trefilação: arames, barras e tubos de metais ferrosos e não ferrosos**: 2016, Rio de Janeiro. Anais. Rio de Janeiro: ABM Week, 2016, p.10-18.

SOUSA, T. G. DE; SORDI, V. L.; BRANDÃO, L. P. **Dislocation Density and Texture in Copper Deformed by Cold Rolling and Ecap**. *Materials Research*, 21(1), (2017). doi:10.1590/1980-5373-mr-2017-0515

SUWAS, S.; MONDAL, S. Texture Evolution in Severe Plastic Deformation Processes. **Materials Transactions**, v. 60, n. 8, p. 1457–1471, 2019.

SUWAS, S.; RAY, R. K., **Crystallographic Texture of Materials**. Springer, 2014.

SVERDRUP, H. U.; RAGNARSDOTTIR, K. V.; KOCA, D. **On modelling the global copper mining rates, market supply, copper price and the end of copper reserves**. *Resources, Conservation and Recycling*, 87(), 158–174. (2014). doi:10.1016/j.resconrec.2014.03.007

VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. **Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement**. *Progress in Materials Science*, 51(7), 881-981, (2006).

VALIEV, R. Z., MURASHKIN, M., GANEEV, A. V., **“Superstrength of nanostructured metals and alloys produced by severe plastic deformation”**, *Phys. Met. Metallography*, v. 113, n. 13, pp. 1193-1201, 2012.

VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Report of International NanoSPD Steering Committee and statistics on recent NanoSPD activities. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, v. 63, p. 12, (2014).

WANG, H.; BAN, C.; ZHAO, N.; ZHU, Q.; CUI, J. **Effective grain refinement of pure Cu processed by new route of equal channel angular pressing**. *Mater. Sci. Eng. A*. 751, 246–252, (2019).

ZHANG, M., LIU, L., LIANG, S. et al. **Evolution in Microstructures and Mechanical Properties of Pure Copper Subjected to Severe Plastic Deformation**. *Met. Mater. Int.* 26, 1585–1595 (2020).
<https://doi.org/10.1007/s12540-019-00395-z>.

ZHU, C.F.; DU, F.P.; JIAO, Q.Y. et al. **Microstructure and strength of pure Cu with large grains processed by equal channel angular pressing**. *Mater. Des.* (2013), 52, 23–29.

