



AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

ESTUDO DA EVOLUÇÃO DA TEXTURA, DA MICROTTEXTURA  
E DA MESOTEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO, APÓS BAIXOS  
GRAUS DE DEFORMAÇÃO A FRIO, EM DOIS AÇOS  
FERRITICOS COM BAIXO TEOR DE CARBONO

LIANA MARIA FERREZIM GUIMARÃES DE LIMA

Tese apresentada como parte dos  
requisitos para obtenção do Grau de  
Doutor em Ciências na Área de  
Tecnologia Nuclear - Materiais

Orientador:  
Dr. Angelo Fernando Padilha

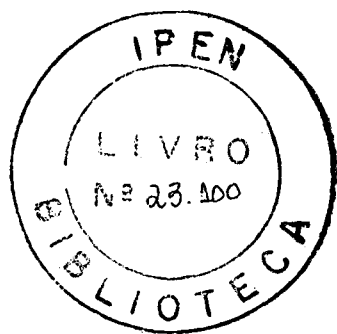
São Paulo  
2005

**INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES**

**Autarquia Associada à Universidade de São Paulo**

**ESTUDO DA EVOLUÇÃO DA TEXTURA,  
DA MICROTTEXTURA E DA MESOTEXTURA  
DE RECRISTALIZAÇÃO, APÓS BAIXOS GRAUS  
DE DEFORMAÇÃO A FRIO, EM DOIS AÇOS FERRÍTICOS  
COM BAIXO TEOR DE CARBONO**

**LIANA MARIA FERREZIM GUIMARÃES DE LIMA**



Tese apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Doutor em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear – Materiais.

**Orientador:  
Dr. Angelo Fernando Padilha**

**São Paulo  
2005**

*À minha filha Paula,  
pelo carinho e compreensão  
nos muitos momentos dedicados  
à realização deste trabalho.*

*Aos meus queridos pais,  
Benjamim e Maria Thereza,  
eternos responsáveis pela minha formação,  
exemplos de vida.*

*Ao Nelson,  
pelo brilhantismo, talento e companheirismo,  
mais uma vez,  
mais do que nunca.*

## AGRADECIMENTOS

Ao *Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares*, pela oportunidade de realizar este trabalho.

À *Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo*, pelo valioso auxílio financeiro a esta pesquisa.

Ao *Dr. Angelo Fernando Padilha*, um agradecimento especial, pela orientação, incentivo e confiança, sempre presentes em nossa amizade e convívio profissional.

Ao *Dr. Nelson Batista de Lima*, com minha admiração, pela competência e dedicação a este trabalho, a pessoa mais talentosa que jamais conheci.

Ao amigo *Dr. Antonio Augusto Couto*, por ter compartilhado as dificuldades e conquistas cotidianas desta pesquisa.

À *Dra. Dolores Ribeiro Ricci Lazar*, grande amiga e companheira, pelo auxílio prestimoso na passagem de obstáculos dessa caminhada.

À *Dra. Clarice Terui Kunioshi*, pelo excelente trabalho em microscopia eletrônica.

À *Engenheira Amanda Abati Aguiar*, pela preparação das amostras para microscopia óptica e microscopia eletrônica.

Aos amigos *Dr. Valter Ussui e Bel. Rafael Henrique Lazzari Garcia*, pelo pronto e gabaritado auxílio nas atividades cotidianas deste trabalho.

À *MSc. Ana Carolina Coutinho Rumbao*, a irmã que ganhei nos últimos anos, pelo apoio constante e pelos momentos de incentivo.

À *Dra. Emilia Satoshi Miyamaru Seo*, minha companheira de salas de pesquisa e de aulas, pelas palavras sempre positivas.

À *Bel. Odília Cordeiro Ribeiro*, grande amiga, pelo apoio e constante incentivo.

Ao *MSc. Antenor Ferreira Filho*, diretor da *Brasmetal Waelzholz Indústria e Comércio S.A.*, pelo processamento e fornecimento das amostras utilizadas neste trabalho.

Ao *MSc. Claudinei Ferreira*, pelo tratamento térmico das amostras utilizadas neste trabalho, realizado na *SEW do Brasil Motores-Redutores Ltda.*

Aos integrantes do grupo de Caracterização Microestrutural, em especial a *Nildemar Aparecido Messias Ferreira, Celso Vieira de Moraes e Rene Ramos de Oliveira*, pelo valioso auxílio em microscopia eletrônica e ao *Glauson Aparecido Ferreira Machado*, pela ajuda na preparação metalográfica das amostras.

Aos colegas dos Laboratórios de Caracterização Química, *MSc. Vera Lúcia Ribeiro Salvador, MSc. Marcos Antônio Scapin, Dr. José Oscar William Vega Bustillos, MSc. Sérgio Carvalho Moura*, pelas análises por fluorescência de raios X e por cromatografia gasosa.

À *MSc. Marjorie Löw*, pela ajuda no tratamento térmico das amostras utilizadas neste trabalho.

Aos integrantes do grupo que gerenciou o projeto temático FAPESP, "Otimização da microestrutura, da microtextura e da mesotextura de materiais ferrosos avançados", em especial ao *Dr. Angelo Fernando Padilha, Dr. André Paulo Tschiptschin, Dr. Cláudio Geraldo Schön, Dr. Hélio Goldenstein, Dr. Ivan Gilberto Sandoval Falleiros, Dr. Ronald Lesley Plaut, Dr. Nelson Batista de Lima e Dr. Fernando José Gomes Landgraf*, pelo apoio técnico-científico e pelas facilidades de infraestrutura e disponibilidade de equipamentos necessários à execução deste trabalho.

Aos amigos sempre presentes no dia-a-dia e no "chá das cinco", Dolores, Carol, Odília, Ana Helena, Emília, Valter, Teo e Marco, pelos momentos de relaxamento, sem os quais não haveria tranquilidade para finalizar este trabalho.

Aos membros titulares e suplentes da banca examinadora, *Dr. Hugo Ricardo Zschommler Sandim (FAENQUIL), Dra. Andréa Madeira Kliauga (UFSCAR), Dr. Ronald Lesley Plaut (EPUSP), Dr. Kengo Imakuma (IPEN), Dr. Francisco Ambrósio Filho (IPEN) e Dr. Sergio Tonini Button (UNICAMP)*, por terem dedicado parte do seu tempo para avaliação desta tese.

A todos os colegas e amigos do CCTM, pelo carinho e companheirismo em todos esses anos de convivência, fundamentais para o êxito deste trabalho.

*"A natureza ama esconder-se"*

*Heráclito*

**ESTUDO DA EVOLUÇÃO DA TEXTURA, DA MICROTTEXTURA  
E DA MESOTEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO, APÓS BAIXOS GRAUS  
DE DEFORMAÇÃO A FRIO, EM DOIS AÇOS FERRÍTICOS COM BAIXO TEOR  
DE CARBONO**

**Liana Maria Ferezim Guimarães de Lima**

**RESUMO**

Foram estudadas as evoluções da microestrutura, da macrottextura, da microtextura e da mesotextura durante o recozimento a 760°C após laminação de acabamento (9% de redução em espessura) de dois aços baixo carbono de grão não orientado: um deles contendo 2% em peso de silício e o outro, um aço convencional ABNT 1006. As técnicas experimentais utilizadas foram microscopia óptica e eletrônica de varredura (para estudos da microestrutura), difração de raios X (para estudos da macrottextura) e difração de elétrons retroespalhados (para estudos da microtextura e da mesotextura). Foram realizadas também experiências *in-situ* nos aços contendo 2% em peso de silício. Os resultados mostram que a microestrutura de grãos grosseiros, obtida após recozimento para ambos os aços, é produzida por mecanismo de recristalização que avança da superfície para o interior da chapa. Para o aço com 2% de silício, o início deste processo é retardado pela presença do silício que impede o movimento das discordâncias, enquanto que para o aço ABNT 1006, o crescimento exagerado de grão é retardado pela competição entre recuperação e recristalização.

**EVOLUTION OF TEXTURE, MICROT texture AND MESOT texture  
OF RECRYSTALLIZATION AFTER TEMPER ROLLING OR SKIN-PASS  
IN TWO LOW-CARBON FERRITIC STEELS**

**Liana Maria Ferezim Guimarães de Lima**

**ABSTRACT**

Changes in microstructure, macrotexture, microtexture and mesot texture of two low-carbon non-oriented electrical steels, a steel sheet containing 2 wt. % Si and a ABNT 1006 steel, were studied during annealing at 760°C after temper rolling (9% thickness reduction). The experimental techniques used were optical microscopy, scanning electron microscopy (for macrotexture) and electron back scattered diffraction (for micro- and mesot texture). *In situ* experiments with the 2 wt. % Si steel were also carried out. The results showed that the coarse grained microstructure, obtained upon annealing the two steels, is produced by recrystallization mechanism that initiates at the surface and progresses through the sheet. In the silicon containing steel, the start of this process is delayed due to the presence of silicon which restricts the dislocation movement, and in the ABNT 1006 steel exaggerated grain growth is retarded by competition between recovery and recrystallization.

## SUMÁRIO

	Página
<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
<b>2. OBJETIVOS.....</b>	<b>6</b>
<b>3. REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>7</b>
3.1 Considerações Gerais.....	7
3.2 Aços Utilizados em Dispositivos Elétricos.....	15
3.3 A Técnica da Difração de Raios X na Análise de Textura.....	23
3.4 A Técnica da Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD) na Análise de Textura.....	35
<b>4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....</b>	<b>46</b>
4.1 Materiais.....	46
4.2 Processamento dos Materiais.....	47
4.2.1 Materiais como Recebidos.....	47
4.2.2 Materiais Tratados Termicamente em Banho de Sal Fundido.....	49
4.2.3 Materiais Tratados Termicamente sob Atmosfera Controlada.....	49
4.3 Técnicas Experimentais.....	50
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>52</b>
5.1 Resultados Obtidos por Microscopia Óptica.....	52
5.2 Resultados Obtidos por Difração de Raios X.....	56
5.3 Resultados Obtidos por Difração de Elétrons Retroespalhados.....	61
5.3.1 Resultados Obtidos por Difração de Elétrons Retroespalhados para o Aço 2% Si.....	62
5.3.2 Resultados Obtidos por Difração de Elétrons Retroespalhados para o Aço ABNT 1006.....	82
5.4 Experiências in-situ.....	98
<b>6. CONCLUSÕES.....</b>	<b>105</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>107</b>

## 1. INTRODUÇÃO

Os aços baixo carbono apresentam, dentre todos os materiais metálicos produzidos comercialmente, os valores mais elevados de tonelagem produzida e de faturamento. Embora grande parte de sua produção seja usada em aplicações simples, sua tecnologia de processamento e suas propriedades têm passado por um contínuo processo de aperfeiçoamento e evolução. Eles são produzidos e utilizados predominantemente na forma de chapas. As usinas siderúrgicas produzem chapas largas, com espessura por volta de 10 mm, que são fornecidas como bobinas para as empresas relaminadoras. Nas empresas relaminadoras, essas chapas são então cortadas, decapadas e relaminadas a frio para espessuras da ordem de 1 mm. As chapas são fornecidas pelas relaminadoras para o mercado consumidor no estado recozido ou, dependendo da aplicação, com pequenos graus de redução a frio. Se a chapa, com pequenos graus de redução, for recozida, uma microestrutura com grãos grosseiros poderá se formar (Cahn, 1999; Humphreys & Hatherly, 1996), o que pode ser desejável ou indesejável, dependendo da aplicação. Dois grandes mercados consumidores dessas chapas relaminadas são os das aplicações que envolvem estampagem profunda e os que fabricam dispositivos elétricos. Nos dois casos, a orientação preferencial ou textura cristalográfica desempenha um papel decisivo.

No caso dos aços baixo carbono para fins eletromagnéticos ou aços elétricos, utilizados principalmente em motores elétricos e transformadores, deseja-se uma microestrutura de grãos grosseiros e favoravelmente orientados para diminuir as perdas e aumentar a eficiência do motor. Para essas aplicações, a chapa é fornecida pela empresa relaminadora com reduções em espessura na faixa de 6 a 10 %. O ciclo térmico final, para ocorrência de decarbonetação e o aparecimento de grãos grandes, é habitualmente realizado na empresa fabricante de motores.

O rendimento energético desses equipamentos elétricos depende da permeabilidade e das perdas magnéticas devido à dissipação de energia associada à corrente alternada. O tamanho de grão tem um efeito muito forte nas perdas magnéticas. Quanto maior o tamanho de grão, menor a parcela histerética das perdas, mas cresce a parcela chamada

anômala, fazendo com que exista um tamanho de grão ótimo, entre 100 e 150  $\mu\text{m}$  (Shimanaka et al., 1982).

A orientação cristalográfica dos aços elétricos afeta o desempenho desses equipamentos, devido à forte anisotropia das propriedades magnéticas. É muito mais fácil magnetizar o ferro na direção  $\langle 001 \rangle$  do que em qualquer outra direção, pois o eixo de magnetização espontânea dos cristais de Fe- $\alpha$  está na direção  $\langle 001 \rangle$ .

Os aços para transformadores são conhecidos como *aços elétricos de grão orientado* e são obtidos por um processo que gera uma textura cristalográfica muito intensa em aços siliciosos, a textura  $(110)\langle 001 \rangle$ , também conhecida como orientação Goss. Nesta textura existe, apenas, a direção  $\langle 100 \rangle$  paralela à direção de laminação, o que conduz a propriedades magnéticas muito boas na direção de laminação e ruins nas outras direções, incluindo a direção transversal. Portanto, o corte e a montagem das chapas num transformador devem ser projetados para que o fluxo magnético seja conduzido paralelamente à direção de laminação das chapas. Já, a adição de silício, em até 3,5% aos aços baixo carbono, tem o efeito benéfico de aumentar a resistividade elétrica, mas com sensível aumento no custo de produção.

Os motores elétricos, por outro lado, são máquinas nas quais o campo magnético é aplicado paralelamente à superfície da chapa, mas mudando continuamente de direção. Esses aços são conhecidos como *aços elétricos de grão não-orientado*. A nomenclatura, entretanto, é errônea pois, na verdade, esses aços também apresentam textura. De acordo com a anisotropia de propriedades magnéticas em função das diferentes direções cristalográficas, a textura final e ideal desejada é, neste caso, a  $\{100\}\langle 0vw \rangle$ , ou seja, todos os grãos com planos  $\{100\}$  paralelos à superfície da chapa e direções  $\langle 100 \rangle$  dispostas aleatoriamente em todas as direções no plano da chapa. Entretanto, os aços hoje disponíveis não possuem esta textura, pois ainda não foi descoberto um processo comercial que produza a textura ideal. Muitas vezes, observam-se aços elétricos de grão não-orientado com um componente Goss pronunciado (Campos et al., 1997), pois essa orientação tem, pelo menos, uma direção de fácil magnetização paralela à superfície da lâmina.

A consciência mundial da necessidade de conservar energia torna o tema textura em aços elétricos ainda mais relevante, pois aproximadamente 50% da energia elétrica produzida, anualmente, é utilizada por motores de tração. Os principais fabricantes de motores elétricos têm pressionado as siderúrgicas para conseguir aços com melhor desempenho magnético e, assim, aumentar a eficiência dos motores. Os últimos anos do século XX assistiram a importantes avanços no condicionamento da textura dos aços elétricos de grão não-orientado (Landgraf et al., 2001).

Existem duas classes de aços elétricos de grão não-orientado: os aços semi-processados e os aços totalmente processados. Os aços de grão não-orientado totalmente processados têm sua textura final desenvolvida na própria usina siderúrgica, que entrega o material na condição recozida. Os aços semi-processados são fornecidos com um pequeno encruamento, suficiente para que o recozimento final, feito após o puncionamento do formato final da lâmina pelo usuário, leve ao tamanho ótimo de grão da ordem de 100 a 150  $\mu\text{m}$ . A textura final é produzida durante o último recozimento. No recozimento final ocorrem, também, outros fenômenos, como a descarbonetação e a eliminação de tensões residuais (Campos, 2000).

Neste trabalho, estudou-se duas composições distintas de aços baixo carbono de grão não-orientado semi-processados, isto é, os materiais foram fornecidos pela usina siderúrgica com um pequeno encruamento (laminação a frio com, aproximadamente, 9% de redução em espessura), sendo posteriormente recozidos a 760° C.

Entretanto, um grande problema que se apresenta é a ausência de modelamento da evolução das texturas de recristalização durante o recozimento de metais submetidos à baixa deformação. Em 1997, Doherty et al. publicaram um interessante artigo de revisão sobre recristalização de metais recozidos, entretanto, sem mencionar metais pouco deformados. Além disto, os modelos apresentados na literatura referem-se a materiais com estrutura cristalina CFC, como o alumínio (Hjelen et al., 1991; Engler et al., 1996), ou a aços utilizados para estampagem profunda (Hutchinson, 1984; Kiaiei et al., 1996; Réglé & Lanteri, 1998), ou a aços elétricos de grão orientado para os quais se estuda a recristalização secundária na tentativa de se entender o desenvolvimento da orientação Goss (Hayakawa & Szpunar, 1997; Hwang et al., 1997; Etter et al., 2002; Park & Szpunar,

2003), ou ainda, a outros materiais com estrutura CCC para os quais tenta-se desenvolver modelos para a textura de recristalização (Park et al., 1998a, 1998b).

De uma maneira geral, todos os trabalhos citados anteriormente, tratam do desenvolvimento da textura de recristalização durante o recozimento de materiais que sofreram alta deformação. Não foram encontrados trabalhos disponíveis na literatura que tratam do modelamento da textura de recristalização em materiais recozidos que sofreram baixo grau de redução, o que leva ao crescimento exagerado de grão, fenômeno utilizado para a produção de aços de grão não-orientado.

Além do mais, o estudo deste fenômeno mantém uma polêmica há sete décadas, gerada pela proposta da teoria da nucleação orientada, feita por Burgers e Louwse (1931). Essa discussão está focada nas teorias rivais da nucleação orientada e do crescimento orientado. A teoria da nucleação orientada supõe que ocorra, com frequência, a formação de núcleos com a mesma orientação cristalográfica da textura de recristalização, ou seja, os núcleos iniciais determinam a textura final do material. Já, a teoria do crescimento orientado supõe que ocorra a formação de núcleos com várias orientações, mas que, somente alguns núcleos, com orientações específicas em relação à matriz, crescem mais rapidamente, e portanto, dominam a textura de recristalização. Entretanto, os limitados conhecimentos científicos sobre a nucleação da recristalização e sobre o crescimento das regiões recristalizadas, associados à falta de clareza sobre os efeitos das heterogeneidades da deformação, ainda são uma grande barreira para o entendimento da evolução da textura na recristalização.

Adicionalmente, a distinção entre recristalização e crescimento de grão é apenas, aparentemente, um problema trivial. Embora muito se tenha avançado teórica e experimentalmente no entendimento dos dois fenômenos nos últimos 100 anos, alguns pontos controversos ainda carecem de esclarecimento, principalmente se o material é recozido após leve deformação a frio, como é o caso dos aços elétricos de grão não-orientado. Há muitas evidências experimentais em favor da ocorrência de crescimento anormal de grão ou recristalização secundária (Antonione et al., 1973; Antonione et al., 1977; Riontino et al., 1979, Randle & Brown, 1988; Randle, 1993a, 1993b; Cho et al., 2001; Koo et al., 2002; Cheong et al., 2003), mas não são consensuais. Existem trabalhos recentes (Humphreys & Hatherly, 1996; Murakami et al., 2004) que preferem interpretar o

fenômeno como recristalização. Portanto, qualquer tipo de evidência experimental a favor ou contra quaisquer das duas correntes de opinião (crescimento anormal de grão ou recristalização primária) é oportuna e necessária.

Como citado acima, a principal dificuldade para se estudar a eventual orientação preferencial e as relações de orientação (textura, microtextura e mesotextura) de grãos exageradamente grandes, sejam eles provenientes de recristalização ou de crescimento de grão (recristalização secundária), foi, até recentemente, experimental. A análise individual por difração de cada grão era realizada com a técnica de Laue, que permite a análise apenas de grãos maiores que 1 mm e um número relativamente pequeno de grãos pode ser analisado. Informações estatisticamente representativas sobre orientação preferencial de grãos (finos) eram, até recentemente, obtidas quase que exclusivamente com auxílio de difração de raios X ou de nêutrons. Por outro lado, a orientação de um número limitado de grãos pode ser obtida por difração de elétrons no microscópio eletrônico de transmissão. Neste caso, a microrregião analisada pode ser observada e fotografada. A difração de elétrons retroespalhados (“electron back scatter diffraction”; EBSD), no microscópio eletrônico de varredura foi aperfeiçoada na última década (Dingley & Randle, 1992; Randle, 1992; Randle, 1993; Dingley et al., 1995; Randle, 1996; Dingley & Field, 1997; Padilha, 2000) e se localiza entre os dois extremos: análise de dezenas de milhares de grãos por difração de raios X ou de nêutrons e a análise de dezenas de grãos por microscopia eletrônica de transmissão. Com auxílio de EBSD é possível não só determinar a orientação de cada grão individualmente (microtextura), como também a diferença de orientação entre cada grão e seus vizinhos (mesotextura). A técnica de EBSD tem se mostrado particularmente promissora nos estudos de recristalização e crescimento de grão (Humphreys & Ferry, 1997; Sandim et al., 2000; Padilha et al., 1999).

Finalmente, é importante frisar que o volume de estudos de textura de recozimento é muito maior para aços de grão orientado e para altos graus de redução a frio.

## 2. OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivo estudar o mecanismo responsável pelo aparecimento de granulação grosseira, assim como a textura resultante e as relações de orientação entre os grãos, de aços baixo carbono para a fabricação de motores elétricos.

Para isto foram escolhidas duas composições típicas de aços ferríticos sem precipitados, aços de grão não-orientado, que após tratamentos mecanotérmicos, sofreram baixo grau de redução a frio, em torno de 9%, e posterior recozimento. Neste processo, durante o recozimento, ocorre o aparecimento de grãos grandes com diâmetro médio de 300  $\mu\text{m}$ , aproximadamente, com conseqüente variação da textura do produto final.

Várias técnicas complementares de análise foram utilizadas, no entanto, duas têm uso destacado: determinação de microtextura e mesotextura, utilizando difração de elétrons retroespalhados (EBSD), como acessório do microscópio eletrônico de varredura, e determinação de textura (macrotextura) por difração de raios X, utilizando um difratômetro no qual está acoplado um goniômetro de textura. Quanto a este ponto, torna-se necessário destacar que a técnica de difração de elétrons retroespalhados, que permite observações com caráter inédito em relação às técnicas mais antigas, aumenta muito a capacidade de registro dos aspectos microestruturais citados, de grande importância tecnológica.

### 3. REVISÃO DA LITERATURA

#### 3.1 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Quando um material cristalino deformado é recozido, uma parte da energia armazenada devido à deformação é liberada, a altas taxas iniciais, por vários processos de recuperação. A recuperação inclui a migração de lacunas e de discordâncias, levando à aniquilação ou rearranjo de muitas delas. Se a temperatura de recozimento for suficientemente alta, a energia armazenada na deformação será liberada por migração de contornos de alto ângulo. Nesse processo, ou seja, na recristalização primária, o volume do material, com todas as suas imperfeições, é arrastado por contornos de alto ângulo, ocorrendo também uma grande mudança na orientação local. Os novos grãos recristalizados, que crescem sobre a matriz deformada, estão essencialmente livres de tensão. Geralmente, o crescimento desses grãos começa independentemente em diferentes sítios (núcleos) no material deformado. Portanto, seja um mono ou um policristal, a estrutura resultante da recristalização primária é, com raras exceções, policristalina. Texturas de recozimento resultantes da recuperação são essencialmente idênticas às correspondentes texturas de deformação. Por outro lado, as texturas de recozimento resultantes da recristalização sempre envolvem reorientação local, embora a textura de recristalização não difira necessariamente da orientação preferencial da matriz na qual os grãos recristalizados crescem.

Como a recristalização primária envolve núcleos e seu crescimento, é evidente que as orientações presentes em materiais completamente recristalizados requerem tanto a presença de núcleos nessas orientações quanto que eles cresçam, nas orientações em questão, sobre a matriz deformada durante o recozimento. Na busca pela origem das texturas de recristalização, a principal questão a ser respondida é: *ocorre, com frequência, a formação de núcleos com a mesma orientação cristalográfica da textura de recristalização, ou seja, são os núcleos iniciais que determinam a textura final do material (mecanismo da nucleação orientada) ou ocorre a formação de núcleos com várias orientações, mas somente alguns núcleos, com orientações específicas em relação à*

*matriz, crescem mais rapidamente, e portanto, dominam a textura de recristalização (mecanismo do crescimento orientado) (Beck, 1954).*

A questão da origem das texturas de recristalização durante o recozimento de um metal deformado tem sido matéria controversa nas últimas sete décadas, desde a proposta de nucleação orientada feita por Burgers e Louwse, em 1931. A discussão, portanto, sempre foi focada nas teorias rivais dos mecanismos da nucleação orientada e do crescimento orientado.

Na Oitava Conferência Internacional sobre Textura em Metais (ICOTOM 8), um painel especial foi montado para apresentar o estado atual desta controvérsia científica. O relatório (Doherty et al., 1997b) mostra que as opiniões parecem ter mudado muito pouco quando comparadas com aquelas da década de 1960 (Humphreys & Hatherly, 1996; Haeßner, 1978b). Recentemente, Park, Szpunar e co-autores (2002, 2003) publicaram artigo científico constatando que a mesma polêmica continua. As razões da quase ausência de progresso nesta área do conhecimento científico são facilmente identificadas e podem ser explicitadas como:

a) Experimentos de crescimento seletivo assim como experimentos com taxa de crescimento controlada, utilizando monocristais deformados, têm demonstrado claramente que a mobilidade do contorno de grão é sensível à relação de orientação entre o novo grão e a matriz deformada. Entretanto, a transformação da relação observada (mobilidade-orientação) para teoria, capaz de prever a evolução das texturas de recristalização de um metal policristalino deformado, sem ambigüidade, tornou-se uma tarefa difícil. A dificuldade reside na avaliação da interação entre os grãos e seus contornos, além de suas relações de orientação (Engler et al., 1996);

b) A idéia da nucleação orientada também necessita de suporte teórico e experimental. A natureza verdadeira do fenômeno da nucleação permanece ainda desconhecida e não se tem a avaliação da cinética desde o início da recristalização. Ainda falta um acompanhamento estatístico suficiente que sirva de base para esta teoria (Engler et al., 1996).

Uma vez que, durante todos esses anos, não tem sido possível o exame experimental direto da natureza da nucleação e do crescimento de grão, que ocorre durante o recozimento de um metal policristalino deformado, a alternativa encontrada pelos pesquisadores foi seguir a evolução das texturas de recristalização numa escala mais global. Para isto, utiliza-se a função distribuição de orientações (FDO), que trata os dados obtidos através das figuras de pólo geradas por difração de raios X, obtendo-se, então, as orientações cristalográficas preferenciais (macrot textura) do material estudado. Deste modo, uma quantidade enorme de valiosas considerações empíricas sobre a evolução das texturas de recristalização foi disponibilizada (Hutchinson, 1984; Ray et al., 1994; Engler et al., 1996; Doherty, 1997a, 1997b).

Entretanto, durante os últimos 25 anos, surgiu uma visão muito mais clara sobre a evolução microestrutural durante a deformação dos metais. No contexto da recristalização, a importância das heterogeneidades da deformação, com relação aos sítios que dão origem ao início da recristalização, está bem documentada (Kreisler & Doherty, 1978; Bay et al., 1992). A idéia de que as características da orientação desses sítios têm uma função importante na evolução da textura de recristalização é, agora, geralmente aceita. Mas, a questão fundamental relacionada ao mecanismo dominante, responsável pela origem das texturas de recristalização, ainda permanece parcialmente sem solução. Na realidade, não se distingue sequer se o fenômeno que ocorre em um material recozido submetido, anteriormente, a baixos graus de deformação a frio, é recristalização ou crescimento de grão.

A distinção entre recristalização e crescimento de grão é apenas aparentemente um problema trivial. Embora muito se tenha avançado teoricamente e experimentalmente no entendimento dos dois fenômenos nos últimos 100 anos, alguns pontos controversos ainda carecem de esclarecimento, principalmente se o material é recozido após leve deformação a frio, como é o caso dos aços elétricos de grão não-orientado. Em seguida faz-se uma breve resenha histórica visando explicitar estes pontos controversos.

Kalisher, em 1881, trabalhando com chapas de zinco, sugeriu que a deformação plástica "destruía a cristalinidade" do zinco, mas o recozimento posterior a restaurava. Nascia deste equívoco o termo "*recristalização*".

Stead, em 1898, afirmou que a recristalização se dá por nucleação e crescimento. Ewing e Rosenhain, em trabalhos publicados em 1899 e 1900, mencionaram que os polígonos (poliedros, em três dimensões) que aparecem na superfície polida e atacada de corpos de prova metalográficos são cristais. Entre outras coisas, eles concluíram que os metais deformam-se plasticamente por deslizamentos de seus planos cristalinos e que não perdem a cristalinidade durante a deformação.

Os estudos sobre recristalização foram se sucedendo, na década de 1920 apareceram as primeiras revisões bibliográficas (Carpenter & Elam, 1920; Czocharlski, 1927) e o volume de resultados e sua importância já são tais que o assunto “recristalização e crescimento de grão” é tratado em capítulo de livro (Jeffries & Archer, 1924). No início desta década, Alterthum (1922) publicou um trabalho conceitualmente muito importante, no qual ele afirmou que a recristalização e o crescimento de grãos têm potenciais termodinâmicos distintos. Deve-se lembrar que naquela época os fenômenos de recristalização e crescimento de grãos ainda não eram diferenciados.

No início dos anos 1950 já tinham sido propostos os dois primeiros modelos de “nucleação da recristalização”: por *crescimento de subgrão*, proposto independentemente por Beck (1949) e Cahn (1950); e por *migração de contorno de grão induzida por deformação* (“strain induced boundary migration”; SIBM), proposto por Beck e Sperry (1950). Segundo o modelo SIBM, um contorno de grão pré-existente antes da deformação migra em direção ao grão mais deformado. Como os gradientes de deformação entre grãos vizinhos são mais acentuados para baixos graus de deformação, este modelo é mais freqüentemente observado em materiais levemente deformados.

O conhecimento disponível até o início dos anos 50 foi sintetizado de maneira prática e objetiva por Burke e Turnbull, em 1952, na forma de 7 “*leis da recristalização*”. A primeira destas leis afirma que “para que a recristalização ocorra, é necessária uma deformação mínima”. Esta deformação mínima, potencial termodinâmico (“driving force”) para a recristalização deve compensar o aumento de energia livre de superfície devido ao aumento da área dos contornos de grãos durante a recristalização, seja pelo encurvamento de contornos pré-existentes (modelo SIBM) ou seja pela formação de novos contornos.

Segundo Haessner (1978), as principais mudanças microestruturais que ocorrem durante o recozimento de um metal encruado são: (1) reação entre defeitos puntiformes levando a uma diminuição da quantidade dos mesmos; (2) aniquilação de discordâncias de sinais opostos e encolhimento dos anéis de discordâncias; (3) rearranjo de discordâncias de modo a formar configurações de menor energia (por exemplo, contornos de baixo ângulo); (4) formação de contornos de alto ângulo; (5) absorção de defeitos puntiformes e discordâncias por contornos de alto ângulo em migração; e (6) redução da área total de contornos de grão. As modificações microestruturais (1), (2), (3) e (4) são classificadas como recuperação e as modificações (5) e (6) são classificadas como recristalização e crescimento de grão, respectivamente. Como a distribuição de defeitos cristalinos após a deformação é em geral muito heterogênea, cada micro-região do material pode passar pela seqüência de mudanças microestruturais mencionadas em momentos (tempos) diferentes. À propósito, a definição de recristalização proposta por Haessner e adotada neste trabalho está de acordo com a definição proposta por Doherty (2003):

*"I would describe recrystallization as the change in grain structure of material by application of thermal annealing to samples that had been plastic deformed so as to eliminate almost all the dislocations introduced by the deformation by means migration of high angle grain boundaries. This definition by including plastic deformation, removal of dislocations and migration of high angle grain boundaries covers almost all the major features of this process of changing the grain structure."*

Quando a recristalização se completa, a microestrutura de grãos recristalizados ainda não é a mais estável. A energia dos contornos passa atuar como potencial termodinâmico para o crescimento de grão de modo a diminuir o número de grãos por unidade de volume ou, em outras palavras, diminuir a área total desses contornos. Isto pode ocorrer de duas maneiras: *i*) contínua, isto é, com aumento contínuo do tamanho médio dos grãos; e *ii*) descontínua, com o crescimento acentuado de apenas alguns grãos. A primeira maneira é denominada *crescimento de grão* e a segunda é denominada *recristalização secundária* ou *crescimento anormal de grão* ("abnormal grain growth"). A migração de contornos de alto ângulo é o mecanismo fundamental durante a recristalização e o crescimento de grão, sendo que a principal diferença é o potencial termodinâmico envolvido nos dois fenômenos. O potencial termodinâmico para o crescimento de grão, seja ele do tipo contínuo (crescimento normal) ou descontínuo (recristalização secundária),

é a energia dos contornos de alto ângulo. O principal potencial termodinâmico para que a recristalização ocorra é a energia armazenada na deformação na forma de defeitos cristalinos, principalmente as discordâncias. Outra diferença importante entre a recristalização e o crescimento de grão é o sinal da curvatura do contorno de alto ângulo em migração. Além disto, como o potencial termodinâmico para a recristalização é pelo menos uma ordem de grandeza maior que o potencial termodinâmico para o crescimento de grão, a velocidade de migração dos contornos durante a recristalização é proporcionalmente mais alta.

Do exposto até aqui se pode ter a impressão que não existem mais dúvidas sobre a distinção entre recristalização e crescimento de grão, o que não é bem verdade, conforme será exposto em seguida.

A presença de grãos exageradamente grandes em metais e ligas que foram levemente deformados e posteriormente recozidos é freqüente. Isto tanto pode ocorrer em um aço ferrítico baixo carbono que sofreu uma leve redução no passe de acabamento ("skin pass") em laminação a frio, como em um metal ou liga que apresenta gradientes de deformação, por exemplo, abaixo de uma simples impressão de dureza (Schumann, 1980). Neste último caso, a região de grãos exageradamente grandes não aparece imediatamente abaixo da marca de dureza, mas sim a uma certa distância abaixo da mesma, sugerindo a existência de uma deformação crítica para a ocorrência do fenômeno. No início do século XX, este fenômeno foi muito utilizado para a obtenção de monocristais ("strain-anneal method"). Para isto, metais puros levemente deformados eram aquecidos sob gradiente de temperatura. Em 1999, Cahn publicou nesta revista uma revisão histórica sobre o uso de monocristais metálicos em pesquisa (Cahn, 1999), na qual descreve estes experimentos do começo do século XX e os interpreta como recristalização e não como crescimento anormal de grãos (recristalização secundária). É importante acentuar que gradientes de deformação e a existência de regiões levemente deformadas são freqüentes na manufatura de objetos metálicos, embora, na maioria dos casos, o material não seja posteriormente recozido.

No decorrer da década de 1970, Antonione (1973, 1977), Riontino (1979) e co-autores investigaram o efeito de pequenos graus de deformação a frio no tamanho de grão após o posterior recozimento de ferro puro. Amostras de ferro com pureza superior a

99,998 % e diâmetro médio de grão de 50  $\mu\text{m}$  foram deformadas de 2, 5 e 10% em tração na temperatura ambiente, e em seguida recozidas a 664, 680 e 690°C. Enquanto nas amostras não deformadas o crescimento de grão era contínuo ou normal, nas amostras pré-deformadas, após um certo período de incubação, apenas alguns poucos grãos cresciam abruptamente; crescimento anormal (“abnormal growth”) segundo os autores. O tempo de incubação e o diâmetro final máximo diminuíram com o aumento do grau de deformação. Efeito similar foi observado por Randle e Brown (1988) em um aço inoxidável austenítico do tipo Fe-20%Cr-25%Ni-Nb deformado em 2 e 7% por tração, que foi denominado pelos autores crescimento anômalo de grão induzido por deformação (“strain-enhanced anomalous grain growth”). Mais tarde, Randle (1993a) estudou o efeito da velocidade de aquecimento no crescimento anômalo de grão causado por 2% de deformação por compressão em níquel puro e concluiu que o aquecimento lento era mais eficiente para induzir o aparecimento dos grãos grandes do que o aquecimento rápido. Randle (1988, 1993a, 1993b) descreve o fenômeno como crescimento anormal de grão ou recristalização secundária e o atribui ao aumento da mobilidade dos contornos induzida por deformação. Mais recentemente, crescimento anormal de grãos induzido por baixos graus de deformação a frio foi detectado em cobre de alta pureza (Koo et al., 2002) deformado na faixa de 2 a 8% em compressão, em superliga à base níquel (Cho et al., 2001) deformada na faixa de 1 a 4% em compressão e em aço ferrítico de baixo teor de carbono contendo cerca de 1% de silício (Cheong et al., 2003) deformado até 10% de redução por laminação (“temper rolling”). Em geral, estes trabalhos (Randle & Brown, 1988; Randle, 1993a, 1993b; Cho et al., 2001; Koo et al., 2002; Cheong et al., 2003) consideram que pequenas deformações possibilitam a introdução de discordâncias (“extrinsic dislocations”) nos contornos de grãos, alterando a “estrutura” e a mobilidade dos mesmos. Segundo Koo e co-autores (2002), o nível de deformação crítica depende o tamanho de grão inicial e da temperatura de tratamento, mas situa-se entre 2 e 4% para a maioria dos metais. Na deformação crítica, apenas alguns contornos, os contornos facetados, são seletivamente distorcidos pelas “extrinsic dislocations”, aumentando suas mobilidades e induzindo o crescimento rápido de alguns poucos grãos. Para deformações maiores, mas ainda menores que a deformação crítica para ocorrência de recristalização, um número maior de contornos é ativado e o tamanho de grão resultante é menor. As evidências experimentais em favor da ocorrência de *crescimento anormal* ou *recristalização secundária* durante o recozimento após baixos graus de deformação são numerosas (Antonione et al., 1973; Antonione et al., 1977; Riontino et al., 1979, Randle & Brown, 1988; Randle, 1993a, 1993b; Cho et al.,

2001; Koo et al., 2002; Cheong et al., 2003), mas não são consensuais. Por exemplo, trabalho muito recente (Murakami et al., 2004) apresentado no principal congresso internacional da área de recristalização e crescimento de grão interpreta o efeito de pequenas deformações em aço elétrico de grão não orientado contendo 0,5% de silício em termos do mecanismo de recristalização por migração de contorno de grão induzida por deformação (“strain induced boundary migration”; SIBM). O livro texto mais recente e importante da área de recristalização e crescimento de grão também prefere interpretar este fenômeno em termos de recristalização (Humphreys & Hatherly, 1996).

No processamento de aços elétricos de grão não-orientado, para se obter o tamanho de grão adequado e a textura desejada, o processo final de fabricação das chapas inclui uma baixa redução a frio em espessura (2% a 10%) com posterior recozimento. Portanto, qualquer tipo de evidência experimental a favor ou contra quaisquer das duas correntes de opinião (crescimento anormal de grão ou recristalização primária) é oportuna e necessária.

Este fato demonstra, enfim, a necessidade de técnica experimental mais adequada para observação do fenômeno. Com a técnica que utiliza a difração de elétrons retroespalhados (EBSD) no microscópio eletrônico de varredura, a evolução da textura pode ser seguida localmente, isto é, grão a grão. Esta técnica abre a possibilidade do exame direto de ambos os aspectos, ou seja, da nucleação e do crescimento das texturas de recristalização, como pode ser verificado em algumas publicações recentes (Padilha et al., 1999; Doherty, 1997a; Doherty et al., 1997b; Engler, 2001).

O conhecimento dos principais mecanismos que controlam as texturas de recristalização é de fundamental importância para a produção de materiais cristalinos com a textura adequada em relação a sua aplicabilidade.

Nos aços baixo carbono para fins eletromagnéticos ou aços elétricos, o controle da textura é, também, muito importante, pois a orientação cristalográfica afeta o desempenho desses aços, devido à forte anisotropia das propriedades magnéticas. Os aços elétricos devem manter o fluxo magnético alternado em componentes elétricos como transformadores, motores e dínamos. Para que seja obtida a maior densidade de fluxo magnético em baixos campos, é necessário obter uma textura com alta fração da direção cristalográfica  $\langle 100 \rangle$ , paralela ao fluxo magnético. Texturas, bem conhecidas em aços

elétricos, são a textura Goss, obtida a partir do processamento de chapas de aços siliciosos, e a textura tipo cubo,  $\{011\}\langle 100\rangle$  e  $\{001\}\langle 100\rangle$ , respectivamente. A aplicação da primeira está restrita a transformadores e grandes geradores com núcleos segmentados, onde seções da chapa são arranjadas de forma que seja obtido o maior fluxo magnético unidirecional paralelo à direção de laminação  $\langle 100\rangle$ . Em motores e geradores de tamanhos pequenos e médios, devido, principalmente, à falta de conhecimento sobre o processamento adicionada aos altos custos para produção de chapas com textura tipo cubo, freqüentemente são utilizados aços elétricos de grão não-orientado, muito mais baratos. A permeabilidade nessas chapas é menor em comparação com chapas de aços texturados, mesmo considerando uma maior ou menor distribuição estatística de orientação. Deve-se lembrar, aqui, que a nomenclatura “aços de grão não-orientado” é errônea pois, na verdade, esses aços apresentam textura (Landgraf et al., 2001).

Por meio de um processo de produção contínuo, com duas etapas sucessivas de laminação a frio, é possível obter chapas de aços elétricos com intensa textura de recristalização  $\{001\}\langle 110\rangle$ , ou seja, tipo cubo rodado, após o tratamento final de recozimento. Para a formação desta textura, o mecanismo da recristalização durante o recozimento, entre e após as etapas de laminação a frio, é de suma importância. Isto porque durante o primeiro recozimento, uma textura de recristalização surge próxima a  $\{001\}\langle 110\rangle$ , tornando-se predominante durante o recozimento final, quando outros componentes desaparecem. Os custos de produção de tais chapas de aço são comparáveis com o de aços elétricos de grão não-orientado (De Boer et al., 1997).

Do exposto acima se pode concluir que, a partir do processamento de chapas de aços baixo carbono, obtêm-se componentes de textura que podem ser desejáveis ou indesejáveis. Portanto, percebe-se que a orientação preferencial ou textura desempenha um papel decisivo.

### **3.2 AÇOS UTILIZADOS EM DISPOSITIVOS ELÉTRICOS**

Como um aspecto da tendência mundial em torno do consumo de energia e da preservação do meio ambiente, a redução do consumo de energia elétrica se tornou um assunto crucial nos últimos anos. Aços para fins eletromagnéticos são utilizados, principalmente, como componentes de motores elétricos e em núcleos de transformadores.

O rendimento energético desses dispositivos elétricos depende da permeabilidade e das perdas magnéticas devido à dissipação de energia associada à excitação em corrente alternada. Portanto, há a necessidade de desenvolver, principalmente, aços elétricos com menores perdas magnéticas.

A orientação cristalográfica dos aços elétricos é determinante na diminuição das perdas devido à forte anisotropia das propriedades magnéticas. A Figura 3.2.1 mostra o efeito do ângulo entre a direção de aplicação do campo magnético e a direção de laminação do material nas propriedades magnéticas. As propriedades medidas foram as perdas totais (a 1,5T e 60Hz) e a permeabilidade  $B_{50}$ . Observa-se, aqui, que a propriedade  $B_{50}$  (valor da indução atingido com um campo magnético de 50 A/cm), que é uma entre as diversas maneiras de se exprimir a permeabilidade magnética, é uma propriedade que depende quase que exclusivamente da textura.

Os dados apresentados na Figura 3.2.1 demonstram a importância da orientação cristalográfica nas propriedades magnéticas. Tanto a variação das perdas como a variação de  $B_{50}$  em função do ângulo são direta consequência da presença de componentes de textura que geram anisotropia, em especial componentes Goss (110)[001], sempre observados na textura de recristalização de aços elétricos (Landgraf et al., 2001).

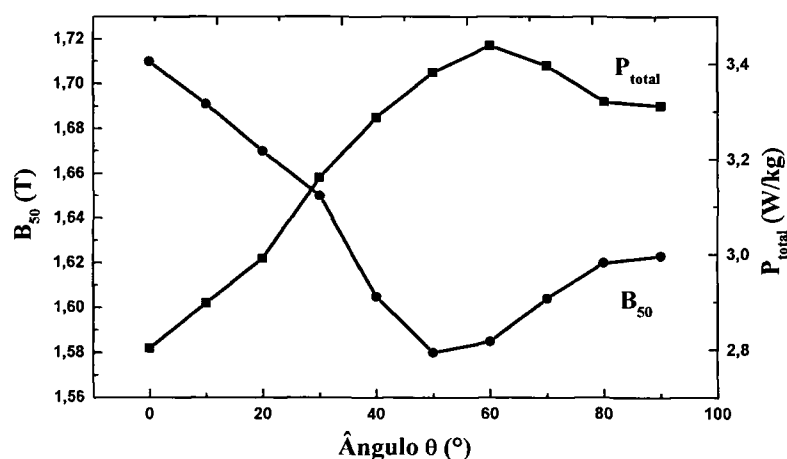


Figura 3.2.1: Efeito do ângulo entre a direção de aplicação do campo magnético e a direção de laminação de aço 3% Si na indução  $B_{50}$  e nas perdas magnéticas a (1,5T; 60Hz) (Landgraf et al., 2001).

Os aços elétricos são produzidos numa grande gama de composições químicas para atender a diferentes demandas de qualidade e custo. O teor de carbono deve estar abaixo de 0,003% em peso, sendo esta a tendência atual de produção, mas podem ser produzidos com carbono em torno de 0,06% em peso, se forem descarbonetados no recozimento final. A classe de menor custo possui silício na faixa de milésimos percentuais e alumínio da ordem de 0,04%. O efeito benéfico da adição de silício e alumínio, ou seja, aumentar a resistividade elétrica, faz com que esses elementos sejam usados em até 3,5% e 0,5%, respectivamente, mas com aumento sensível do custo (Landgraf et al., 2001). Essas diferentes composições fazem com que existam importantes diferenças quanto ao efeito do processamento na textura final. Shimanaka (1982) verificou que o aumento dos teores de alumínio até 1%, praticamente eliminou a indesejável fibra <111> e fortaleceu componentes próximos à orientação Goss em aços com 3% de silício. As impurezas, que formam inclusões de nitretos, sulfetos e óxidos, afetam nocivamente as propriedades magnéticas de forma direta e indireta devido ao seu efeito no tamanho de grão e na textura. A influência das inclusões nos aços de grão orientado é muito importante. O efeito nos aços de grão não-orientado é pequeno. A localização da deformação plástica em torno das inclusões torna essas regiões sítios privilegiados de nucleação, mas com orientação cristalográfica aleatória, ao passo que, a nucleação ocorrendo em regiões como bandas de deformação e contornos de grão, gera uma forte textura de recristalização, pois a nucleação possui uma relação de orientação com a matriz deformada. Só a precipitação de nitretos de alumínio, logo antes ou durante a recristalização, torna importante o efeito das inclusões na textura final do material.

A maioria das aplicações dos aços para fins eletromagnéticos utiliza chapas laminadas com espessura abaixo de 0,7 mm. São aços produzidos por lingotamento contínuo, seguido de laminação a quente, laminação a frio e recozimento.

O tamanho de grão e a textura final são gerados no último recozimento, resultado de recristalização e crescimento de grão. A textura da recristalização é determinada principalmente pelas orientações dos núcleos recristalizados, que crescem numa matriz formada por cristais deformados que sofreram rotações durante a laminação a frio. A textura da recristalização parece carregar uma herança da textura do material no estado anterior à laminação a frio, ou seja, a textura da bobina laminada a quente (Kubota et al.,

2000). Por isso, é necessário discutir todo o processamento dos aços elétricos para entender os fatores que controlam sua textura.

A laminação a quente tem por objetivo reduzir a espessura do material, que parte de uma placa de mais de 200 mm e produz uma chapa bobinada de 2 mm de espessura. A textura da bobina laminada a quente tem influência na textura final do aço (Kestens et al., 1996). Por outro lado, vários aspectos da microestrutura correspondente ao final da laminação a quente têm efeito importante na textura final, tais como o tamanho de grão e a distribuição do carbono e nitrogênio entre a solução sólida e os precipitados.

A textura de laminação a frio dos metais CCC é relativamente insensível ao material e parâmetros do processo, mas as heterogeneidades da deformação na laminação a frio têm grande efeito na textura de recristalização. Basicamente, a laminação a frio de chapas de aço reforça a fibra  $\langle 110 \rangle$  e a fibra  $\langle 111 \rangle$  (Hutchinson, 1999). Entretanto, a textura de recristalização nascerá de heterogeneidades dessa textura de laminação. Segundo a literatura, a permeabilidade magnética final dos aços varia bastante com o grau de redução a frio (Landgraf et al., 2001), conforme Figura 3.2.2. A permeabilidade cresce com reduções em espessura crescentes entre 30% e 75%, para cair rapidamente com reduções acima disso.

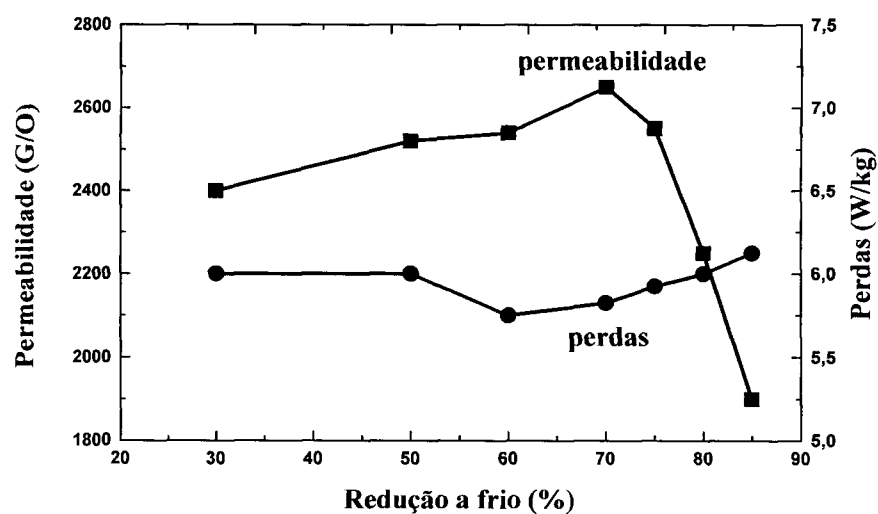


Figura 3.2.2: Efeito do grau de redução a frio na permeabilidade e perdas magnéticas após recozimento final (Landgraf et al., 2001).

A laminação de encruamento ou “skin pass” é aplicada em aços com o objetivo principal de condicionar a microestrutura para obter tamanho de grão da ordem de 100-300  $\mu\text{m}$  após o recozimento final. Para isso, aplica-se uma deformação de 4 a 10%. Segundo a literatura, para esse intervalo de grau de deformação, as discordâncias já estão formando emaranhados, mas ainda não se formaram as células de discordâncias (Astie et al., 1981). É importante observar que a expressão “skin pass” leva à idéia de que a deformação se concentra apenas na superfície da chapa laminada. As evidências de que, no recozimento posterior, a recristalização inicia-se um pouco mais cedo na superfície é sinal de que o encruamento deve ser um pouco maior na superfície, mas a diferença deve ser mínima. Na Figura 3.2.3 pode ser observado que mesmo uma deformação de apenas 0,5% penetra em toda a espessura da chapa. A variação da dureza HV (para carga de 50g) com o grau de deformação, em diferentes distâncias a partir da superfície da chapa é menor que a incerteza da medida, ou seja, está na faixa de 5 unidades Vickers. Após recozimento final, conforme está mostrado na Figura 3.2.4, observa-se que a permeabilidade sobe entre 4 e 8% de deformação e permanece num patamar acima dessa deformação.

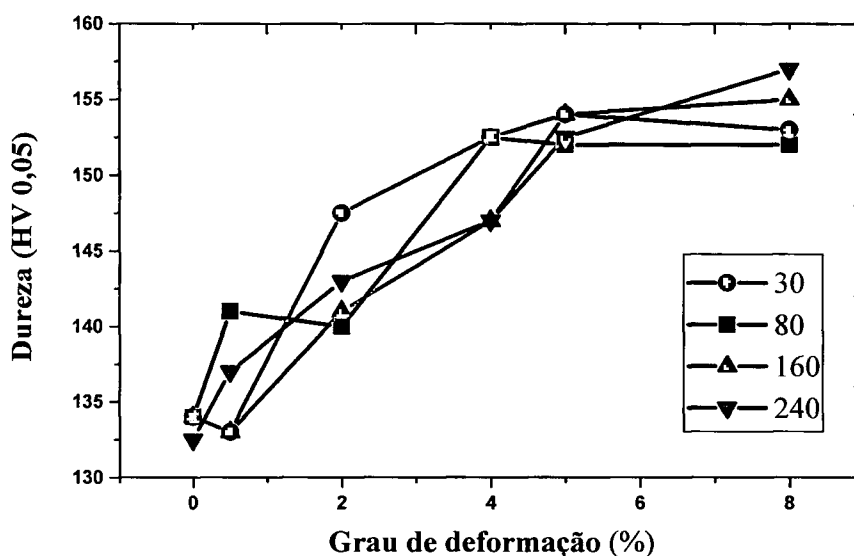


Figura 3.2.3: Efeito da intensidade da deformação na dureza de uma lâmina de aço 2,3% Si com espessura de 470  $\mu\text{m}$  a várias distâncias da superfície (30, 80, 160 e 240  $\mu\text{m}$ ) (Landgraf et al., 2001).

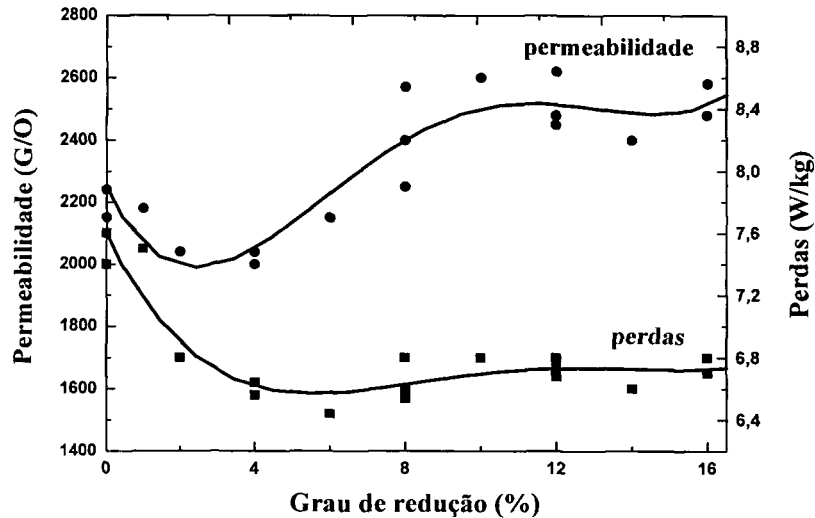


Figura 3.2.4: Efeito do grau de redução da laminação de encruamento na permeabilidade a 1,5T e nas perdas magnéticas (Landgraf et al., 2001).

O único motivo de se aplicar laminação de encruamento (“skin pass”) de 4 a 8% de alongamento nos aços elétricos é permitir a obtenção de tamanho de grão entre 100 e 150  $\mu\text{m}$  no recozimento final. O grau de deformação é a variável crítica que vai controlar o tamanho de grão final e a cinética do processo, como pode ser observado na Figura 3.2.5 (Ashbrook Jr. & Marder, 1985). A temperatura de recozimento não afeta o tamanho de grão final, mas afeta muito o tempo necessário para completar o fenômeno (Landgraf et al., 1996), que, em suas etapas intermediárias, mostra grãos grandes consumindo os grãos pequenos da matriz. Esse fenômeno é chamado de crescimento de grão (Castro et al., 2001), pois, enfim, o grão é pequeno no início e grande no final. Outros autores o chamam de crescimento anormal de grão ou recristalização secundária (Ashbrook Jr. & Marder, 1985), pois a microestrutura intermediária mostra grãos grandes crescendo sobre grãos pequenos. Existem ainda outros autores que o chamam de crescimento anormal de grão induzido pela deformação, reconhecendo a importância da deformação prévia (Randle, 1993a). E, por fim, há autores que seguem a tradição de Robert Mehl, que chama de recristalização primária (Stanley & Mehl, 1942).

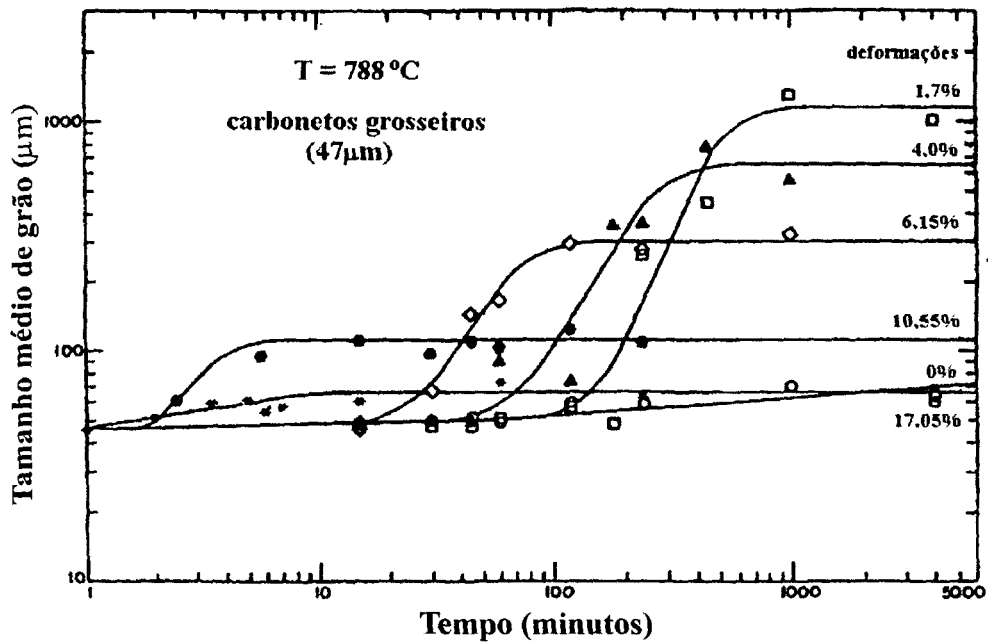


Figura 3.2.5: Efeito do grau de redução e do tempo de recozimento a 788°C no tamanho médio de grão (Ashbrook Jr. & Marder, 1985).

Os diferentes processos de recristalização e crescimento de grão são classificados conforme o potencial termodinâmico que origina o processo (Padilha & Siciliano, 1996). Se o potencial é a energia armazenada na deformação, o mecanismo é denominado recristalização primária. Se o potencial é a diminuição da energia de superfície, existem duas diferentes denominações, conforme a distribuição de tamanhos de grão durante o crescimento: crescimento normal de grão (distribuição normal de tamanhos de grão) ou crescimento anormal de grão (distribuição bimodal de tamanhos de grão), sendo este também chamado de recristalização secundária. Segundo as leis da recristalização primária (Padilha & Siciliano, 1996), quanto maior a deformação, menor o tamanho de grão final, exatamente como se observa nas Figuras 3.2.5 e 3.2.6. Isto porque, aumentando-se a energia armazenada na deformação, maior o número de núcleos de início de recristalização, maior o número de grãos recristalizados e menor o tamanho de grão final. Não há porque estranhar que pequenas deformações produzam um tamanho de grão final maior que o tamanho inicial (Stanley & Mehl, 1942).

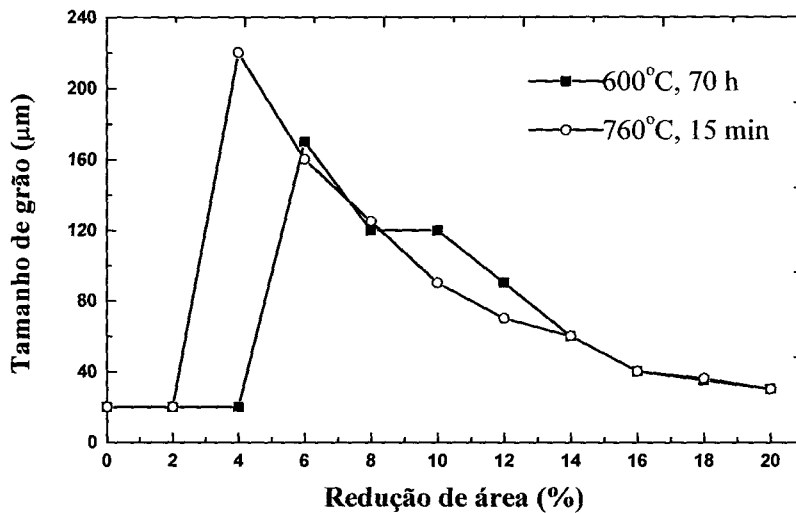


Figura 3.2.6: Efeito do grau de deformação no tamanho de grão de aços efervescentes após recozimentos a 600 e 760°C (Landgraf & Ferreira, 1996).

A evolução da textura na recristalização de recozimento após laminação de encruamento foi pouco investigada. Nos baixos graus de deformação, o mecanismo de migração dos contornos de grão induzido por deformação deve ter preponderância. A pequena deformação provocará mais deformação nos grãos de alto fator de Taylor, que seriam consumidos pelos grãos de menor fator de Taylor, ou seja, grãos com orientações com menor energia armazenada durante a deformação. Existem evidências de um aumento na componente Goss (Shimazu et al., 1994), que tem baixo fator de Taylor, mas, nesse caso, diminui a intensidade dos grãos  $\{001\}\langle 110\rangle$ , que também possuem baixo fator de Taylor. Entretanto, mantém-se forte a fibra  $\langle 111\rangle$ , de alto fator de Taylor, indicando que esse não é o mecanismo predominante.

A recristalização secundária ou crescimento anormal de grãos é um fenômeno raro nos aços de grão não-orientado, mas é o fenômeno principal de geração da forte textura Goss nos aços elétricos de grão orientado. Ocorre associado a um forte componente (111)[121] na recristalização primária, na presença de precipitados de MnS e, em certos casos, de AlN, que dificulta o crescimento normal de grão. Quando o aumento da temperatura no recozimento final leva à dissolução desses precipitados, uns poucos grãos de orientação Goss crescem à custa dos grãos do componente principal, levando a tamanho de grão final da ordem de vários milímetros e com forte textura Goss.

Uma das formas de se obter texturas particulares pela recristalização secundária, aproveita a forte interferência da interface metal-atmosfera, quando o tamanho de grão é próximo ao da espessura da chapa. O método de Assmus (1957) e colaboradores, para obter textura cubo-na-face por meio de recristalização secundária, baseia-se no princípio de que, a exposição de planos cristalinos de maior densidade atômica à atmosfera, minimiza a energia total do sistema. Entretanto, problemas operacionais dificultam a obtenção da desejável textura cubo-na-face por este método. Apesar disso, essa vertente continua sendo explorada. Krause e Popovic (1981), além de Nakano e colaboradores (1999), recozeram aço baixo carbono sob atmosfera de hidrogênio e obtiveram textura (001)[uvw].

### 3.3 A TÉCNICA DA DIFRAÇÃO DE RAIOS X NA ANÁLISE DE TEXTURA

No difratômetro de raios X, a análise de textura é realizada utilizando-se a geometria de Bragg-Bretano ou parafocal. A Figura 3.3.1 apresenta o esquema de posicionamento da amostra, no difratômetro de raios X, em relação ao feixe de raios X, onde estão especificados os ângulos  $\alpha$  e  $\beta$ .

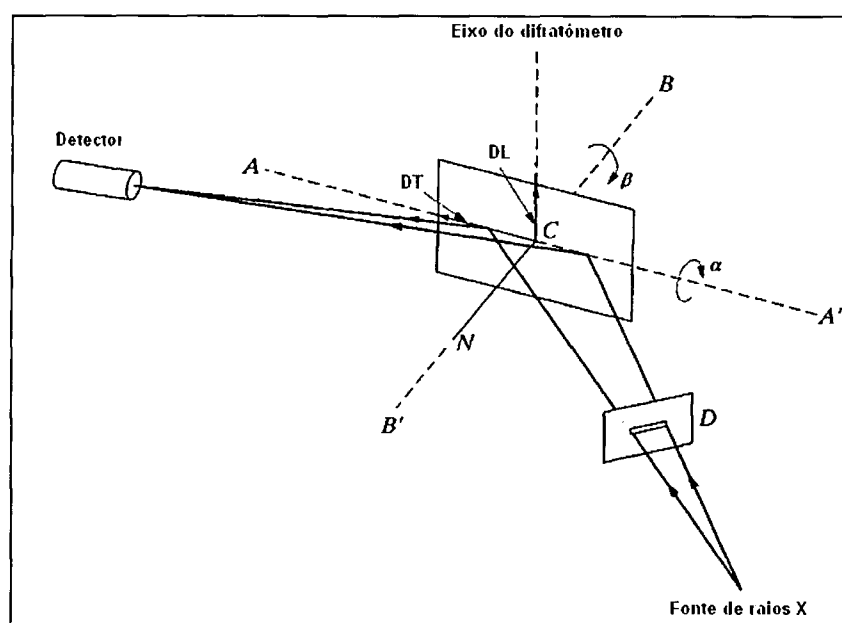


Figura 3.3.1: Esquema de posicionamento no difratômetro de raios X de uma amostra laminada, para coleta de dados para análise de textura (Cullity e Stock, 2001). As abreviações DL e DT significam direção de laminação e direção transversal à direção de laminação, respectivamente.

A análise utilizando o difratômetro de raios X apresenta as vantagens de que o fator de absorção é constante para a faixa de  $0^\circ$  a  $50^\circ$  (Cullity e Stock, 2001) e de que a intensidade é medida de forma quantitativa por um detector. Para a obtenção de uma figura de pólos completa é necessário realizar-se medidas por transmissão e por reflexão do feixe de raios X.

A medida por transmissão é realizada para a faixa de ângulo  $\alpha$  de  $50^\circ$  a  $90^\circ$  e a medida por reflexão para a faixa de  $0^\circ$  a  $50^\circ$ . Na medida por transmissão é necessário que a espessura da amostra seja transparente ao feixe de raios X. Isto implica na necessidade de um afinamento da amostra. Outro inconveniente nesta medida é a necessidade da correção da absorção devido à variação do volume do material difratante em função do ângulo  $\alpha$  e da variação da distância do feixe de raios X.

A medida por reflexão ou método de Schulz (Figura 3.3.1), que é utilizada no desenvolvimento deste trabalho, apresenta além da vantagem do fator de absorção poder ser considerado constante, também a de que a espessura da amostra é limitada somente pelo acessório de medida. Considerando-se estas vantagens, foram desenvolvidos métodos matemáticos que permitem a obtenção da figura de pólos completa, a partir dos dados experimentais obtidos pelo método da reflexão para a faixa de ângulo  $\alpha$  de  $0^\circ$  a  $75^\circ$ , chamada de figura de pólo incompleta (Lima et al., 1986; Bunge, 1982).

A desfocalização é um efeito instrumental que ocorre devido à diferença de área irradiada em função do ângulo  $\alpha$ . Para que as correções de desfocalização sejam feitas, as medidas devem ser realizadas em uma amostra isenta de orientação cristalográfica, na qual, teoricamente, a intensidade é constante, de maneira que variações no valor da intensidade em função do ângulo  $\alpha$  sejam decorrentes da variação da área iluminada em relação à geometria da medida.

Os dados experimentais obtidos são representados graficamente através da figura de pólos. Outras formas de representação da textura são a figura de pólos inversa e o espaço tridimensional de Euler, a partir dos resultados obtidos após o processamento dos dados.

A figura de pólos é uma projeção estereográfica que mostra a variação da intensidade difratada pelo plano cristalográfico em relação a um sistema de eixos relativo à amostra.

Na Figura 3.3.2 é mostrada a orientação da amostra em relação à esfera de referência e ao plano de projeção. A projeção estereográfica é a melhor forma de representar as relações angulares entre os planos do cristal, pois estas se mantêm constantes independentemente da distorção da área.

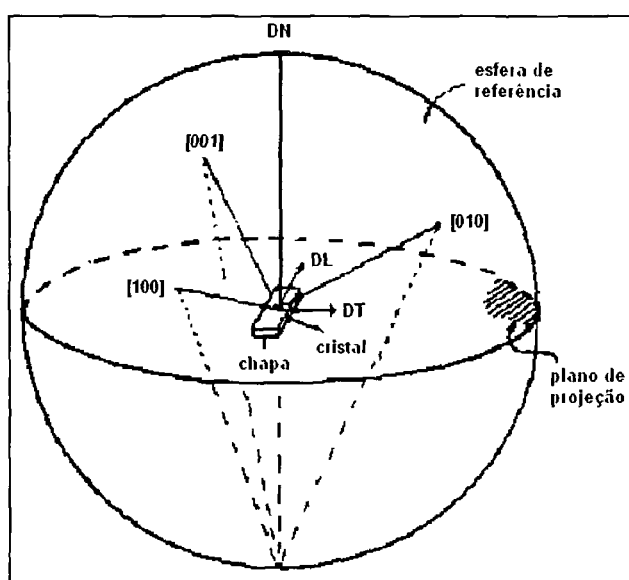


Figura 3.3.2: Posição da amostra (chapa laminada) em relação à esfera de referência e ao plano de projeção. As abreviações DL, DT e DN significam direção de laminação, direção transversal e direção normal à superfície da chapa.

Na Figura 3.3.3 é apresentada uma figura de pólos obtida a partir de dados experimentais representada na forma de curva de níveis. A localização dos pólos do plano medido e as simetrias entre os quadrantes da figura de pólos são conhecidas para determinados materiais em função do tipo de processamento ao qual o material foi submetido.

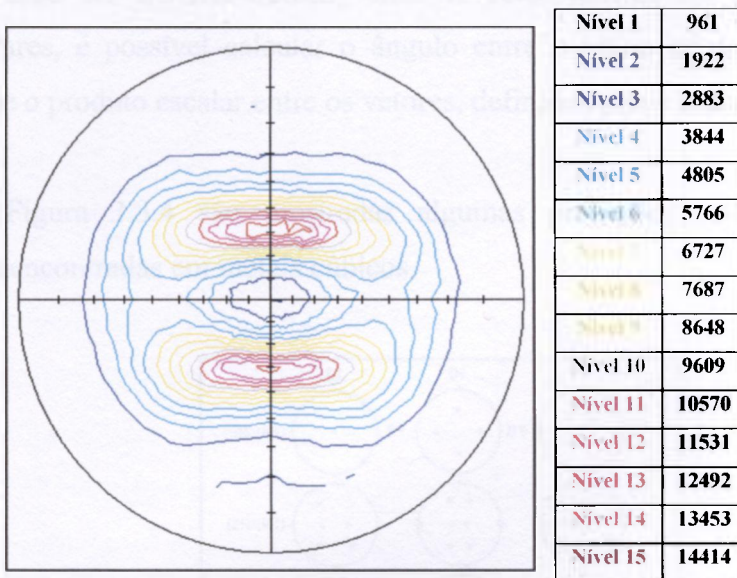


Figura 3.3.3: Figura de pólos (110) de uma chapa de aço baixo carbono contendo 2% em peso de silício, recozida a 760°C e, posteriormente, laminada a frio com redução de 8,6% em espessura.

A análise da figura de pólos consiste em determinar os planos cristalográficos predominantes paralelos à superfície da amostra e as respectivas direções cristalográficas paralelas à direção de laminação (DL) em função da posição dos pólos da reflexão medida.

A determinação da orientação cristalográfica dos pólos que aparecem na figura de pólos é feita medindo-se, com o auxílio da carta de Wulff, o ângulo entre o pólo (que representa a maior densidade de planos referentes à reflexão medida) e o centro da projeção (que representa a direção normal) e, também, entre o pólo e a direção de laminação. A medida dos ângulos entre os pólos permite determinar o conjunto de pólos com a mesma orientação cristalográfica. Finalmente, o índice referente à direção de laminação é obtido considerando-se que esta direção é perpendicular à direção normal à superfície e que deve satisfazer às relações angulares com os pólos presentes. A textura da amostra é denotada, por convenção, na forma  $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ . A notação  $\{hkl\}$  refere-se à família de planos que está paralela à superfície da chapa e  $\langle uvw \rangle$  refere-se à direção paralela à direção de laminação.

No caso do sistema cúbico, onde o vetor normal ao plano e o plano são perpendiculares, é possível calcular o ângulo entre o plano cristalográfico e a direção, utilizando-se o produto escalar entre os vetores, definidos pelos índices (hkl).

Na Figura 3.3.4 são mostradas algumas projeções padrão para orientações importantes encontradas em metais cúbicos.

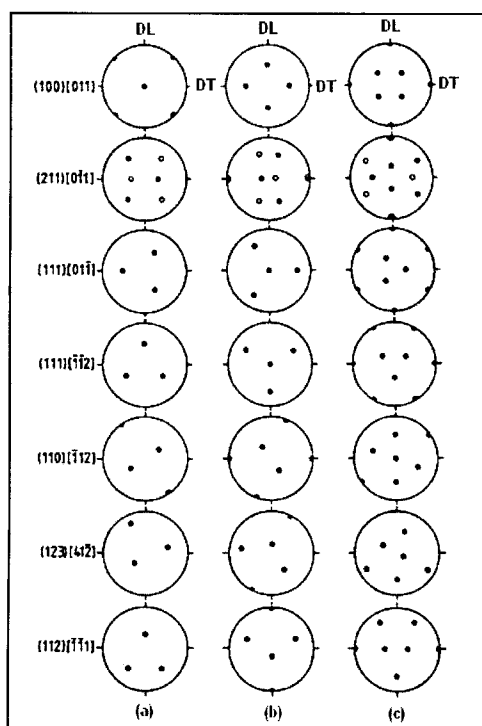


Figura 3.3.4: Projeções padrão para orientações importantes em metais cúbicos, (a) pólos (100), (b) pólos (111) e (c) pólos (110). Os círculos sólidos representam pólos presentes e os círculos abertos possíveis pólos que dependem da simetria (Hatherly e Hutchinson, 1993).

Em alguns casos, as orientações têm uma denominação específica, por exemplo: textura cubo W  $\{100\}\langle 001\rangle$ , Goss  $\{011\}\langle 100\rangle$ , tipo cobre C  $\{211\}\langle 111\rangle$ , tipo latão B  $\{011\}\langle 211\rangle$ , cubo rodado WRD  $\{250\}\langle 001\rangle$ , cubo gêmeo WT  $\{221\}\langle 122\rangle$ , alumínio S  $\{123\}\langle 634\rangle$ , alumínio/latão B/S  $\{681\}\langle 112\rangle$  (Caleyo et al., 2001).

Uma outra forma de representar a textura é a figura de pólos inversa. Neste caso o número de figuras de pólos inversas depende da simetria da amostra (Randle & Engler, 2000).

A partir dos dados obtidos nas figuras de pólos pode-se quantificar as orientações preferenciais utilizando a função distribuição de orientações (FDO). A função distribuição de orientações é a relação que descreve as densidades das orientações dos cristalitos presentes no volume considerado.

A análise quantitativa da textura obtida pela função distribuição de orientações é feita somente por métodos matemáticos. No presente trabalho, a abordagem de Bunge (1982) é utilizada para a obtenção da função distribuição de orientações tanto para a técnica de EBSD, utilizando o programa computacional OIM desenvolvido pela empresa TSL, como para a técnica de difração de raios X com o programa computacional desenvolvido por Lima (1991). Para isso, será considerado o caso de chapas laminadas de aço onde a simetria da amostra é ortorrômbica e a simetria dos cristalitos é cúbica.

Para se descrever a orientação de um cristalito em uma posição  $(x, y, z)$  dentro do material é necessário fixar um sistema de coordenadas na amostra e outro no cristalito. A orientação pode ser descrita pelas rotações necessárias para que os dois sistemas sejam coincidentes. No caso de chapas laminadas, o sistema da amostra é referenciado em relação à direção de laminação (DL), à direção transversal (DT) e à direção normal (DN) ao plano da chapa. Nos cristalitos, o sistema é fixado nas direções  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 010 \rangle$  e  $\langle 001 \rangle$  do retículo de Bravais cúbico do arranjo atômico.

A Figura 3.3.5 mostra a definição dos ângulos de Euler entre o sistema de eixos coordenados da amostra e o sistema de eixos coordenados do cristal quando este sofre uma rotação definida, como:

$$g = g(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \quad (3.3.1)$$

Escrevendo a rotação  $g$  explicitamente, obtém-se:

$$\begin{aligned} \varphi_1 &= \varphi_1(x, y, z) \\ \phi &= \phi(x, y, z) \\ \varphi_2 &= \varphi_2(x, y, z) \end{aligned} \quad (3.3.2)$$

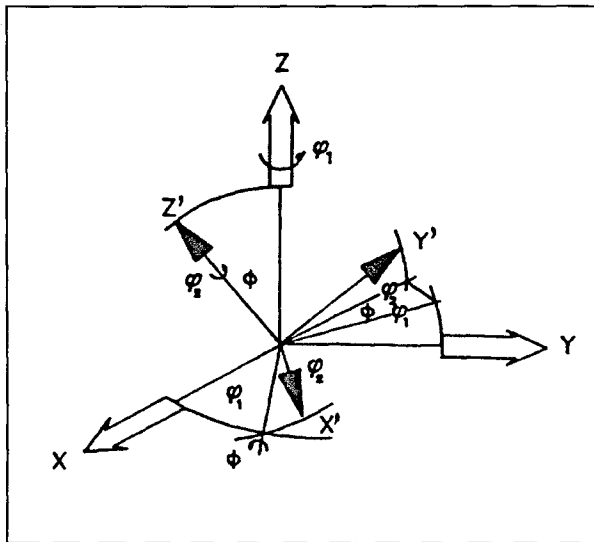


Figura 3.3.5: Definição dos ângulos de Euler entre os sistemas de eixos coordenados da amostra e do cristal.

Portanto, para a descrição completa da orientação de um cristalito são necessárias três equações com três incógnitas cada uma. O tratamento matemático, a partir destas equações que descrevem as orientações de muitos cristalitos visando o estudo de propriedades físicas dependentes da orientação cristalográfica, é muito complicado.

Quando o interesse é a distribuição total das orientações dentro material, ou seja, a macrotextura, pode-se desconsiderar a posição, o que gera a seguinte simplificação:

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg \quad (3.3.3)$$

sendo  $dV$  a totalidade dos elementos de volume da amostra que possuem a orientação  $g$  dentro do elemento de orientação  $dg$  e sendo  $V$  o volume total da amostra.

A função distribuição de orientações é uma função densidade e, portanto, pode ser normalizada:

$$\int f(g)dg = 1 \quad (3.3.4)$$

Para uma amostra que não apresenta nenhuma orientação preferencial, sabe-se que:

$$f_r \int dg = 1 \quad (3.3.5)$$

sendo que o elemento de orientação  $dg$ , pode ser escrito em termos dos ângulos de Euler, como:

$$dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin \phi d\phi d\varphi_1 d\varphi_2 \quad (3.3.6)$$

Portanto,  $f_r = 1$ . Normalizada desta maneira, a função é expressa em termos de múltiplos da distribuição aleatória.

Uma das possíveis soluções para a equação diferencial da função distribuição de orientações é a expansão em série de harmônicos esféricos, que pode ser expressa em termos dos ângulos de Euler como:

$$f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^{+l} \sum_{n=-l}^{+l} C_l^{mn} e^{im\varphi_2} P_l^{mn}(\phi) e^{in\varphi_1} \quad (3.3.7)$$

onde  $P_l^{mn}(\phi)$  são certas generalizações das funções associadas de Legendre.

Como  $f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  é uma função distribuição de densidades, conclui-se que é uma quantidade real, então:

$$f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = f^*(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \quad (3.3.8)$$

onde o asterisco denota o complexo conjugado. Isto implica em que os coeficientes da expansão em série possuam a propriedade  $C_l^{-m-n} = (-1)^{m+n} C_l^{*mn}$ .

Outra consideração importante é que muitas das rotações são equivalentes devido à simetria do cristal e à simetria estatística da amostra.

Levando em conta estas considerações, é possível observar que, para que  $f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  satisfaça a condição de quantidade real e as condições de simetria, é necessário que alguns dos coeficientes sejam nulos e que outros sejam iguais entre si, assim a expansão em série pode ser substituída pela expressão:

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} \ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) \quad (3.3.9)$$

onde

$$\ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) = \ddot{T}_l^{\mu\nu}(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = e^{i\mu\varphi_2} P_l^{\mu\nu}(\phi) e^{i\nu\varphi_1} \quad (3.3.10)$$

sendo  $\ddot{T}_l^{\mu\nu}(g)$ , os harmônicos esféricos generalizados simétricos. Os pontos da esquerda sobre o  $T$  indicam a simetria do cristal e os da direita indicam a simetria da amostra.

Por outro lado, as funções simétricas são todas combinações lineares de funções usuais, portanto:

$$\ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) = \sum_{m=-l}^{+l} \sum_{n=-l}^{+l} \dot{A}_l^{m\mu} \dot{A}_l^{n\nu} T_l^{mn}(g) \quad (3.3.11)$$

que pode ser escrita, também, como:

$$\ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) = \sum_{m=-l}^{+l} \dot{A}_l^{m\mu} T_l^{m\nu}(g) = \sum_{n=-l}^{+l} \dot{A}_l^{n\nu} T_l^{\mu n}(g) \quad (3.3.12)$$

Desta maneira, os coeficientes  $\dot{A}_l^{m\mu}$  expressam a simetria do cristal e os coeficientes  $\dot{A}_l^{n\nu}$  devem ser escolhidos de modo a satisfazer a simetria da amostra. Os valores de  $M(l)$  e  $N(l)$  representam o número de soluções independentes que são enumeradas pelos índices  $\mu$  e  $\nu$ .

Portanto, os coeficientes  $A_l^{m\mu}$  e  $A_l^{n\nu}$  dependem apenas da simetria do cristal e da simetria da amostra, respectivamente.

Além disso, os harmônicos esféricos generalizados simétricos compõem um sistema de equações ortonormais, de forma que:

$$\oint \ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) \ddot{T}_l^{*\mu'\nu'}(g) dg = \frac{1}{2l+1} \delta_{ll'} \delta_{\mu\mu'} \delta_{\nu\nu'} \quad (3.3.13)$$

Denotando os índices na equação (3.3.9) por  $l'$ ,  $\mu'$  e  $\nu'$  e multiplicando ambos os lados por  $\ddot{T}_l^{\mu\nu}(g)$ , obtém-se:

$$\oint f(g) \ddot{T}_l^{\mu\nu}(g) dg = \sum_{l'=0}^{\infty} \sum_{\mu'=1}^{M(l')} \sum_{\nu'=1}^{N(l')} C_{l'}^{\mu'\nu'} \oint \ddot{T}_l^{\mu'\nu'}(g) \ddot{T}_l^{*\mu\nu}(g) dg \quad (3.3.14)$$

Utilizando, agora, a equação (3.3.13), encontra-se:

$$C_l^{\mu\nu} = (2l+1) \oint f(g) \ddot{T}_l^{*\mu\nu}(g) dg \quad (3.3.15)$$

Portanto, conhecendo-se os valores de  $f(g)$  é possível obter-se os coeficientes da expansão em série. É possível, também, conhecendo-se os coeficientes da expansão em série obter-se  $f(g)$ .

A maneira de se calcular os coeficientes  $C_l^{\mu\nu}$  depende dos dados experimentais disponíveis. Esse cálculo é possível somente a partir dos dados de figuras de pólos completas, porém a técnica de difração de raios X não permite a obtenção destas utilizando apenas um tipo de arranjo experimental (reflexão ou transmissão). Entretanto, Lima et al. (1986) propuseram um método matemático para a obtenção da figura de pólo completa, a partir de dados experimentais da figura de pólos incompleta, medida pelo método da reflexão.

O método desenvolvido baseia-se no método proposto por Bunge (1982), utilizando também a seguinte expansão em série para descrever matematicamente a figura de pólos:

$$Ph_i(y) = \sum_{l=0}^{L_{\max}} \sum_{v=1}^{N(l)} \left[ \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{M(l)} C_i^{\mu v} \dot{K}_i^{*\mu}(h_i) \right] \bullet \dot{K}_i^v(y) \quad (3.3.16)$$

onde  $h_i = (h_i, k_i, l_i)$  representa os índices de Miller do plano cristalográfico escolhido;  $y$  o sistema de coordenadas da amostra ( $\alpha, \beta$ );  $K_i^{*\mu}$  e  $K_i^v$  os harmônicos esféricos de superfície simétricos do cristal e da amostra, respectivamente;  $C_i^{\mu v}$  os coeficiente a serem calculados.

Para essa expansão em série, utiliza-se a hipótese:

$$\sum_i \int_B [Ph_i(y)_{\text{observado}} - Ph_i(y)_{\text{calculado}}]^2 dy = \text{mín} \quad (3.3.17)$$

sendo  $i$  o número de figuras de pólos incompletas,  $B$  a região analisada com  $(0 < \alpha < \alpha_{\max})$  e  $(0 < \beta < \frac{\pi}{2})$ , onde o limite de  $\beta$  é definido pela simetria estatística da amostra.

Substituindo a equação (3.3.16) na equação (3.3.17) e introduzindo o fator de normalização  $N_i$ , obtém-se:

$$\sum_i \int_B \left[ N_i Ph_i(y)_{\text{observado}} - \sum_{l=0}^{L_{\max}} \sum_{v=1}^{N(l)} \left[ \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{M(l)} C_i^{\mu v} \dot{K}_i^{*\mu}(h_i) \right] \bullet \dot{K}_i^v(y) \right]^2 dy = \text{mín} \quad (3.3.18)$$

com

$$N_i = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} \int_0^{\pi/2} Ph_i(y) dy \quad (3.3.19)$$

Para o caso da simetria do cristal cúbica a expressão (3.3.19) pode ser aproximada por:

$$N_i = \frac{\int_B P h_i(y) dy}{\int_B dy} \quad (3.3.20)$$

Derivando a equação (3.3.18) em relação a  $C_i^{\mu\nu}$  e rearranjando as variáveis, obtém-se, então:

$$\sum_i \int_B \dot{K}_v^{*\mu} (h_i) \dot{K}_v^{\nu} (y) \times \left[ N_i \hat{P} h_i(y)_{\text{observado}} - \sum_{l=0}^{L_{\text{máx}}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} \frac{4\pi}{2l+1} C_l^{\mu\nu} \dot{K}_l^{*\mu} (h_i) \dot{K}_l^{\nu} (y) \right] dy = 0 \quad (3.3.21)$$

$$\dot{K}_v^{*\mu} (h_i) \int_B \hat{P} h_i(y)_{\text{observado}} \dot{K}_l^{\nu} (y) dy = A_l^{\mu\nu} (h_i) \quad (3.3.22)$$

$$\int_B \dot{K}_l^{*\nu} (h_i) \dot{K}_l^{\nu} (y) dy = \xi_{ll'}^{\nu\nu'} \quad (3.3.23)$$

$$\sum_i \frac{4\pi}{2l+1} \dot{K}_v^{*\mu} (h_i) K_v^{*\mu'} (h_i) = \alpha_{ll'}^{\mu\mu'} \quad (3.3.24)$$

Reescrevendo a equação (3.3.21):

$$\sum_{l=0}^{L_{\text{máx}}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{\nu=1}^{N(l)} \frac{4\pi}{2l+1} C_l^{\mu\nu} \alpha_{ll'}^{\mu\mu'} \xi_{ll'}^{\nu\nu'} = \sum_i N_i A_l^{\mu\nu} (h_i) \quad (3.3.25)$$

Para o caso da simetria da amostra ortorrômbica, os harmônicos esféricos simétricos de superfície podem ser escritos como:

$$\dot{K}_l^{\nu} (y) = \frac{\varepsilon^{\nu}}{\sqrt{2\pi}} \bar{P}_1^{2(\nu-1)} (\cos \alpha) \cdot \cos[(2\nu-1)] \quad (3.3.26)$$

onde  $\varepsilon^{\nu} = 1$  para  $\nu = 1$  e  $\varepsilon^{\nu} = \sqrt{2}^{\nu}$  para  $\nu \neq 1$ ; sendo  $\bar{P}_1 (\cos \alpha)$ , os polinômios de Legendre associados.

Devido à simetria tem-se, também, que  $\xi_{ll'}^{vv'} = \xi_{ll'}^v \delta_{vv'}$ , onde  $\delta$  é a função delta de Dirac. Assim, a equação (3.3.25), torna-se:

$$\sum_{l=0}^{L_{\max}} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{v=1}^{N(l)} \frac{4\pi}{2l+1} C_l^{\mu v} \alpha_{ll'}^{\mu\mu'} \xi_{ll'}^v = \sum_i N_i A_l^{\mu'v'}(h_i) \quad (3.3.27)$$

onde  $\alpha_{ll'}^{\mu\mu'}$  e  $\xi_{ll'}^v$  dependem da simetria do cristal e da amostra, respectivamente, enquanto que o termo no segundo membro da equação depende apenas dos dados experimentais. Desta maneira, a partir do sistema formado pelas equações (3.3.27) é possível obter-se os coeficientes  $C_l^{\mu'v'}$  da expansão em série.

### 3.4 A TÉCNICA DA DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD) NA ANÁLISE DE TEXTURA

O conhecimento detalhado da microestrutura dos materiais permite o entendimento e, em muitos casos, até a previsão das propriedades e do comportamento dos mesmos.

Uma caracterização microestrutural desejável envolve a determinação da estrutura cristalina, composição química, quantidade, tamanho, forma e distribuição das fases. As determinações da natureza, quantidade (densidade) e distribuição dos defeitos cristalinos, também são, em muitos casos, necessárias. Além disso, a orientação preferencial das fases (textura e microtextura) e a diferença de orientação entre elas (mesotextura) também possuem estreita relação com o comportamento dos materiais.

Informações estatisticamente representativas sobre orientação preferencial eram, até recentemente, obtidas quase que exclusivamente com auxílio de difração de raios X ou de nêutrons. Por outro lado, a orientação de um número limitado de grãos pode ser obtida por difração de elétrons no microscópio eletrônico de transmissão. Neste caso, a microrregião analisada pode ser observada e fotografada. A difração de elétrons retroespalhados ("Electron Back Scatter Diffraction", EBSD) no microscópio eletrônico de varredura se localiza entre os dois extremos: análise de dezenas de milhares de grãos por difração de

raios X ou de nêutrons e a observação e a análise de dezenas de grãos por microscopia eletrônica de transmissão.

As aplicações de EBSD podem ser classificadas em três classes: medidas de orientação de grãos (microtextura e mesotextura), identificação de fases e medidas de tensões internas. Dentre estas três classes, os estudos de microtextura e de mesotextura têm uma importância predominante. Pode-se afirmar que, os estudos de identificação de fases e de determinação de tensões internas utilizando EBSD representam juntos menos de 10% do total de trabalhos publicados. Entre as duas classes de aplicações menos utilizadas também existem diferenças marcantes de importância. Enquanto a identificação de fases via estrutura cristalina utilizando linhas de Kikuchi já é uma aplicação consagrada (Dingley et al., 1995; Thomas, 1970; Medeville et al., 1998), o estudo de tensões residuais utilizando EBSD ainda encontra-se no estágio de desenvolvimento (Wilkinson & Dingley, 1991; Wilkinson, 1997).

Em relação à orientação cristalográfica de microrregiões, as aplicações da técnica de EBSD na determinação da orientação é fundamental. A Figura 3.4.1 ilustra as principais diferenças entre as medidas tradicionais de textura (macrotextura), as medidas de microtextura e as determinações de mesotextura. São mostrados 15 grãos no interior de uma amostra de geometria paralelepipedal com eixos X, Y e Z.

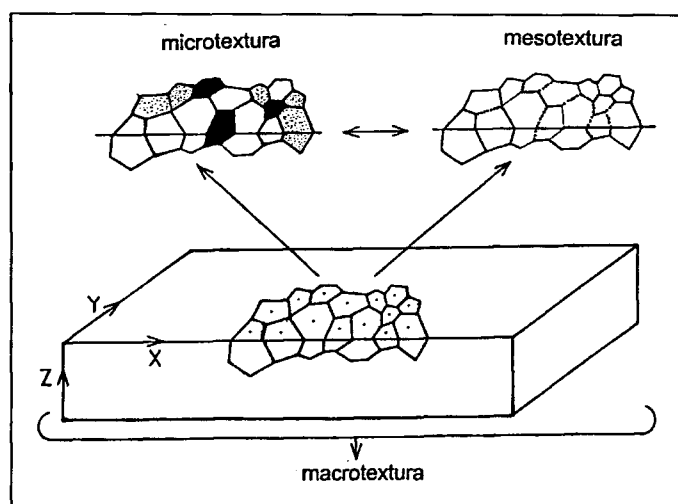


Figura 3.4.1: Diagrama esquemático ilustrando as relações entre macrotextura, microtextura e mesotextura. São mostrados 15 grãos dentro de uma amostra de geometria paralelepipedal com eixos X, Y e Z (Randle, 1992).

Nas medidas tradicionais de textura, aqui denominada macrotextura, para as quais é freqüentemente utilizada a técnica de difração de raios X e algumas vezes a difração de nêutrons, é determinada a orientação de dezenas de milhares de grãos. As medições são feitas em um volume relativamente grande de material; cerca de  $0,4 \text{ cm}^2$  de área por cerca de  $2 \text{ }\mu\text{m}$  de profundidade. Os resultados representam a freqüência com que os planos cristalinos de cada grão estão orientados preferencialmente em relação a uma distribuição ao acaso (sem textura), com referência às dimensões externas da amostra (direções X, Y e Z e planos XY, XZ e ZY). Geralmente, procura-se associar estas direções e planos com direções e planos relevantes no processamento dos materiais, tais como plano e direção de laminação. As figuras de pólo resultantes representam um número enorme de grãos, mas a orientação de cada grão individualmente não pode ser identificada no conjunto de resultados.

Nas determinações de microtextura utilizando EBSD é medida a orientação de cada grão um a um. Neste caso, os resultados também podem ser representados em figuras de pólo, mas, além disso, a orientação de cada grão individualmente pode ser reconhecida no conjunto. Na Figura 3.4.1 estão representados grãos com três tipos de orientação segundo as cores: branca, preta e pontilhada.

Nas medidas de mesotextura, utilizando EBSD, é determinada a diferença de orientação entre cada grão e seus vizinhos. Os contornos de grãos e interfaces entre eles são caracterizados cristalograficamente. Desta maneira, pode-se obter a distribuição de diferenças de orientação do conjunto de grãos examinados.

No caso particular de EBSD no microscópio eletrônico de varredura, é possível a identificação de partículas maiores que  $0,2 \text{ }\mu\text{m}$ , assim como a determinação de suas relações de orientação com a matriz. Os estudos cristalográficos de partículas mais finas são habitualmente feitos por difração de elétrons no microscópio eletrônico de transmissão.

Antes do advento da técnica de EBSD, os estudos de caracterização cristalográfica detalhada de contornos de grãos estavam restritos aos bicristais. O desenvolvimento da técnica de EBSD, juntamente com os progressos feitos no modelamento de contornos de grãos, tornaram possível a caracterização cristalográfica de um número grande de

contornos de grãos em tempos relativamente curtos (Randle, 1993c; Randle, 1996). Com isto, tem sido possível demonstrar a relação entre a presença de contornos “especiais” e a melhoria de várias propriedades dos policristais. A manipulação da estrutura dos contornos de grãos levou aos conceitos de “projeto e controle de contornos de grãos” e de “engenharia de contornos de grãos”. Com auxílio de tratamentos termomecânicos tem sido possível obter alta incidência de contornos especiais em vários materiais metálicos (Palumbo et al., 1998; Schwartz & King, 1998; Randle, 1998).

A contribuição que a técnica de EBSD pode dar para o estudo da microestrutura e para o entendimento das transformações de fases é enorme. No estudo da estrutura cristalina e das relações de orientação de fases maiores que  $0,5 \mu\text{m}$ , a sua contribuição é particularmente importante. Na faixa de  $0,5$  a  $10 \mu\text{m}$ , as fases já são muito grandes para serem estudadas cristalograficamente por difração de elétrons em área selecionada no MET e são ainda muito pequenas ou estão presentes em baixas frações volumétricas para serem estudadas por métodos de difração de raios X, tais como o método de Laue. A possibilidade de observação direta e de realização quase que simultânea de outros tipos de análise no MEV, tais como estudo da composição química por análise por comprimentos de onda ou por dispersão de energia, também favorece o uso de EBSD no MEV.

A obtenção do padrão de elétrons retroespalhados (EBSP do inglês: Electron Backscatter Pattern) no microscópio eletrônico de varredura é realizada utilizando-se o arranjo experimental apresentado na Figura 3.4.2.

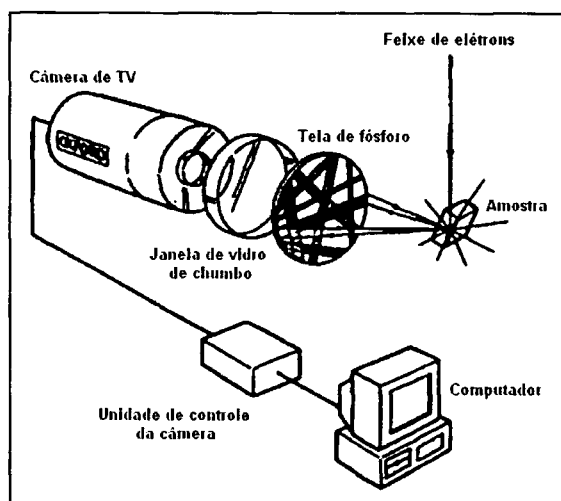


Figura 3.4.2: Esquema do arranjo experimental utilizado para obtenção dos padrões de elétrons retroespalhados no MEV (Drake e Vale, 1995).

A amostra é, então, posicionada em um ângulo entre  $70^\circ$  e  $80^\circ$  para encurtar o percurso dos elétrons retroespalhados e diminuir a fração de elétrons absorvidos pela própria amostra. Ângulos de inclinação da amostra menores que  $20^\circ$  são utilizadas para estudos de superfície, ângulos na faixa entre  $20^\circ$  e  $30^\circ$  fornecem padrões com maior intensidade de elétrons que sofreram espalhamento inelástico e ângulos maiores que  $30^\circ$  proporcionam padrões mais definidos, porém limitam a área analisada (Schwarzer, 1997).

A interação dos elétrons do feixe com os elétrons do reticulado cristalino da amostra causa a formação de cones de difração, chamados cones de Kossel. Esses cones, ao interceptarem uma tela de fósforo formam as linhas de Kikuchi. Uma câmera de TV é posicionada para capturar a imagem formada na tela de fósforo (observar Figura 3.4.3). O sistema utiliza essa imagem como ponto de partida para a análise. A imagem passa, então, por um sistema de pré-processamento de sinal, visando a redução de ruído, a subtração do fundo incoerente (“background”) e o aumento do contraste. Na Figura 3.4.4 está ilustrado, da esquerda para a direita, um padrão de difração na tela de fósforo, a subtração do fundo incoerente e a imagem já processada.

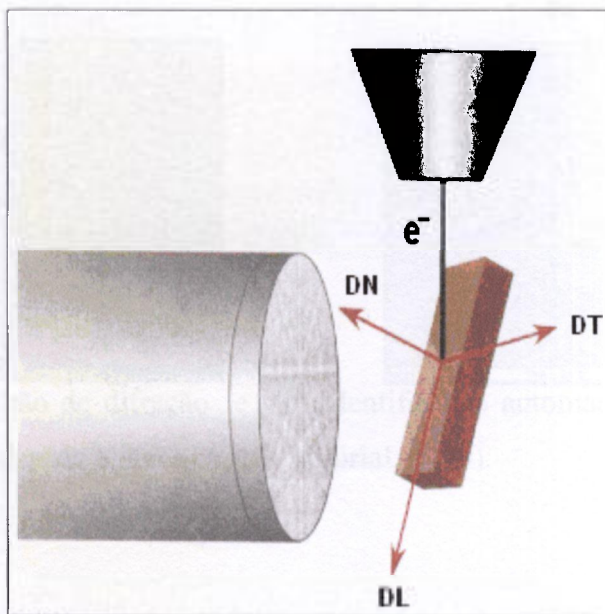


Figura 3.4.3: Representação esquemática da geometria do sistema de difração de elétrons retroespalhados (OIM Tutorial, 2000).

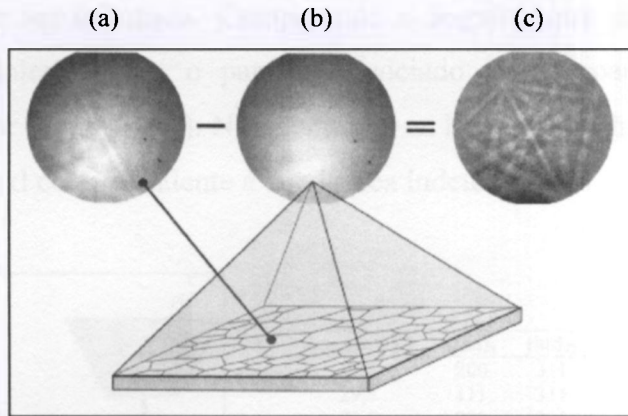


Figura 3.4.4: (a) Padrão de difração na tela de fósforo; (b) ruído e (c) imagem do padrão de difração já processada (OIM Tutorial, 2000).

A partir dessa imagem, é feita a identificação do posicionamento das linhas com índices, como ilustrado na Figura 3.4.5. É importante observar que o padrão de elétrons retroespalhados nítido só é obtido se o feixe atingir um volume de amostra que seja virtualmente um cristal perfeito. Regiões de subgrãos ou sob tensão produzem padrões que se sobrepõem ou que são encobertos pela radiação de fundo.

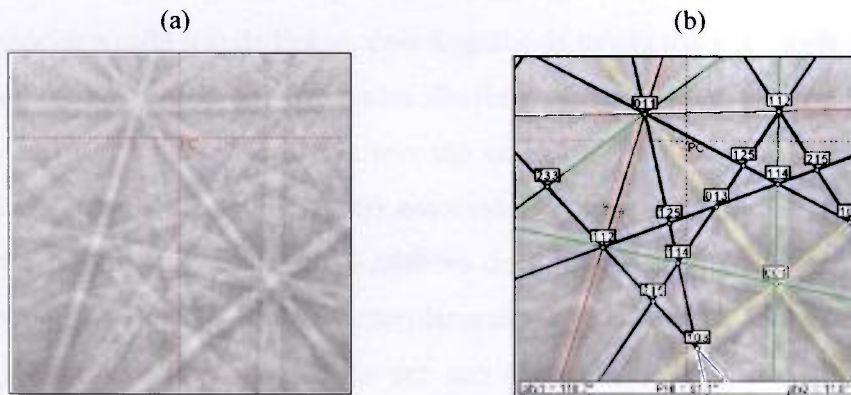
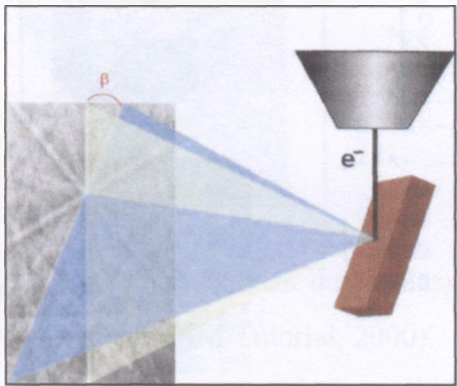


Figura 3.4.5: (a) Padrão de difração e (b) identificação automática do posicionamento das linhas de Kikuchi (OIM Tutorial, 2000).

A identificação dos padrões de Kikuchi é feita pela medição dos ângulos formados pelas linhas retas identificadas, seguida da comparação com uma tabela dos ângulos teóricos correspondentes aos planos difratores do sistema cristalino em questão (deve-se selecionar no “software” a(s) fases(s) presente(s) na amostra).

Se o hkl de duas bandas no padrão podem ser identificados, então a orientação correspondente pode ser calculada. Comparando o ângulo entre duas bandas com uma tabela de ângulos interplanares, o par hkl associado com o par da banda pode ser identificado (observar Figura 3.4.6). No entanto, se as larguras das bandas não são levadas em consideração, o hkl correspondente à banda fica indeterminado.



Ângulo $\beta$ (°)	(hkl) <sub>1</sub>	(hkl) <sub>2</sub>	Ângulo $\beta$ (°)	(hkl) <sub>1</sub>	(hkl) <sub>2</sub>
25,2	200	311	64,8	220	3-11
29,5	111	311	70,5	111	11-1
31,5	220	311	72,5	200	131
35,1	311	31-1	80,0	111	3-1-1
35,3	111	220	84,8	311	1-31
45,0	200	220	90,0	111	2-20
50,5	311	3-1-1	90,0	200	020
54,7	111	200	90,0	200	022
58,5	111	31-1	90,0	220	1-13
60,0	220	202	90,0	220	2-20
63,0	311	13-1			

Figura 3.4.6: Representação esquemática da indexação das bandas de Kikuchi (OIM Tutorial, 2000).

A comparação é feita por uma metodologia de votação. Dentre as bandas identificadas, todas as combinações possíveis entre três linhas são consideradas. Procura-se, então, associar a cada trio de linhas, dois ângulos da tabela teórica. Neste procedimento, todos os conjuntos possíveis de três bandas são formados em relação às bandas detectadas. Os ângulos entre as bandas para cada trio são comparados com as tabelas permitindo a identificação dos índices de Miller (hkl) associados às bandas. Geralmente, mais de uma solução é encontrada para cada trio. O número de soluções encontradas é uma função da tolerância permitida entre os ângulos interplanares e os teóricos. As soluções encontradas para todos os trios são, então, usadas em um esquema de votação para identificar a indexação mais provável do padrão. A solução mais provável é a que recebe mais votos. Uma tabela mostrando uma parte do procedimento de votação está na Figura 3.4.7, juntamente com a indexação resultante.

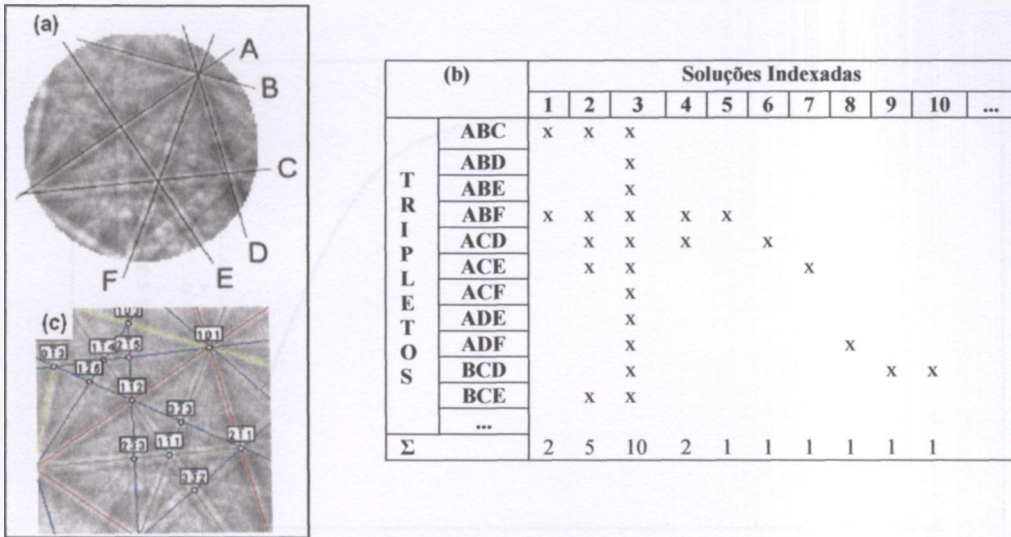


Figura 3.4.7: (a) Bandas detectadas, (b) tabela parcial de votação, (c) padrão indexado (OIM Tutorial, 2000).

Define-se, então, um índice de confiança *CI*, determinado por:

$$CI = \frac{V_1 - V_2}{V_{ideal}} \tag{3.4.1}$$

onde  $V_1$  é o número de votos da solução mais votada,  $V_2$  é o número de votos da segunda solução mais votada e  $V_{ideal}$  é o número total de soluções encontradas. O índice de confiança, obviamente, está sempre no intervalo de 0 a 1. A empresa TexSEM Laboratories Inc. (TSL), unidade da EDAX Inc., realizou estudos relativos à precisão do indexamento dos padrões e, concluiu que, os padrões indexados com índice de confiança maiores que 0,1 estavam 95% das vezes identificados corretamente (observar Figura 3.4.8). Entretanto, é necessário atentar para o fato de que o índice de confiança pode gerar interpretações equivocadas. Por exemplo, um índice de confiança 0 pode ser encontrado quando  $V_1$  é igual a  $V_2$ , porém o padrão pode estar indexado corretamente.

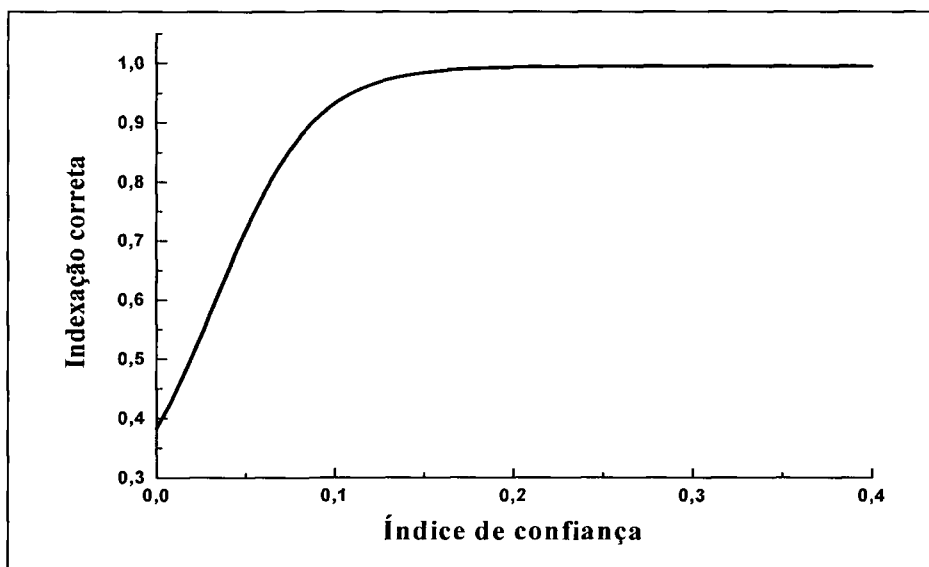


Figura 3.4.8: Indexação correta em função do índice de confiança em alumínio policristalino (OIM Tutorial, 2000).

O parâmetro de ajuste também fornece uma indicação de quão confiável foi a indexação do padrão. Isto pode ser feito pelo cálculo da localização de cada banda, baseado nas orientações obtidas pelo processo de votação. O parâmetro de ajuste define o desvio angular médio entre as bandas recalculadas e as detectadas.

O procedimento descrito pode ser repetido em uma área selecionada no microscópio eletrônico de varredura, em pontos tomados em intervalos constantes (passo), obtendo-se um arquivo contendo: as coordenadas ( $x$ ,  $y$ ) do ponto analisado; os três ângulos de Euler capazes de levar os eixos de referência da célula unitária do domínio cristalino analisado a coincidir com os eixos de referência da amostra; a qualidade da imagem (IQ) do padrão de Kikuchi analisado; o índice de confiança da indexação realizada. No caso de materiais multifásicos, a fase cristalina que melhor se ajusta a cada ponto também deve ser informada.

A diferenciação de fases em materiais multifásicos é conseguida em Microscopia por Imagem de Orientação pela indexação de um padrão de acordo com parâmetros da estrutura cristalina para cada fase candidata. Os resultados de indexação são ordenados de acordo com um fator de ordenação baseado no número de votos, no ajuste e no índice de confiança da indexação.

A Microscopia por Imagem de Orientação pode ser descrita como as diversas formas de reconstrução da imagem varrida e analisada por difração de elétrons retroespalhados a partir do arquivo de dados gerado.

Com os programas computacionais, criados pela empresa TSL, para Microscopia por Imagem de Orientação a partir dos dados gerados, pode-se traçar mapas e gráficos, realizar análises de textura e outras. Em geral, um dos mapas que devem ser traçados após uma varredura no sistema MEV/EBSD é o mapa de figura de pólo inversa, onde pode-se observar a orientação dos grãos da microestrutura, segundo um código de cores que define essas orientações (observar Figura 3.4.9). Pode-se saber, portanto, qual é o plano paralelo à seção analisada.



Figura 3.4.9: Mapa da figura de pólo inversa para uma chapa de aço baixo carbono contendo 2% em peso de silício, recozida a 760°C e, posteriormente, laminada com redução de 9% em espessura. Ao lado, código de cores definindo as orientações de cada grão.

Além disso, pode-se analisar os contornos de grãos existentes, dentre os quais os contornos especiais do tipo "coincidence site lattice" (CSL). Na Figura 3.4.10 está ilustrado o mapa de contornos de grão de baixos e de altos ângulos.

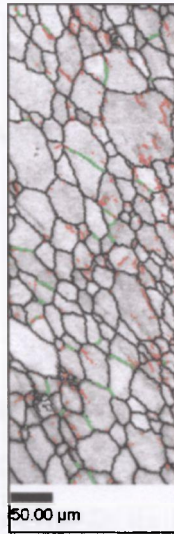


Figura 3.4.10: Mapa de qualidade da imagem por Microscopia por Imagem de Orientação para uma chapa de aço baixo carbono contendo 2% em peso de silício, recozida a 760°C e, posteriormente, laminada com redução de 9% em espessura. Os contornos vermelhos correspondem a contornos de 1° a 5°, os contornos verdes correspondem a contornos de 5° a 10° e os contornos pretos correspondem a contornos de 10° a 62°.

## 4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

### 4.1 MATERIAIS

Os materiais pesquisados neste trabalho são duas composições de aços ferríticos com baixo teor de carbono, praticamente isentos de precipitados, aços de grão não-orientado, utilizados tipicamente na fabricação de dispositivos elétricos. Uma delas é um aço comum (ABNT 1006), enquanto que a outra contém cerca de 2% em peso de silício. Os materiais foram produzidos pela Companhia Siderúrgica Nacional e fornecidos para a empresa Brasmetal Waelzholz Indústria e Comércio S.A., uma das três principais empresas relaminadoras do país. As duas composições de aços foram totalmente processadas na Brasmetal e sofreram tratamento térmico final de descarbonetação e crescimento de grão na empresa SEW do Brasil Motores-Redutores Ltda, uma das principais fabricantes de motores redutores elétricos instaladas no país.

As composições químicas, analisadas por espectrometria de fluorescência de raios X (WDX-RF) e por cromatografia gasosa (teor de carbono) em dois laboratórios diferentes (A e B) dos materiais utilizados neste trabalho, são apresentadas na Tabela 4.1.1.

Tabela 4.1.1: Composição química (% em peso) dos aços baixo carbono, ABNT 1006 e 2% Si, utilizados na fabricação de motores elétricos e de transformadores.

Elemento	Laboratório A		Laboratório B	
	2% Si	ABNT 1006	2% Si	ABNT 1006
C	0,0346	0,0385	0,0360	0,0390
Si	1,884	0,029	2,030	0,050
Mn	0,111	0,179	0,124	0,190
P	0,013	0,013	0,006	0,015
S	0,013	0,012	0,009	0,012
Al	0,148	0,038	0,137	0,047
Cu	traço	0,016	0,018	0,013
Cr	0,112	0,020	0,090	0,023
Ni	0,042	traço	0,034	0,015
Mo	traço	traço	0,012	0,050
Fe	97,879	99,692	97,540	99,630

Os resultados encontrados em ambas as análises são comparáveis e mostram que os aços utilizados neste trabalho atendem às especificações de composição química segundo a literatura (Wegst, 1995).

## 4.2 PROCESSAMENTO DOS MATERIAIS

### 4.2.1 MATERIAIS COMO RECEBIDOS

Os aços foram fornecidos pela usina siderúrgica CSN na forma de bobina laminada a quente com espessura de 2,0 mm e largura de 1.200 mm. Na empresa Brasmetal, a bobina foi primeiramente decapada em solução aquosa 13% de ácido clorídrico a 85°C em processo semicontínuo. Após decapagem, foi cortada em rolos com largura de 300 mm e selecionados rolos da região central da bobina. Esses rolos foram, então, laminados a frio em um laminador quádruplo reversível até 65% de redução em espessura (espessura final = 0,70 mm) para o aço silicioso e até, aproximadamente, 66% de redução em espessura (espessura final = 0,67 mm) para o aço ABNT 1006. Após laminação a frio, os rolos sofreram tratamento térmico de recozimento a 640°C por oito horas em forno industrial do tipo caixa, com alta convecção, sob atmosfera com 95% de nitrogênio e 5% de hidrogênio.

Depois, pequenos rolos dos aços foram deformados a frio por laminação. Foram preparadas amostras do aço 2% Si com 8,6% de redução em espessura e do aço ABNT 1006 com 9,0% de redução em espessura. Após a deformação a frio, as amostras dos dois tipos de aço foram divididas em duas porções. Apenas uma porção de amostras sofreu tratamento térmico posterior na empresa SEW do Brasil, conforme é mostrado na Figura 4.2.1.1. Este tratamento térmico final de recozimento foi realizado a 760°C por seis horas, em forno industrial tipo caixa, sob atmosfera com 90% de nitrogênio e 10% de hidrogênio. O intuito deste último tratamento térmico é a descarbonetação dos aços e o posterior crescimento de grão, cujo objetivo final é a redução das perdas elétricas e magnéticas. Toda a seqüência de processamento dos materiais em estudo está mostrada na Figura 4.2.1.2. Este foi o estado de partida para outros tratamentos térmicos realizados neste trabalho.

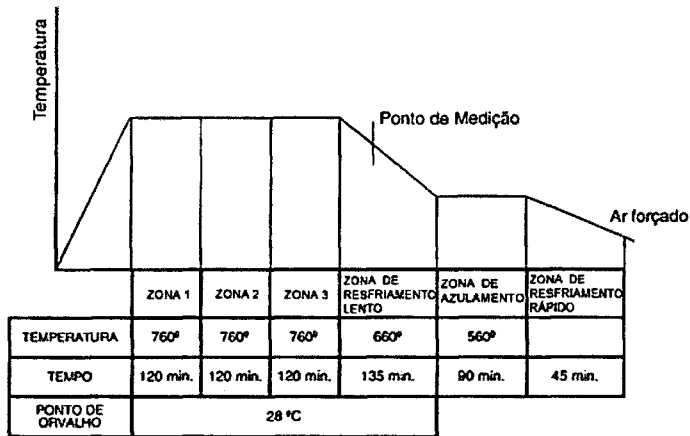


Figura 4.2.1.1: Ciclo térmico utilizado no tratamento de descarbonetação e recozimento final dos aços elétricos realizado na empresa SEW do Brasil Motores-Redutores Ltda.

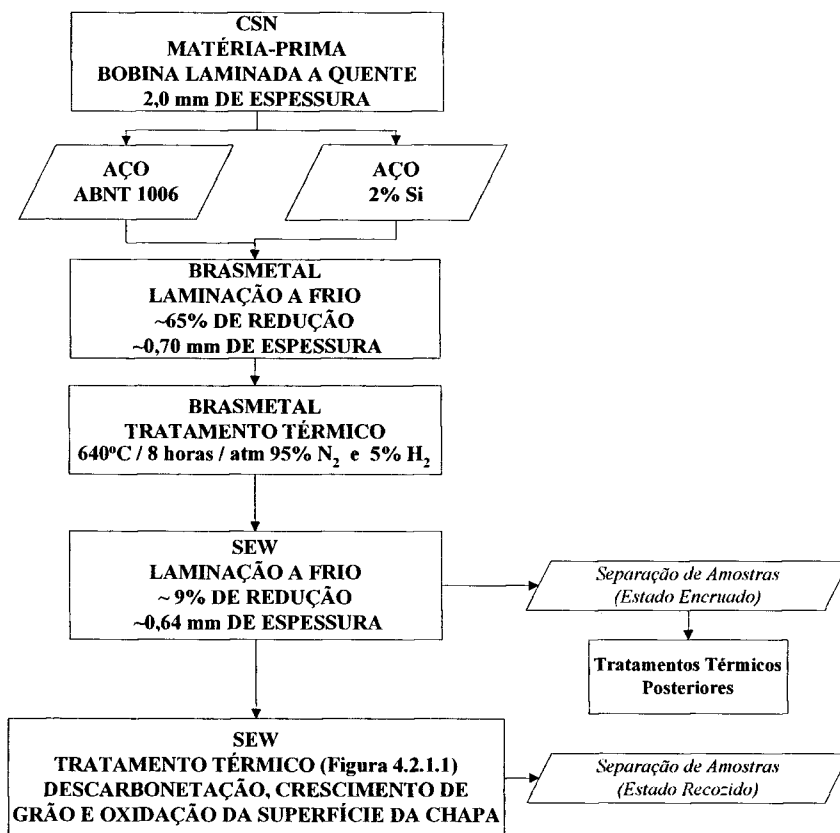


Figura 4.2.1.2: Fluxograma representativo do processamento das amostras do aço ABNT 1006 e aço 2% Si para dispositivos elétricos.

## 4.2.2 MATERIAIS TRATADOS TERMICAMENTE EM BANHO DE SAL FUNDIDO

Após a laminação a frio ("skin-pass"), realizada na empresa SEW, sendo aplicadas 8,6% de redução em espessura para o aço 2% Si e 9,0% de redução em espessura para o aço ABNT 1006, as amostras dos dois materiais foram submetidas a tratamentos térmicos. Denomina-se, neste trabalho, o estado em que as amostras se encontram após o "skin-pass" de estado encruado (E).

As amostras de cada composição dos aços elétricos foram divididas em 3 porções e, em banho de sal fundido (cloreto de bário), sofreram tratamento térmico de recozimento a 760°C em laboratório no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da USP, em um forno tipo poço com cadinho de aço com capacidade para cerca de 500 g de sal. A primeira porção esteve no forno por 5 minutos, a segunda por 10 minutos e a terceira por 30 minutos. Além destes estados gerados pelos tratamentos térmicos descritos acima, tem-se o estado final, chamado recozido (R), gerado pelo tratamento térmico a que foram submetidas as amostras de aços elétricos na SEW, que obedece o diagrama já apresentado na Figura 4.2.1.1. Pretende-se, por estes diferentes estágios de recristalização, observando por EBSD com o apoio da macrotextura obtida por difração de raios X, acompanhar a cinética de recristalização e a relação de orientação dos diferentes grãos, desde o estágio inicial de recristalização até a orientação final do material. As análises de amostras nos diferentes estados foram realizadas nas secções normal, longitudinal e transversal à direção de laminação da chapa, conforme pode ser observado na Figura 4.2.2.1.

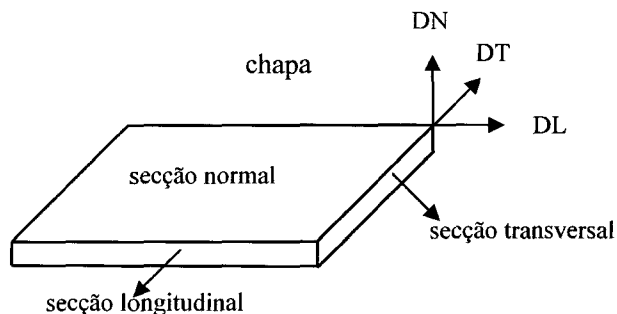


Figura 4.2.2.1: Diagrama esquemático mostrando as secções analisadas dos materiais: normal; longitudinal e transversal à direção de laminação. Acima à direita, sistema de eixos coordenados indicando a direção de laminação (DL), direção normal (DN) e direção transversal (DT) à direção de laminação.

### 4.2.3 MATERIAIS TRATADOS TERMICAMENTE SOB ATMOSFERA CONTROLADA

Com o intuito de se analisar no sistema MEV/EBSD a mesma área da amostra após cada tratamento térmico, a fim de acompanhar a cinética de recristalização e a relação de orientação dos diferentes grãos dos materiais estudados, amostras do aço 2% Si, laminadas a frio com 8,6% de redução em espessura, nas seções longitudinal, transversal e normal em relação à direção de laminação, foram identadas em um microdurômetro Otto Wolpert-Werke, utilizando-se identador Vickers e carga de 2 kg. Nesse material, esta carga produz indentação com profundidade aproximada de 27  $\mu\text{m}$ . As medidas no sistema MEV/EBSD foram realizadas sempre na mesma área da amostra, ou seja, *in-situ*, área determinada tendo como referência o local da indentação. Nestas experiências *in-situ*, os recozimentos foram realizados também a 760°C por 5, 10, 15 e 20 minutos, em atmosfera de argônio de alta pureza, para não danificar a superfície da amostra.

### 4.3 TÉCNICAS EXPERIMENTAIS

Apresenta-se, a seguir, as principais técnicas experimentais utilizadas neste trabalho.

**4.3.1** Determinação de textura (macrot textura) por **difração de raios X**, em um difratômetro Rigaku modelo DMAX-2100, no qual está acoplado um goniômetro de textura horizontal "multipurpose", utilizando radiação  $\text{Mo } \kappa\alpha$  ( $\lambda = 0,7093 \text{ \AA}$ ) com foco ponto. O conjunto de fendas utilizado possui as características: 1/4° na posição de divergência, 4 mm na posição de espalhamento, 3 mm na posição de recepção, limitador de altura do feixe de 1,2 mm e fenda colimadora de Schulz. Este equipamento está instalado no Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais do IPEN-CNEN/SP. As amostras para difratometria de raios X foram lixadas com lixas de carvão de silício na seqüência de granas 220, 320, 400 e 600.

**4.3.2** Estudos de microtextura e mesotextura por **difração de elétrons retroespalhados** utilizando o sistema de aquisição e identificação de padrões, desenvolvido pela TexSEM

Laboratories Inc., unidade da EDAX Inc., e acoplado ao microscópio eletrônico de varredura Philips modelo XL-30, utilizando tensão de aceleração de 20 kV, instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da USP. Todas as amostras foram preparadas metalograficamente para serem analisadas no sistema MEV/EBSD. Para isso, inicialmente, as amostras foram cortadas em pequenos retângulos na Isomet 1000 nas seções longitudinal, transversal e normal à direção de laminação. Em seguida, embutiu-se cada amostra em baquelite na embutidora da marca Struers, modelo Termopress2. Após terem sido embutidas, as amostras foram lixadas manualmente, com lixas de carvão de silício na seqüência de granas de 220, 320, 400, 600 e 1500, em uma politriz, modelo PLF, da marca Struers. Todo o processo de lixamento foi mantido sob lavagem contínua com água, para que, assim, fossem eliminados todos os tipos de resíduos provenientes do próprio lixamento. Após esta etapa, as amostras foram submetidas a polimento em uma politriz, modelo DPU-10, da marca Struers, que tem por finalidade dar-lhes um acabamento especular, removendo a camada deformada plasticamente pelo lixamento. A seqüência de polimento, realizado com pasta de diamante, seguiu a granulometria 6, 3 e 1  $\mu\text{m}$ . Após o polimento com pasta de diamante, foi realizado um polimento final com sílica coloidal, para a retirada da camada deformada na superfície da peça, proveniente do próprio polimento.

**4.3.3** Como técnica complementar de análise microestrutural, a **microscopia óptica** foi utilizada para revelação da microestrutura e medida de tamanho de grão. O equipamento utilizado é um microscópio óptico da marca Olympus, acoplado a analisador de imagens Leica-Cambridge. A preparação metalográfica seguiu o roteiro descrito acima. A revelação da microestrutura foi feita por ataque químico, durante aproximadamente 5 segundos, em solução de ácido nítrico 2% e álcool - Nital.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para facilitar a apresentação e a discussão, os resultados serão subdivididos em quatro secções: caracterização metalográfica por microscopia óptica (5.1); resultados de macrotextura obtidos por difração de raios X (5.2); resultados de microtextura e de mesotextura obtidos por difração de elétrons retroespalhados (5.3); e experiências *in-situ* (5.4).

### 5.1 RESULTADOS OBTIDOS POR MICROSCOPIA ÓPTICA

Para realização de medida de tamanho de grão, foram retiradas amostras metalográficas das duas composições de aços nos estados encruado (E) e recozido (R). Essas medidas foram realizadas de acordo com a norma ASTM-E112-96 pelo método do intercepto linear. Os resultados são apresentados na Tabela 5.1.1. Observa-se que para todos os estados das duas composições de aços, o efeito do recozimento sobre o crescimento de grão é evidente.

Tabela 5.1.1: Medidas de tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ ) das amostras nos estados encruado e recozido para os aços 2% Si e ABNT 1006.

Tipo de Aço	Estados	Espessura (mm)		% de Redução	TG ( $\mu\text{m}$ )	TG ( $\mu\text{m}$ )
		Inicial	Final		Encr. (E)	Recoz. (R)
Aço 2% Si	E e R	0,70	0,64	8,6	29,9 $\pm$ 3,2	302,1 $\pm$ 30,8
ABNT 1006	E e R	0,67	0,61	9,0	23,4 $\pm$ 3,4	300,1 $\pm$ 35,6

Após submeter os dois tipos de aço a tratamentos térmicos a 760° C em banho de sal fundido por 5, 10 e 30 minutos, iniciou-se a preparação das amostras para os distintos tipos de análise. Assim, após preparação metalográfica, cada uma das amostras foi observada no microscópio óptico, obtendo-se as micrografias, que estão apresentadas nas Figuras 5.1.1 e 5.1.2.

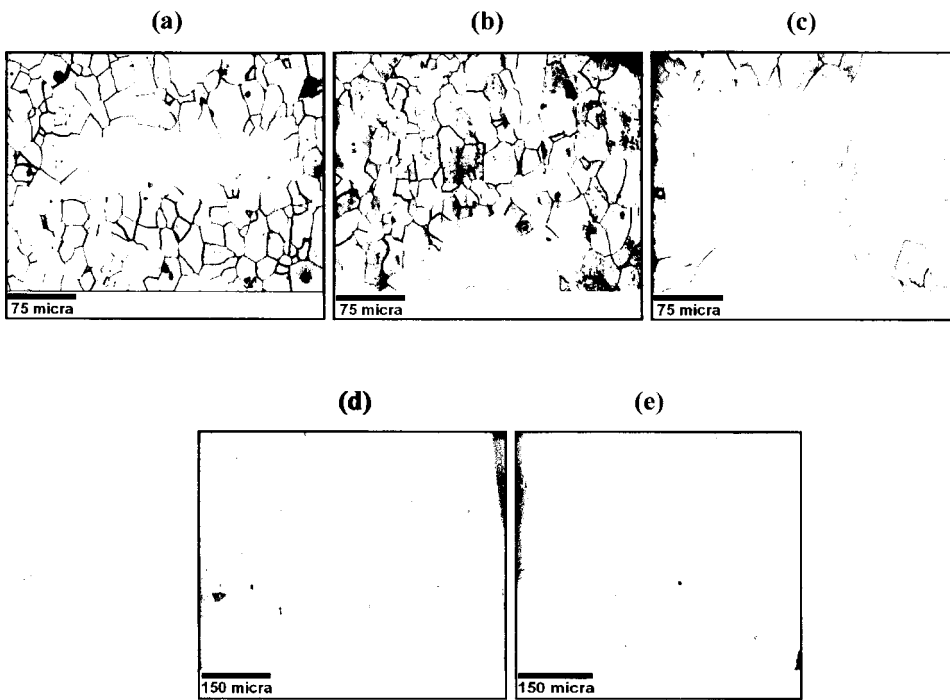


Figura 5.1.1: Microscopia óptica da seção **longitudinal** das amostras de aço 2% Si, após ataque com nital 2%: (a) amostra laminada a frio com 8,6% de redução em espessura; (b) após a deformação foi recozida em banho de sal a 760°C por 5 minutos; (c) após a deformação foi recozida em banho de sal a 760°C por 10 minutos; (d) após a deformação foi recozida em banho de sal a 760°C por 30 minutos; (e) após a deformação foi recozida na empresa SEW, segundo diagrama apresentado na Figura 4.2.1.1. A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo das micrografias. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

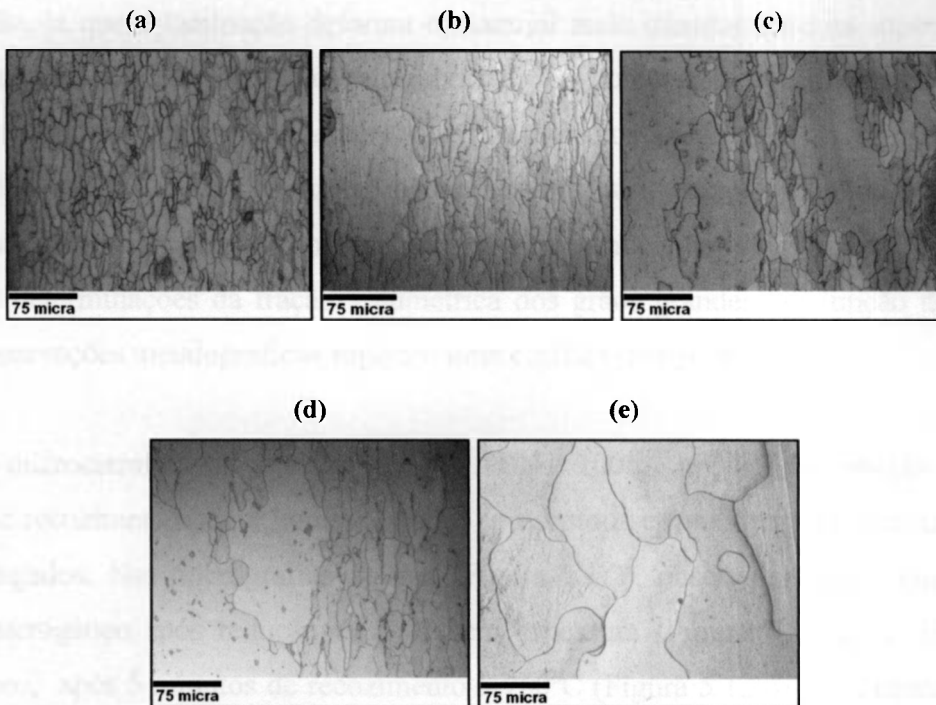


Figura 5.1.2: Microscopia óptica da secção **longitudinal** das amostras de aço ABNT 1006, após ataque com nital 2%: (a) amostra laminada a frio com 9,0% de redução em espessura; (b) após a deformação foi recozida em banho de sal a 760°C por 5 minutos; (c) após a deformação foi recozida em banho de sal a 760°C por 10 minutos; (d) após a deformação foi recozida em banho de sal a 760°C por 30 minutos; (e) após a deformação foi recozida na empresa SEW, segundo diagrama apresentado na Figura 4.2.1.1. A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo das micrografias.

Após a deformação de 65% seguida de recozimento por 8 horas a 640°C, a microestrutura da amostra de aço 2% Si apresentou-se totalmente recristalizada com grãos equiaxiais e diâmetro médio de grão de 30  $\mu\text{m}$ . Observando o conjunto de micrografias ópticas (Figura 5.1.1) das amostras desse aço percebe-se que a redução de 8,6% em espessura praticamente não modificou a microestrutura (Fig. 5.1.1a). Apenas com o auxílio da microscopia óptica não foi possível evidenciar a presença de gradientes de encruamento ao longo da espessura da chapa. Após 5 minutos de recozimento a 760°C, ainda não se nota (Fig. 5.1.1b) o aparecimento de grãos exageradamente grandes. Após 10 minutos, já havia se iniciado o processo de aparecimento de grãos grandes da superfície (lado esquerdo das micrografias) para o interior do material (Fig. 5.1.1c). Isto se deve à heterogeneidade da

deformação, já que a laminação deforma o material mais intensamente na superfície que em seu interior. Essa deformação na superfície é o potencial termodinâmico (“driving force”) para o crescimento de grão. Após 30 minutos (Fig. 5.1.1d), o processo de aparecimento de grãos grandes (aproximadamente 300  $\mu\text{m}$ ) estava concluído, como pode ser observado por comparação com a micrografia apresentada na Figura 5.1.1e. Não foram realizadas determinações da fração volumétrica dos grãos grandes em função do tempo, mas as observações metalográficas sugerem uma cinética do tipo sigmoidal.

A microestrutura da amostra de aço ABNT 1006, após a deformação de 65% seguida de recozimento por 8 horas a 640°C, apresentou-se totalmente recristalizada com grãos alongados. Nas micrografias ópticas (Figura 5.1.2), observa-se que o tamanho de grão é heterogêneo após redução de 9,0% em espessura (Figura 5.1.2a) e, ainda mais heterogêneo, após 5 minutos de recozimento a 760°C (Figura 5.1.2b) pois, nesse estágio, percebe-se que já existe crescimento de grão. Observa-se, também, que o crescimento de grão ocorre da superfície para o interior do material (lado esquerdo das micrografias).

A diferença observada nas respectivas micrografias dos aços 2% Si e ABNT 1006 é que para o primeiro, o início do crescimento é atrasado, uma vez que, após 5 minutos de tratamento térmico não se percebe crescimento de grão como pode ser visto no mesmo estágio de tratamento térmico para o aço ABNT 1006. Esse aço, como mostrado na Figura 5.1.2b, apresenta alguns grãos da ordem de 150  $\mu\text{m}$ . Outro fato interessante a observar, é que, neste estágio de crescimento de grão (após 5 minutos e 10 minutos de tratamento térmico, respectivamente, para o aço 2% Si e ABNT 1006), ambos os aços apresentam praticamente a mesma configuração de grãos, isto é, grãos muito grandes rodeados por grãos pequenos com a mesma forma e tamanho do início do processo. Após 30 minutos de tratamento térmico, o aço 2% Si apresenta microestrutura formada por grãos muito grandes, em torno de 300  $\mu\text{m}$ , como aqueles obtidos ao final do processamento industrial. Já, o aço ABNT 1006, após 30 minutos de recozimento, ainda apresenta uma microestrutura com distribuição de tamanho de grão bimodal (grãos com 300  $\mu\text{m}$  e grãos com 50  $\mu\text{m}$ ). Estes fatos revelam que: i) o início do processo é mais acelerado para o aço ABNT 1006 que para o aço 2%Si; ii) o decorrer do processo é mais rápido para o aço 2% Si que para o aço ABNT 1006.

Isto pode ser explicado pela competição entre a recuperação e a recristalização, pois a recuperação é favorecida no aço ABNT 1006 pela ausência de silício, que não impede o movimento das discordâncias, enquanto que, no aço 2% Si, a recristalização é favorecida, uma vez que não há redução no potencial termodinâmico (“driving force”) para a recristalização (Bae et al., 2003).

Além disso, experiências realizadas *in-situ*, isto é, avaliando o crescimento de grão sempre na mesma região da amostra utilizando atmosfera de argônio e forno do tipo mufla (com taxas de aquecimento muito menores que as obtidas com o uso de banho de sal fundido), mostraram que no presente caso, ao contrário dos resultados encontrados por Randle (1993d) em níquel puro, o uso de taxas de aquecimento menores atrasou o aparecimento de grãos grandes.

## 5.2 RESULTADOS OBTIDOS POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X

As análises de textura por difração de raios X foram realizadas na superfície da chapa (superfície de laminação). O cálculo da função distribuição de orientações foi realizado com o programa desenvolvido por Lima (1991), utilizando as figuras de pólos incompletas para os planos {110}, {200}, {211} e {310}. Esse programa, que calcula a função distribuição de orientações, é específico para simetria da amostra ortorrômbica e simetria do cristal cúbica. Assim sendo, são utilizados apenas os dados de um dos quadrantes da figura de pólos. A obtenção experimental da figura de pólos para todos os quadrantes tem por objetivo a avaliação da simetria da amostra, de maneira a garantir a correta utilização do programa, e também, permitir a obtenção da média aritmética para a intensidade, a partir da redução dos dados dos quatro quadrantes para um só quadrante.

Nas Figuras 5.2.1 e 5.2.2 são apresentadas as funções de distribuição de orientações (FDO) de duas amostras de aço 2% Si: deformada 8,6% (encruada); deformada 8,6% e adicionalmente recozida 5 minutos em banho de sal a 760°C, respectivamente. As FDOs das amostras recozidas por 10 e 30 minutos após a deformação não foram apresentadas, pois o material apresentava grãos muitos grandes (com diâmetro médio de cerca de 300 µm; conforme ilustra a Figura 5.1.1d) e portanto em pequeno número, o que não permite a

obtenção de figuras de pólos estatisticamente confiáveis. Este fato é facilmente visualizado na Figura 5.2.3, onde são apresentadas as figuras de pólos (110) das amostras: deformada 8,6% (a) e deformada 8,6% com recozimento de 10 minutos em banho de sal a 760°C (b), respectivamente. Na primeira figura de pólos pode ser observada a perfeita simetria ortorrômbica típica de materiais laminados e com boa estatística de grãos. As figuras de pólos para a amostra deformada 8,6% e recozida por 10 minutos em banho de sal a 760°C não apresenta esta simetria, já que é uma figura de pólos típica de material com grãos grosseiros.

Para facilitar a análise da evolução da textura durante o recozimento a 760° C, na Figura 5.2.4 é apresentada a função distribuição de orientações, para a seção  $\phi_2 = 0^\circ$ , calculada para  $L_{\text{máx}} = 22$ , a partir de dados obtidos na superfície de laminação das amostras de aço 2% Si, encruada (a) e encruada e recozida por 5 minutos (b).

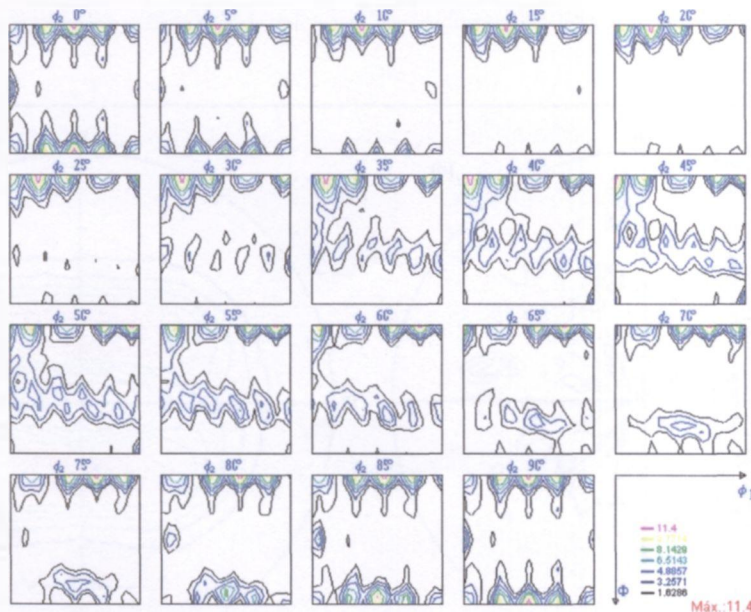


Figura 5.2.1: Função distribuição de orientações obtida na superfície de laminação da amostra de aço 2% Si deformada 8,6% por laminação a frio.

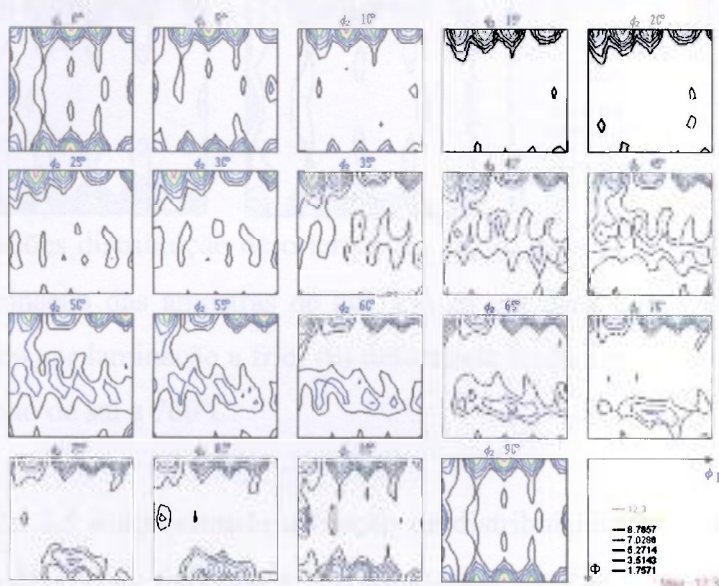


Figura 5.2.2: Função distribuição de orientações obtida na superfície de laminação da amostra de aço 2% Si deformada 8,6% por laminação a frio e recozida 5 minutos a 760°C.

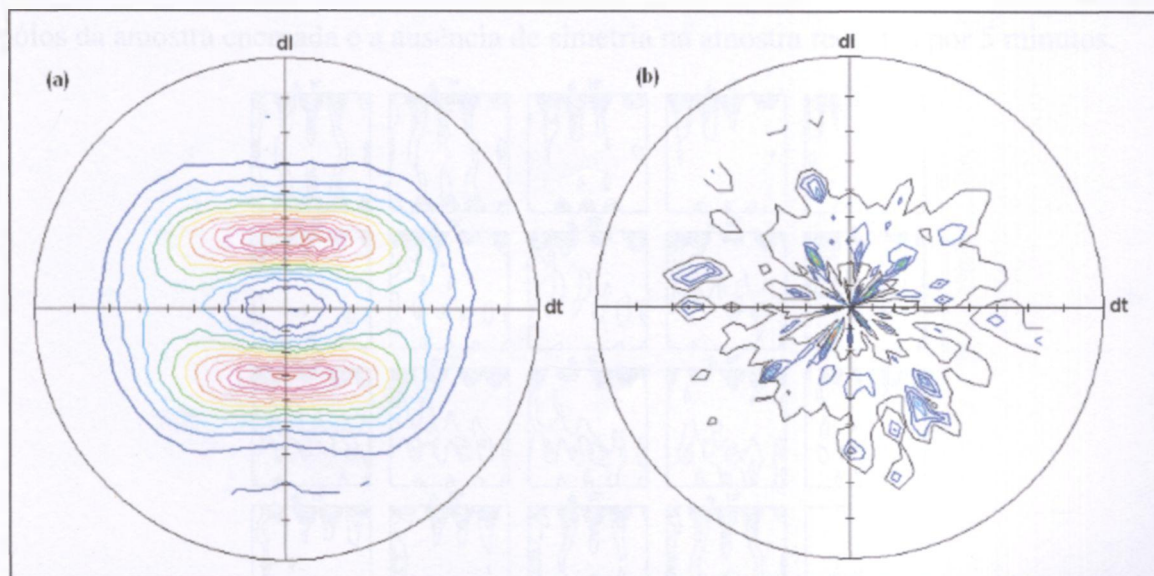


Figura 5.2.3: Figuras de pólos (110) obtidas na superfície de laminação das amostras de aço 2% Si em duas condições: (a) deformada 8,6% por laminação a frio; (b) deformada 8,6% e recozida por 10 minutos em banho de sal a 760°C.

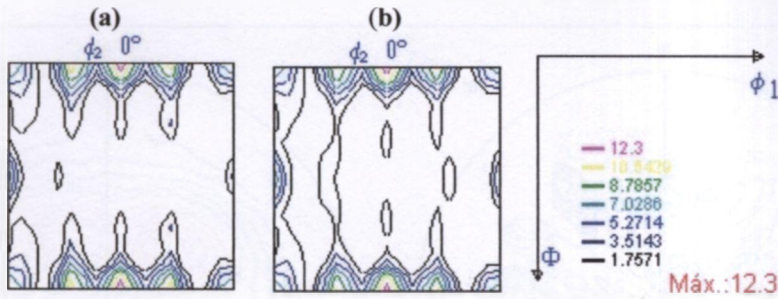


Figura 5.2.4: Funções distribuição de orientações, seção  $\phi_2 = 0^\circ$ , obtidas na superfície de laminação das amostras de aço 2% Si em duas condições: (a) deformada 8,6% por laminação a frio; (b) deformada 8,6% e recozida por 5 minutos em banho de sal a  $760^\circ\text{C}$ .

Na Figura 5.2.5 é apresentada a função de distribuição de orientações (FDO) da amostra de aço ABNT 1006 deformada 9% (encruada). As FDOs das amostras recozidas em banho de sal por 5, 10 e 30 minutos após a deformação, não foram apresentadas, pois o material apresenta distribuição de tamanho de grão bimodal, sendo que os grãos muito grandes possuem diâmetro médio de cerca de  $300\ \mu\text{m}$  (conforme ilustra a Figura 5.1.2b, c, d, e) e, portanto, se apresentam em pequeno número, o que não permite a obtenção de figuras de pólos estatisticamente confiáveis. Na Figura 5.2.6 são apresentadas as figuras de pólos (110) das amostras deformada 9% (a) e deformada 9% e adicionalmente recozida 5 minutos em banho de sal a  $760^\circ\text{C}$  (b), respectivamente. Verifica-se a simetria na figura de pólos da amostra encruada e a ausência de simetria na amostra recozida por 5 minutos.

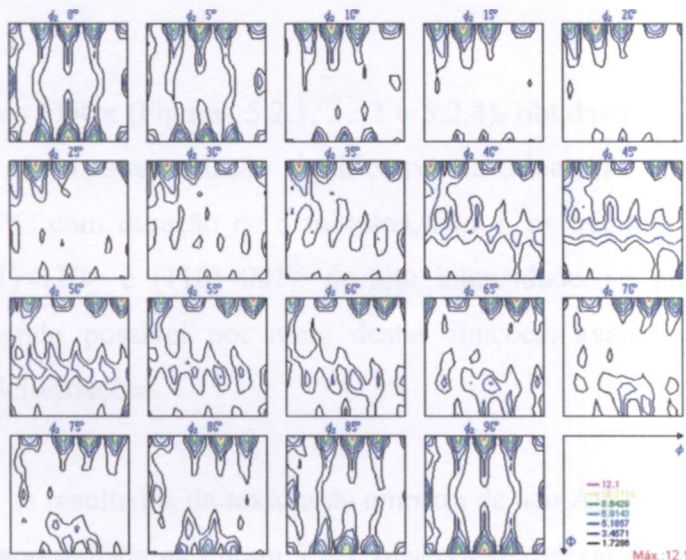


Figura 5.2.5: Função distribuição de orientações obtida na superfície de laminação da amostra de aço ABNT 1006 deformada 9% por laminação a frio.

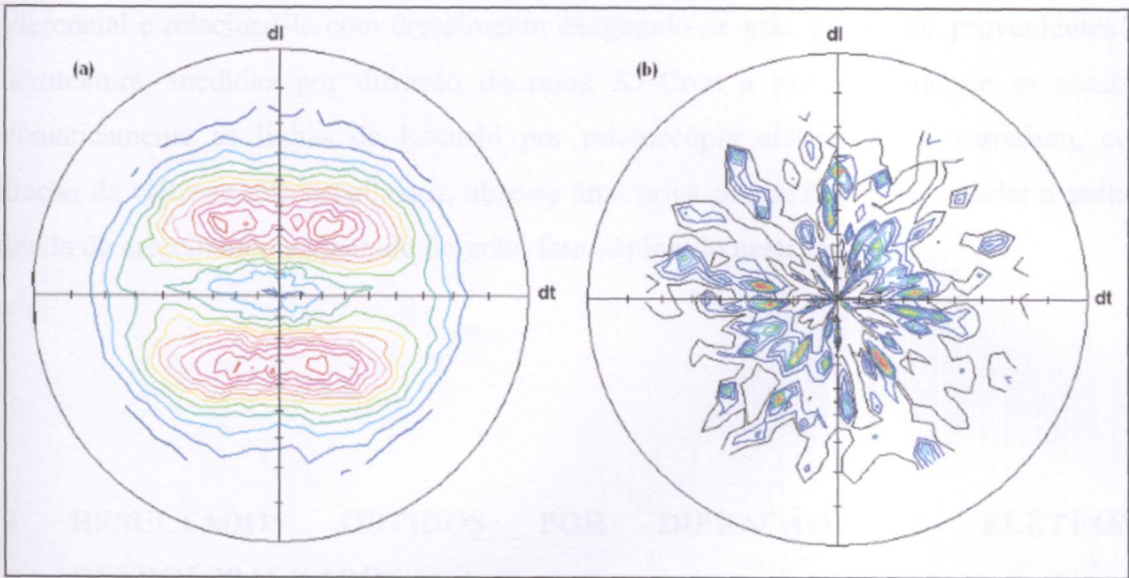


Figura 5.2.6: Figuras de pólos (110) obtidas na superfície de laminação das amostras de aço ABNT 1006 em duas condições: (a) deformada 9% por laminação a frio e (b) deformada 9% e recozida por 5 minutos a 760°C.

Analisando-se as Figuras 5.2.1, 5.2.2, 5.2.4 e 5.2.5, verifica-se a presença das orientações preferenciais típicas de aços baixo carbono deformados na faixa de 65 a 70% de redução em espessura por laminação e totalmente recristalizados, isto é, fibra  $\langle 111 \rangle$  de baixa intensidade e a presença dos componentes  $(001)\langle 110 \rangle$  e  $(110)\langle 001 \rangle$  com alta intensidade. Estes resultados estão de acordo, por exemplo, com aqueles obtidos por Park e Szpunar (2003).

A análise das FDOs (Figuras 5.2.1, 5.2.2 e 5.2.4), obtidas por difração de raios X, para o aço 2% Si não mostra variação significativa na orientação preferencial durante o recozimento a 760°C com duração de 5 minutos, isto é, as orientações  $\langle 111 \rangle$  de baixa intensidade e  $(001)\langle 110 \rangle$  e  $(110)\langle 001 \rangle$  de alta intensidade, se mantêm praticamente invariáveis, não sendo possível por meio destas funções, avaliar as orientações que sofreram maiores deformações.

Analisando os resultados da textura da amostra de aço ABNT 1006 deformada 9%, por meio da FDO apresentada na Figura 5.2.5, observa-se que essa função é muito similar àquela obtida para o aço 2% Si no estado encruado.

Estes resultados evidenciam a dificuldade experimental para avaliar a orientação preferencial e relacioná-la com crescimento exagerado de grão por dados provenientes da microtextura, medidas por difração de raios X. Com a possibilidade de se analisar automaticamente as linhas de Kikuchi por microscopia eletrônica de varredura, com difração de elétrons retroespalhados, abre-se uma nova perspectiva para estudar a textura oriunda do crescimento exagerado de grão, fato explorado neste trabalho.

### **5.3 RESULTADOS OBTIDOS POR DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS**

As análises realizadas por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) foram feitas nas três secções da chapa: normal (na superfície de laminação), longitudinal e transversal. Foram determinados mapas de grãos, sendo que cada cor representa a orientação cristalográfica do grão em relação à direção normal à superfície, na qual foi efetuada a medida. Foram também determinados os mapas de contorno de grão, sendo que as cores neste caso definem a faixa de ângulos de relação de orientação entre os grãos, ou seja, se são contornos de baixo, médio ou de alto ângulo. Além disso, foram determinados os histogramas de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") para verificar a relação de orientações especiais entre grãos e os histogramas de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), a fim de verificar se a relação de orientação está ao acaso, isto é, segue a distribuição de Mackenzie (1957, 1958) ou se há relação de orientação preferencial entre grãos.

Para facilitar a apresentação e a discussão, os resultados de microtextura e mesotextura obtidos por EBSD serão subdivididos em duas subsecções: aço 2% Si (5.3.1) e aço ABNT 1006 (5.3.2).

### 5.3.1 RESULTADOS OBTIDOS POR DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS PARA O AÇO 2% Si

Nas Figuras 5.3.1.1 (a), (b), (c), (d) e (e) são apresentados os mapas de orientação de grãos das amostras de aço 2% Si nos diversos estados, para a secção **normal**.

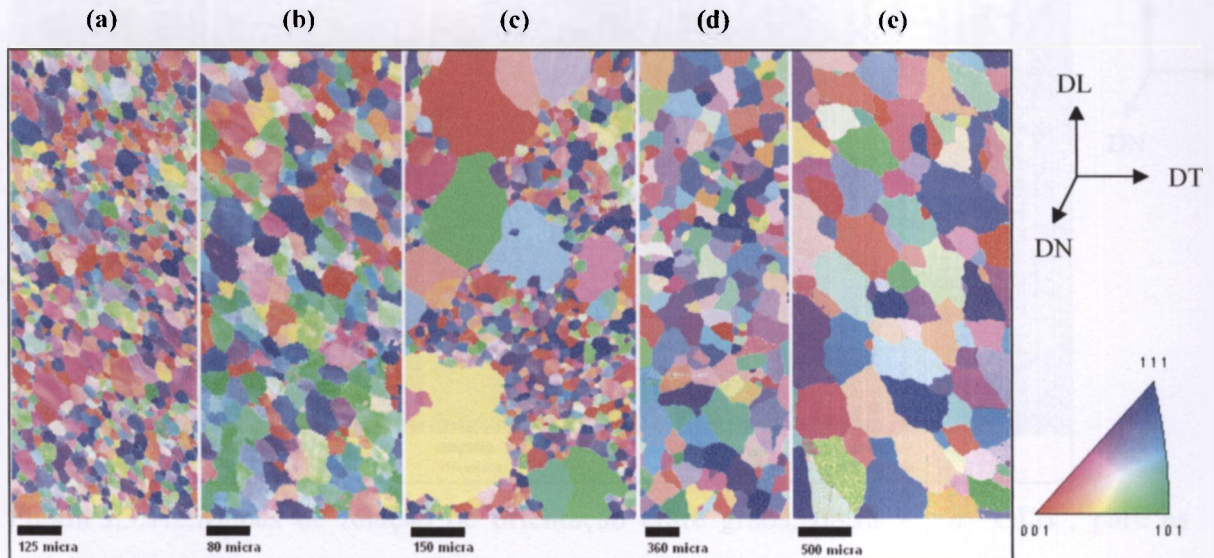


Figura 5.3.1.1: Mapas de orientação de grãos para as amostras de aço 2% Si, secção **normal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 30 minutos; (e) tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1). À direita encontra-se o código de cores definindo as orientações de cada grão. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Nas Figuras 5.3.1.2 (a), (b), (c), (d) e (e) são apresentados os mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "orientation imaging microscopy - OIM", das amostras de aço 2% Si nos diversos estados, secção **normal**.

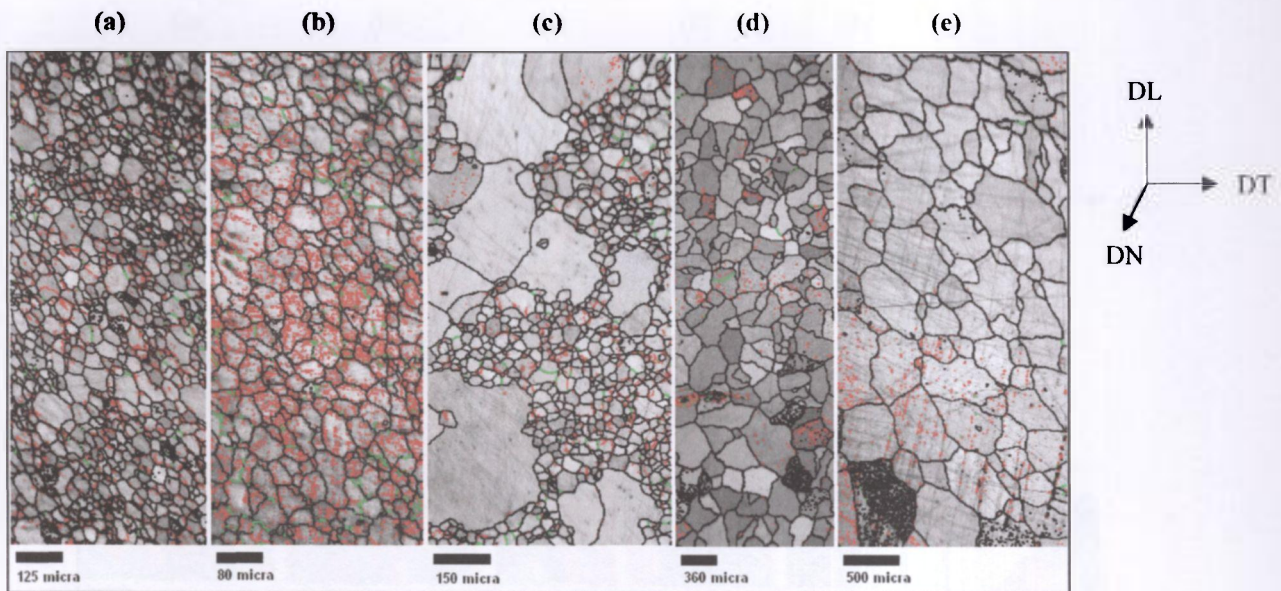


Figura 5.3.1.2: Mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "OIM", para as amostras de aço 2% Si, secção **normal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 30 minutos; (e) tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1). Os contornos vermelhos correspondem a contornos com relação de orientação entre  $1^\circ$  e  $5^\circ$ , os contornos verdes correspondem a contornos com relação de orientação entre  $5^\circ$  e  $10^\circ$  e os contornos pretos correspondem a contornos com relação de orientação maior que  $10^\circ$ . Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Nas Figuras 5.3.1.3 (a), (b), (c), (d) e (e) são apresentados os mapas de orientação de grãos das amostras de aço 2% Si nos diversos estados, para a secção **longitudinal**.

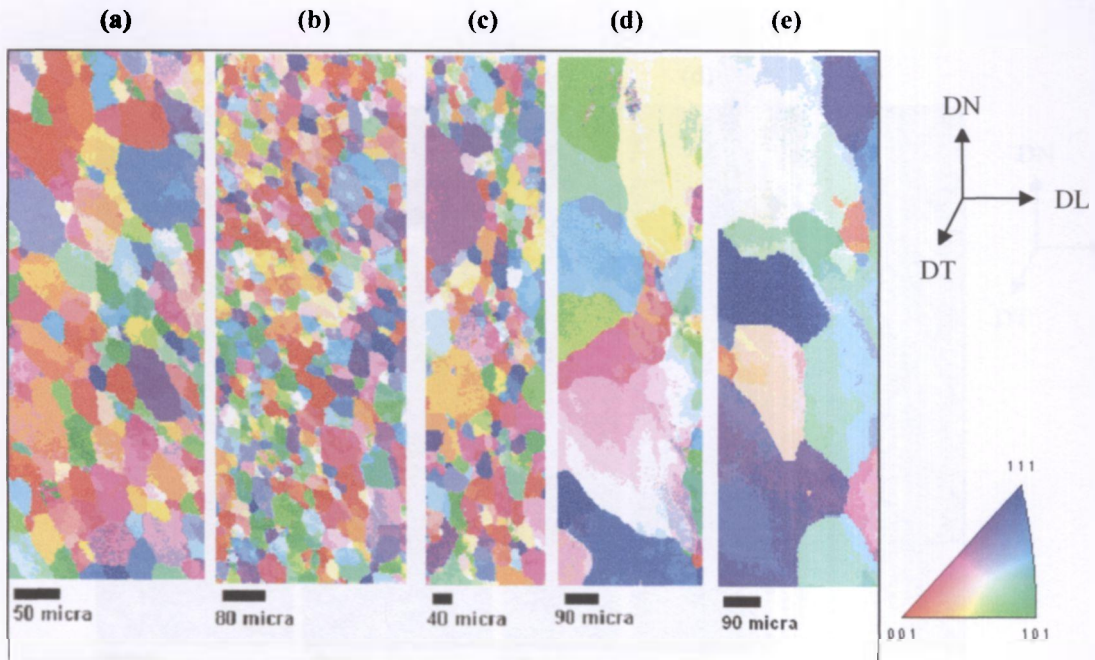


Figura 5.3.1.3: Mapas de orientação de grãos para as amostras de aço 2% Si, secção **longitudinal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 30 minutos; (e) tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1). À direita encontra-se o código de cores definindo as orientações de cada grão. A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Nas Figuras 5.3.1.4 (a), (b), (c), (d) e (e) são apresentados os mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "orientation imaging microscopy - OIM", das amostras de aço 2% Si nos diversos estados, secção **longitudinal**.

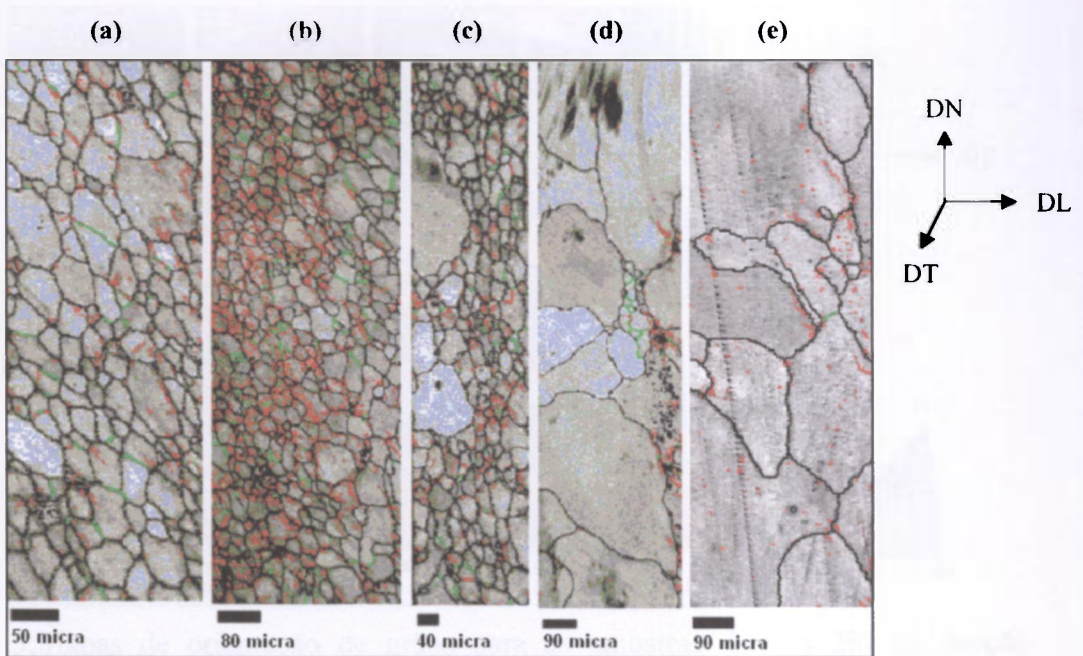


Figura 5.3.1.4: Mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "OIM", para as amostras de aço 2% Si, secção **longitudinal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 30 minutos; (e) tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1). Os contornos vermelhos correspondem a contornos com relação de orientação entre  $1^\circ$  e  $5^\circ$ , os contornos verdes correspondem a contornos com relação de orientação entre  $5^\circ$  e  $10^\circ$  e os contornos pretos correspondem a contornos com relação de orientação maior que  $10^\circ$ . A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Nas Figuras 5.3.1.5 (a), (b), (c), (d) e (e) são apresentados os mapas de orientação de grãos das amostras de aço 2% Si nos diversos estados, para a secção **transversal**.

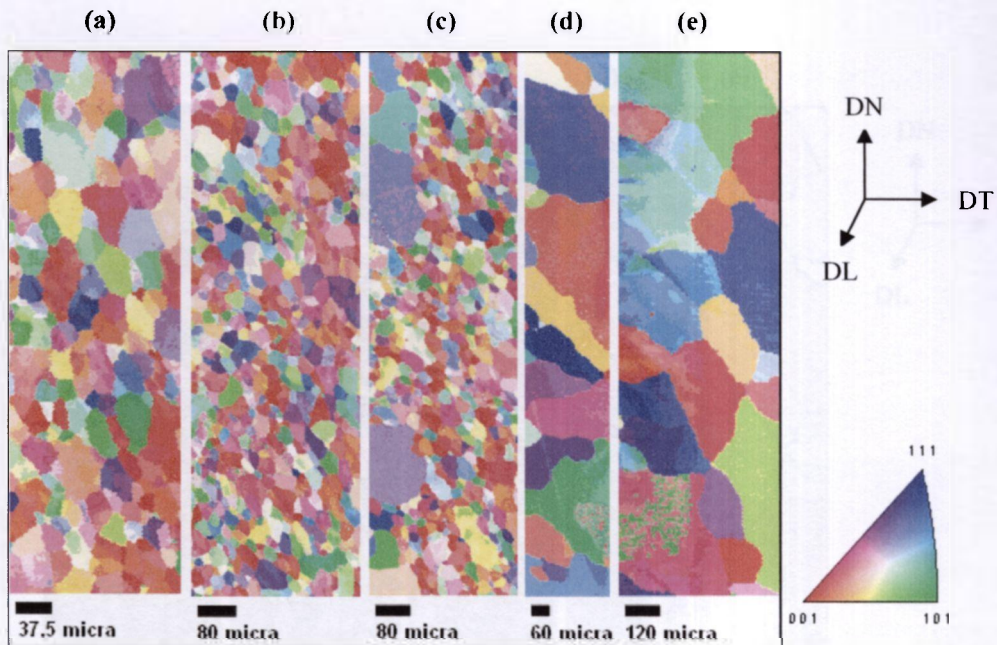


Figura 5.3.1.5: Mapas de orientação de grãos para as amostras de aço 2% Si, secção **transversal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 30 minutos; (e) tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1). À direita encontra-se o código de cores definindo as orientações de cada grão. A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Nas Figuras 5.3.1.6 (a), (b), (c), (d) e (e) são apresentados os mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "orientation imaging microscopy - OIM", das amostras de aço 2% Si nos diversos estados, secção **transversal**.

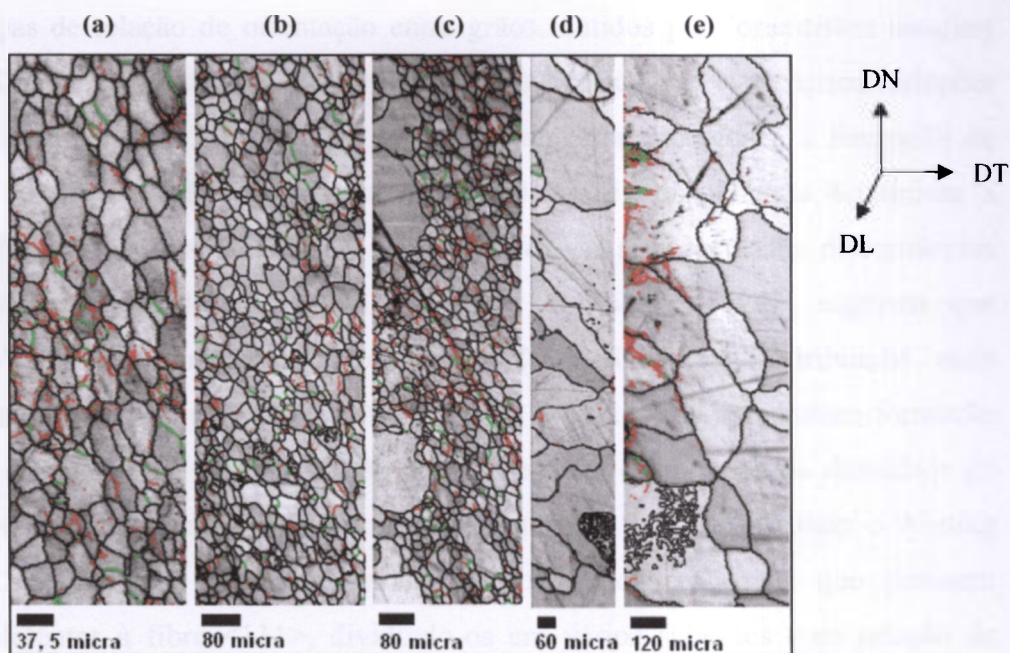


Figura 5.3.1.6: Mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "OIM", para as amostras de aço 2% Si, secção **transversal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 30 minutos; (e) tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1). Os contornos vermelhos correspondem a contornos com relação de orientação entre  $1^\circ$  e  $5^\circ$ , os contornos verdes correspondem a contornos com relação de orientação entre  $5^\circ$  e  $10^\circ$  e os contornos pretos correspondem a contornos com relação de orientação maior que  $10^\circ$ . A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Os mapas de orientação de grãos obtidos por EBSD (Figuras 5.3.1.1, 5.3.1.3 e 5.3.1.5) mostram a variação da microestrutura em função do tempo de recozimento. A amostra encruada e a recozida por 5 minutos apresentam praticamente a mesma microestrutura, resultado corroborado pela FDO apresentada na Figura 5.2.4.

Os mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "orientation imaging microscopy - OIM", (Figuras 5.3.1.2, 5.3.1.4 e 5.3.1.6), por sua vez, evidenciam variações microestruturais importantes. O principal evento na amostra encruada é a formação de discordâncias dentro dos grãos. A técnica de EBSD não é sensível para determinar a presença de discordâncias isoladamente. A densidade e o arranjo destas discordâncias dependem da orientação de cada grão. De Boer e Wieting (1997) sugerem que discordâncias em grãos orientados próximos a  $\{001\}$ //DN têm distribuição mais homogênea, enquanto grãos com orientação próximas a  $\{111\}$ //DN apresentam formação de células de discordâncias. A recuperação leva a pequena diminuição da densidade de discordâncias e principalmente à formação de subcontornos. Segundo De Boer e Wieting (1997), estes subcontornos são freqüentemente encontrados em grãos que possuem orientações referentes à fibra  $\langle 111 \rangle$ , dividindo-os em vários subgrãos com relação de orientação em torno de  $1^\circ$  a  $2^\circ$ . Estas relações de orientação podem ser detectadas por EBSD. A amostra encruada apresenta baixa densidade de subcontornos. Após o tratamento térmico de 5 minutos, percebe-se uma alta densidade destes subcontornos.

Este fato é verificado nas Figuras 5.3.1.2b, 5.3.1.4b e 5.3.1.6b, onde se observa a formação de uma alta densidade de contornos de baixo ângulo após o tratamento por 5 minutos. O recozimento por 5 minutos não foi suficiente para causar recristalização do material, mas favoreceu a recuperação e o conseqüente aparecimento destes subcontornos. A densidade de subcontornos diminui da superfície para o centro da amostra. Além disto, é verificado que grãos vizinhos também apresentam diferenças de densidade. Os contornos de alto ângulo circundados por grande densidade de contornos de baixo ângulo, geram as condições para ocorrer migração de contorno de grão induzida por deformação ("strain induced grain boundary migration" - SIBM). Nas Figuras 5.3.1.4(c) e 5.3.1.6(c), referentes às amostras tratadas termicamente por 10 minutos, em cortes longitudinal e transversal à direção de laminação, respectivamente, observou-se que o crescimento dos grãos ocorre da

superfície para o centro da amostra, confirmando o esperado para este mecanismo (Kováč et al., 2004). Este crescimento não é isotrópico, isto é, não há uma frente de crescimento comum a todos os grãos. Observou-se, entretanto, que alguns grãos, provavelmente, com orientação mais favorável em relação a seu vizinho predominam no crescimento. Após o crescimento dos grãos, estes se apresentam heterogêneos na forma e no tamanho.

A relação de orientação preferencial entre os grãos é dada, predominantemente, por  $\Sigma 3$  e por  $\Sigma 13b$ , ou seja, rotação de  $60^\circ$  em torno da direção  $\langle 111 \rangle$  e de  $27,79^\circ$  em torno da direção  $\langle 111 \rangle$  (observar Tabela 5.3.1.1). Esta afirmação pode ser verificada nos histogramas de sítio de coincidência de rede ("coincidence site lattice"), apresentados a seguir nas Figuras 5.3.1.7 a 5.3.1.21. A direita destes, são apresentados, também, os histogramas de relação de orientação entre grãos ("misorientation distribution"), para as amostras de aço 2% Si, em secções normal, longitudinal e transversal à direção de laminação, para todas as condições de tratamentos térmicos a que este aço foi submetido. Estes histogramas foram feitos para avaliar a relação entre os sítios de coincidência da rede, que são contornos especiais. Desta forma, foi possível verificar se a relação de orientação entre os grãos estava ao acaso, ou seja, obedecia a distribuição de Mackenzie (Mackenzie, 1957 e 1958) (vide Figura 5.3.1.22).

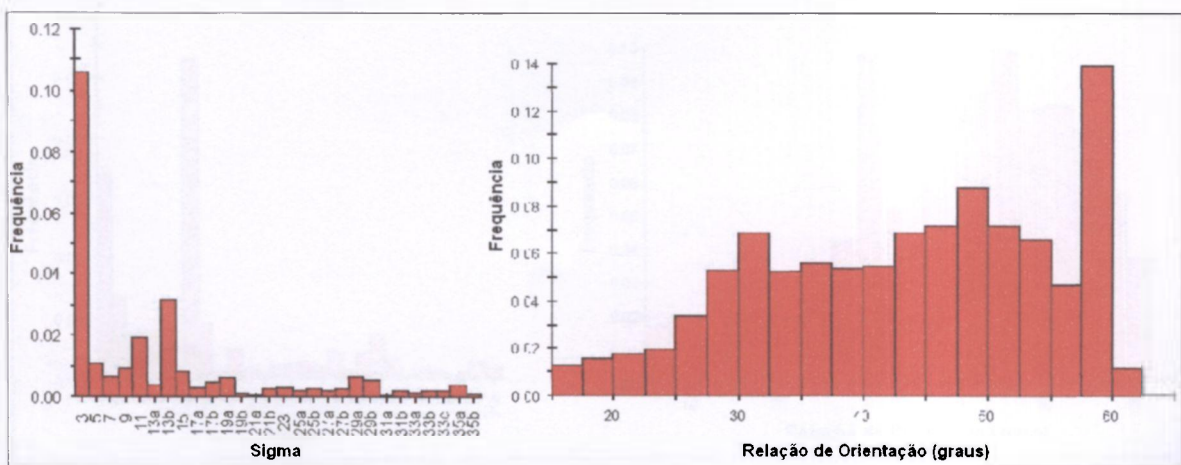


Figura 5.3.1.7: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **normal**, na condição encruada.

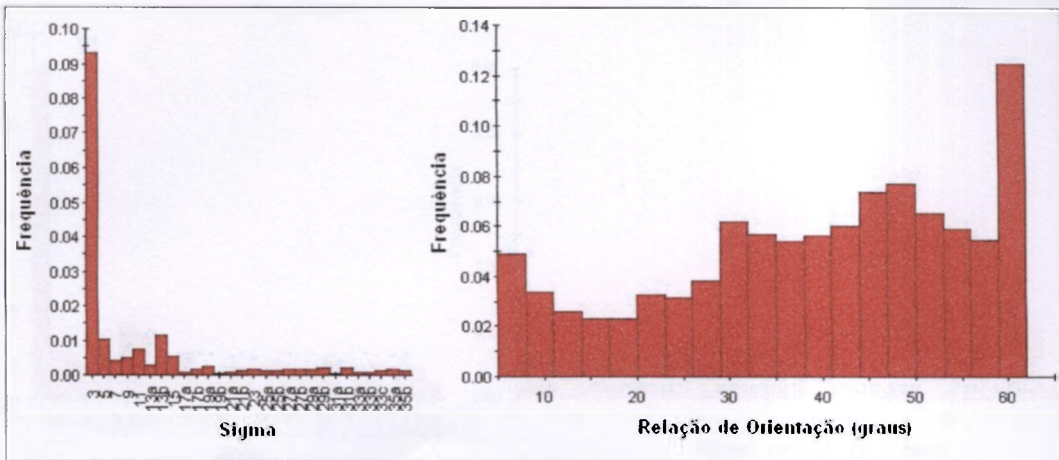


Figura 5.3.1.8: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **normal**, na condição tratada termicamente por 5 minutos.

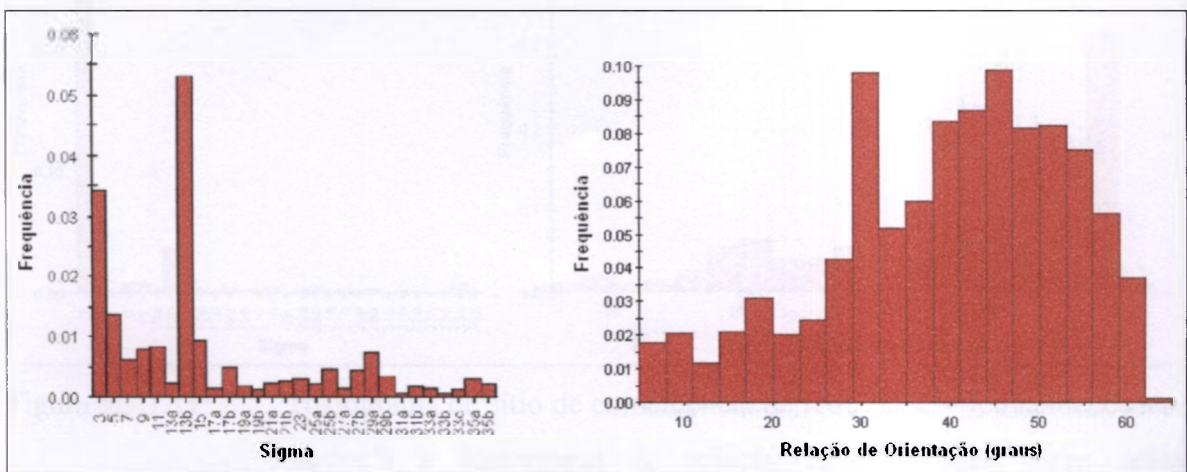


Figura 5.3.1.9: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **normal**, na condição tratada termicamente por 10 minutos.

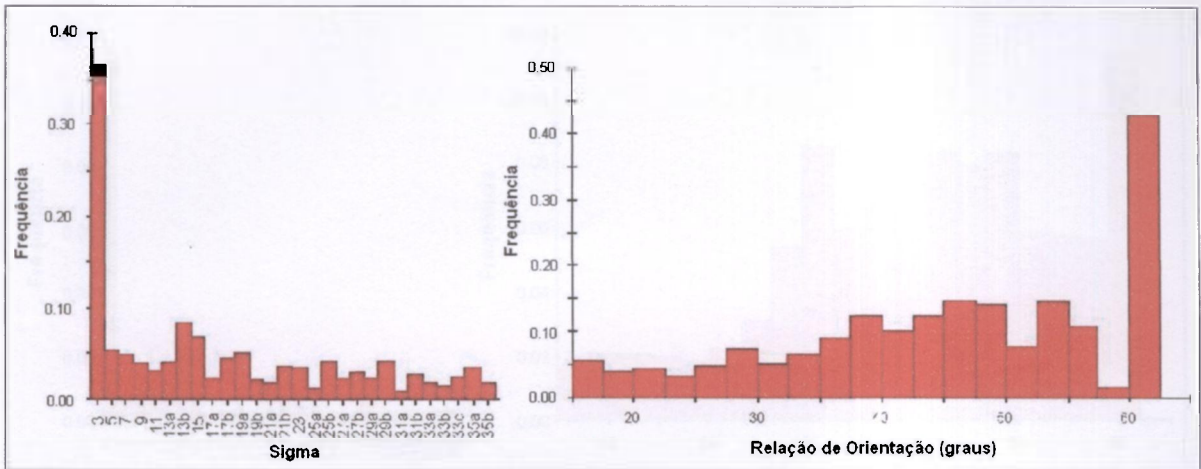


Figura 5.3.1.10: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **normal**, na condição tratada termicamente por 30 minutos.

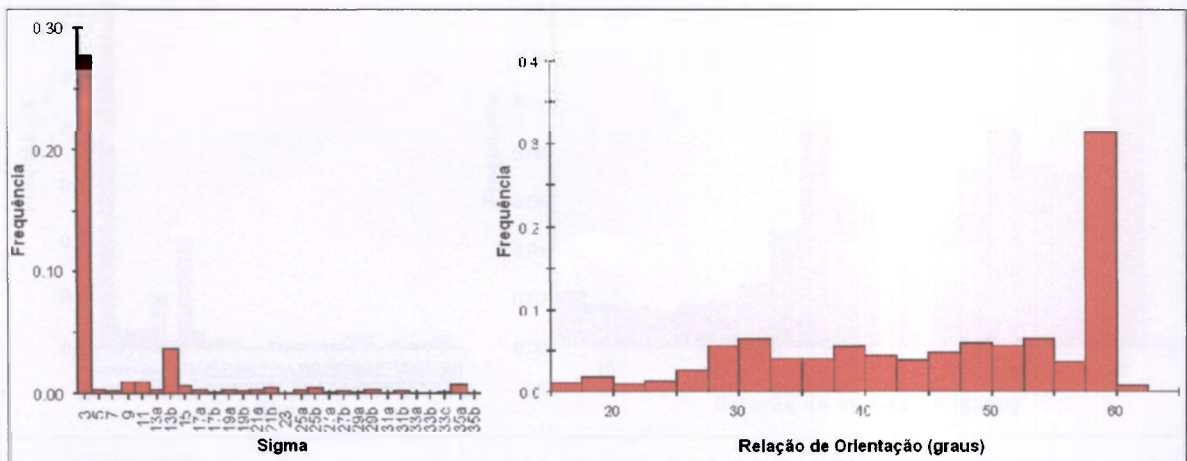


Figura 5.3.1.11: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **normal**, na condição tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1).

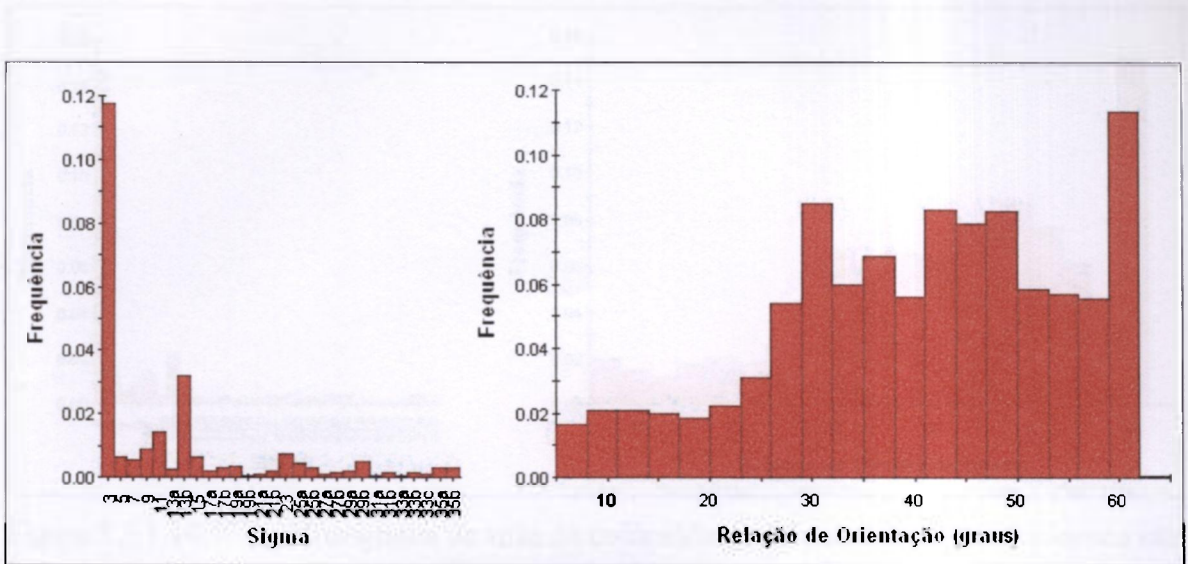


Figura 5.3.1.12: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **longitudinal**, na condição encruada.

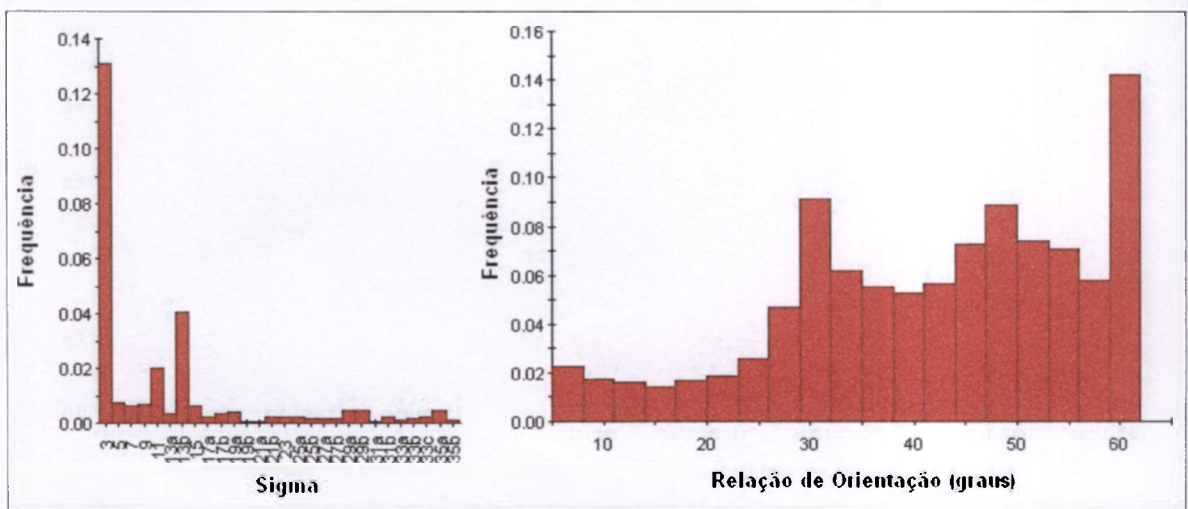


Figura 5.3.1.13: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **longitudinal**, na condição tratada termicamente por 5 minutos.

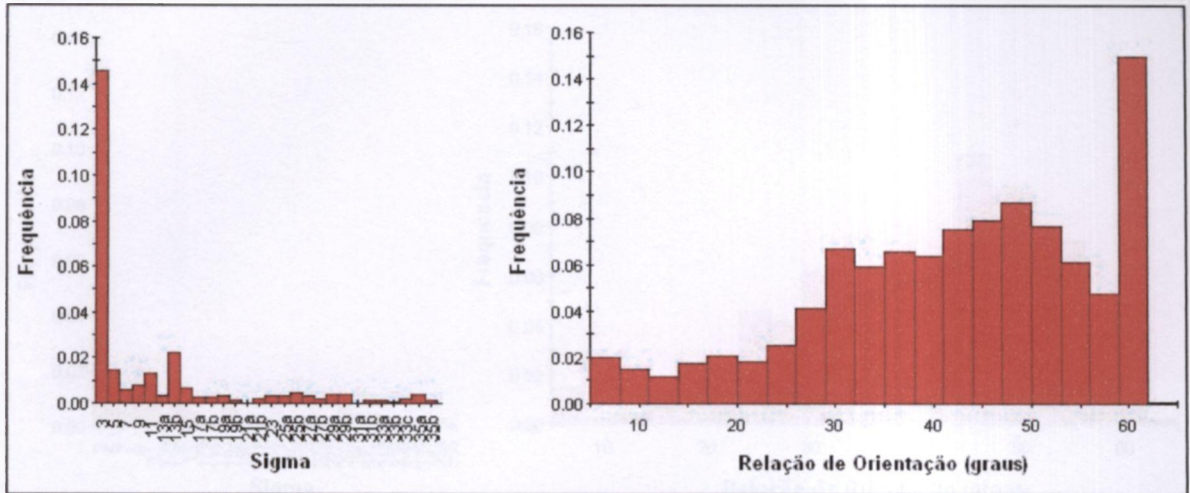


Figura 5.3.1.14: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **longitudinal**, na condição tratada termicamente por 10 minutos.

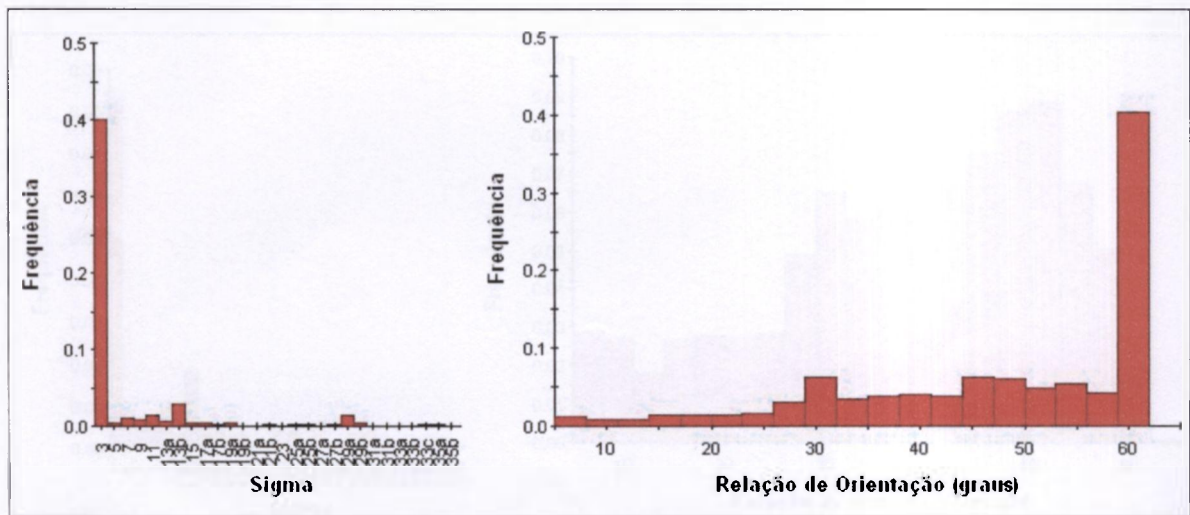


Figura 5.3.1.15: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **longitudinal**, na condição tratada termicamente por 30 minutos.

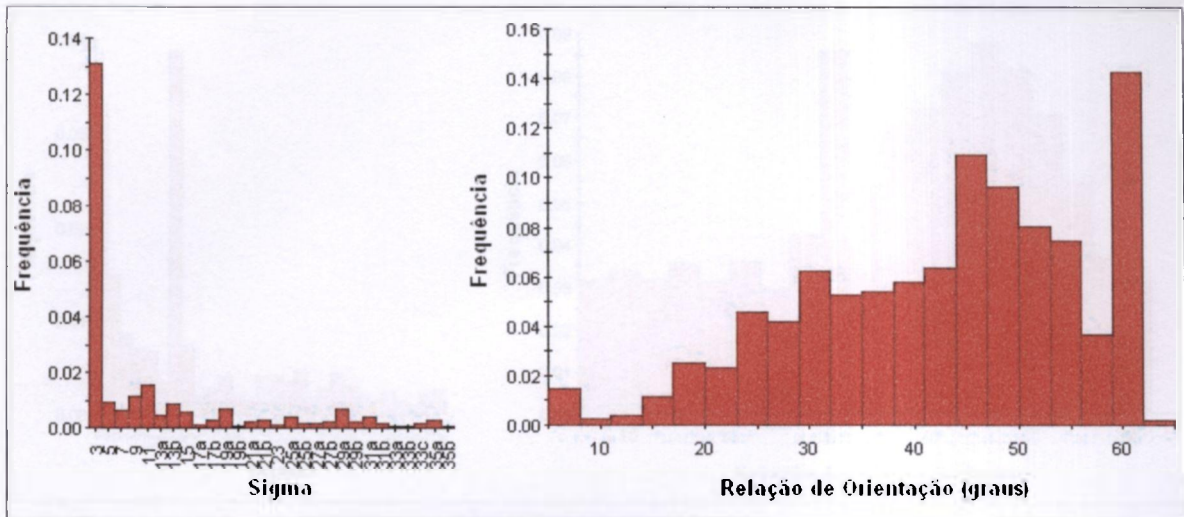


Figura 5.3.1.16: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **longitudinal**, na condição tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1).

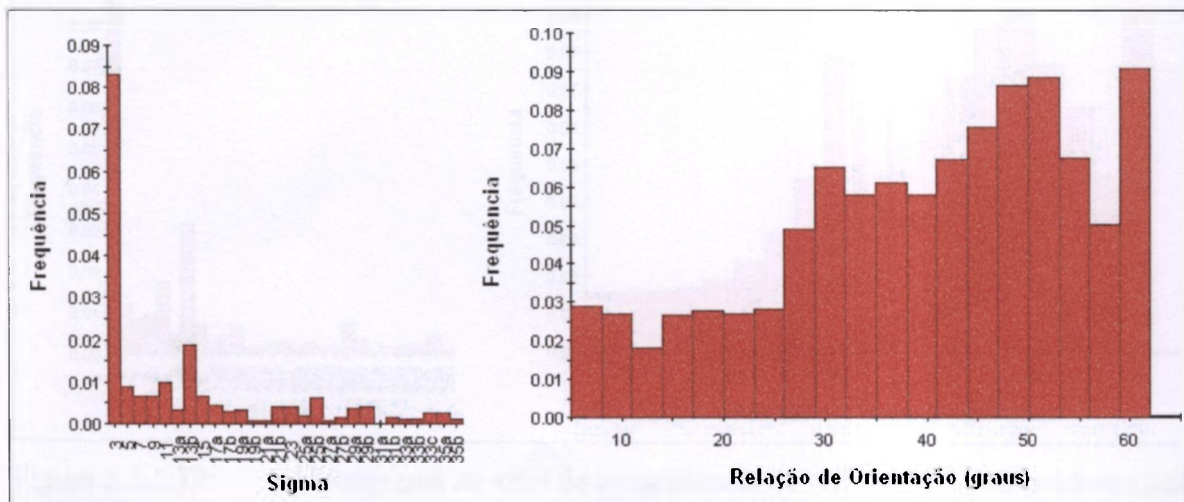


Figura 5.3.1.17: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **transversal**, na condição encruada.

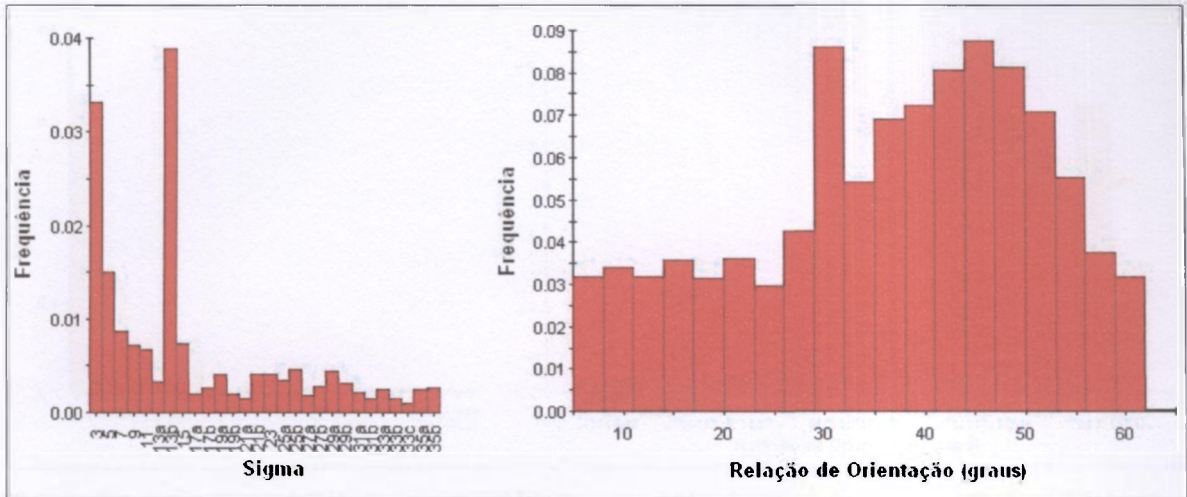


Figura 5.3.1.18: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **transversal**, na condição tratada termicamente por 5 minutos.

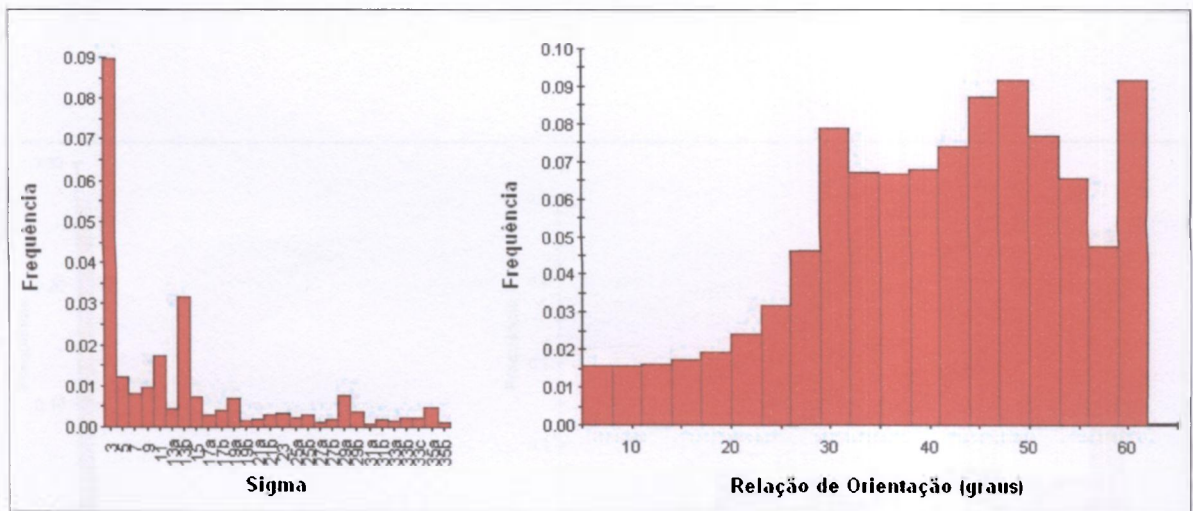


Figura 5.3.1.19: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **transversal**, na condição tratada termicamente por 10 minutos.

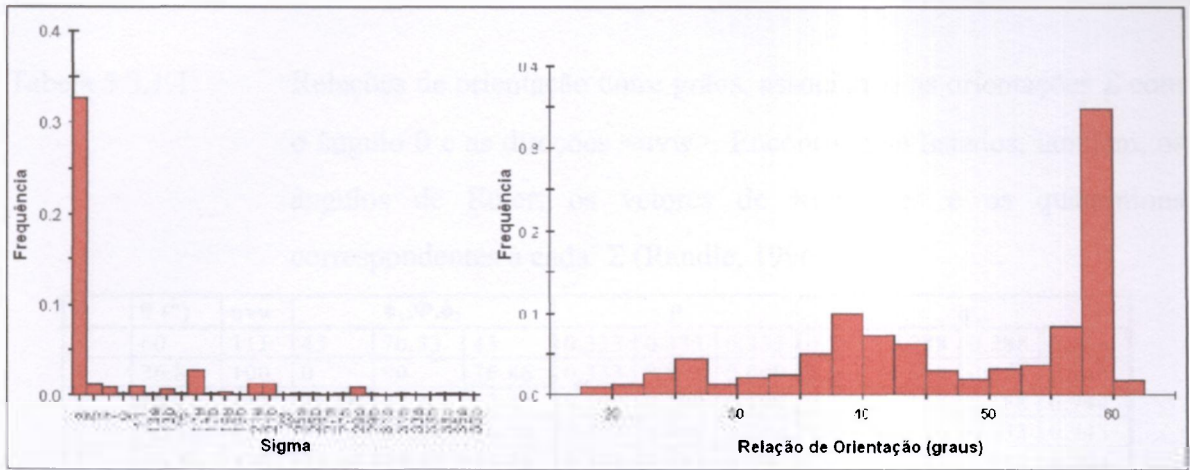


Figura 5.3.1.20: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **transversal**, na condição tratada termicamente por 30 minutos.

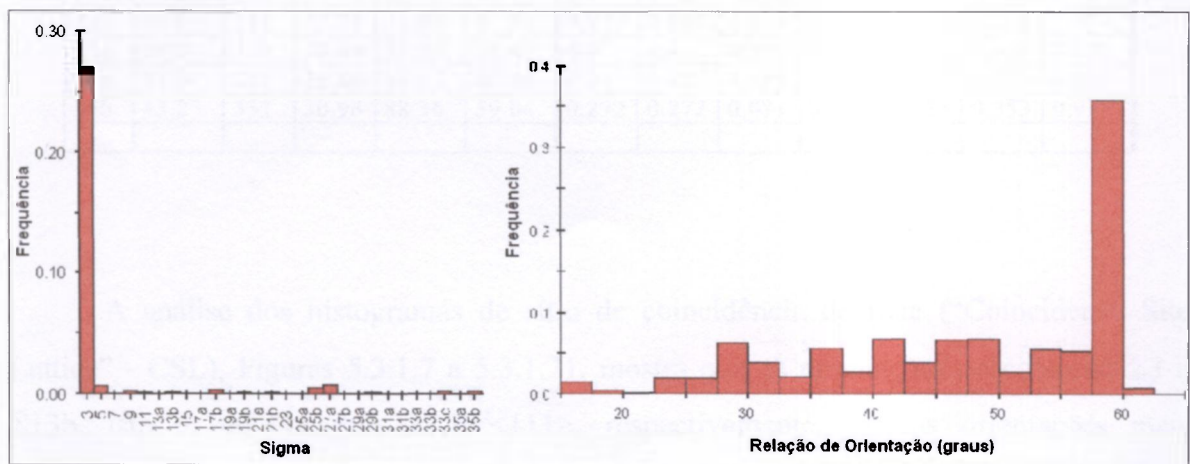


Figura 5.3.1.21: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço 2% Si, secção **transversal**, na condição tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1).

Tabela 5.3.1.1: Relações de orientação entre grãos, associando as orientações  $\Sigma$  com o ângulo  $\theta$  e as direções  $\langle uvw \rangle$ . Encontram-se listados, também, os ângulos de Euler, os vetores de Rodrigues e os quaternions correspondentes a cada  $\Sigma$  (Randle, 1996).

$\Sigma$	$\theta$ (°)	uvw	$\phi_1, \Phi, \phi_2$			$\rho$			$q$			
3	60	111	45	70.53	45	0.333	0.333	0.333	0.288	0.288	0.288	0.866
5	36.86	100	0	90	36.86	0.333	0.000	0.000	0.000	0.000	0.316	0.948
7	38.21	111	26.56	73.4	63.44	0.199	0.199	0.199	0.188	0.188	0.188	0.944
9	38.94	110	26.56	83.62	26.56	0.353	0.000	0.000	0.000	0.000	0.333	0.943
11	50.47	110	33.68	79.53	33.68	0.333	0.333	0.000	0.000	0.302	0.302	0.904
13a	22.62	100	0	90	22.62	0.2	0.000	0.000	0.000	0.000	0.196	0.981
13b	27.79	111	18.43	76.66	71.57	0.143	0.143	0.143	0.139	0.139	0.139	0.971
15	48.19	210	19.65	82.33	42.27	0.400	0.200	0.000	0.000	0.183	0.365	0.913
17a	28.07	100	0	90	28.07	0.250	0.000	0.000	0.000	0.000	0.243	0.970
17b	61.9	221	45	86.63	45	0.4	0.4	0.2	0.171	0.343	0.343	0.858
19a	26.53	110	18.44	89.68	18.44	0.166	0.166	0.000	0.000	0.162	0.162	0.973
19b	46.8	111	33.69	71.59	56.31	0.25	0.25	0.25	0.229	0.229	0.229	0.918
21a	21.78	111	14.03	79.02	75.97	0.111	0.111	0.111	0.109	0.109	0.109	0.982
21b	44.41	211	22.83	79.02	50.91	0.333	0.167	0.167	0.154	0.154	0.308	0.926
23	40.45	311	15.25	82.51	52.13	0.334	0.111	0.111	0.104	0.104	0.313	0.938
25a	16.26	100	0	90	16.26	0.143	0.000	0.000	0.000	0.000	0.142	0.99
25b	51.68	331	36.87	90	53.13	0.333	0.333	0.111	0.100	0.300	0.300	0.9
27a	31.59	110	21.8	85.75	21.8	0.200	0.200	0.000	0.000	0.193	0.193	0.962
27b	35.43	210	15.07	85.75	31.33	0.285	0.143	0.000	0.000	0.136	0.272	0.953
29a	43.6	100	0	90	43.6	0.400	0.000	0.000	0.000	0.000	0.393	0.928
29b	46.4	221	33.69	84.06	56.31	0.286	0.286	0.143	0.131	0.263	0.263	0.919
31a	17.9	111	11.31	80.72	78.69	0.091	0.091	0.091	0.09	0.09	0.09	0.988
31b	52.2	211	27.41	78.84	43.66	0.4	0.2	0.2	0.180	0.18	0.359	0.898
33a	20.1	110	12.34	83.04	58.73	0.125	0.125	0.000	0.000	0.123	0.123	0.985
33b	33.6	311	37.51	76.84	37.51	0.273	0.091	0.091	0.087	0.087	0.261	0.957
33c	59.0	110	38.66	75.97	38.66	0.4	0.4	0.000	0.000	0.348	0.348	0.870
35a	34.0	211	16.86	80.13	60.46	0.25	0.125	0.125	0.119	0.119	0.239	0.956
35b	43.2	331	30.96	88.36	59.04	0.272	0.272	0.091	0.083	0.253	0.253	0.93

A análise dos histogramas de sítio de coincidência de rede (“Coincidence Site Lattice” - CSL), Figuras 5.3.1.7 a 5.3.1.21, mostra que as orientações de contorno  $\Sigma 3$  e  $\Sigma 13b$ , isto é,  $60^\circ \langle 111 \rangle$  e  $27,79^\circ \langle 111 \rangle$ , respectivamente, são as orientações mais frequentes. Isto sugere que estas relações de orientação são relações estáveis e que quando os contornos com estas orientações se encontram, o movimento do contorno de grão é dificultado, fazendo com que outros contornos sejam consumidos primeiramente. Se este fenômeno ocorrer baseado na teoria do crescimento orientado (Doherty, 1997), os contornos destes núcleos crescem com relação de orientação com a matriz deformada de  $40^\circ \langle 111 \rangle$ . Estes contornos se encontram formando CSL tipo  $\Sigma 3$ . Supondo a teoria da

nucleação orientada, o fenômeno seria o mesmo, isto é, os núcleos possuem orientações pré-definidas pela matriz deformada, dependendo do sítio onde ocorre a nucleação, ocasionando o crescimento preferencial destes núcleos. Neste caso, não se poderia afirmar qual seria a relação de orientação final entre estes núcleos, desconhecendo-se o sítio em que ocorre a nucleação preferencial e o tipo de orientação.

Além disto, segundo Hutchinson (1984) existem diferentes modos de nucleação, que são descritos a seguir:

i) A nucleação pode se dar no interior dos grãos pelo crescimento dos subgrãos. Na seqüência, para formar contorno de grão de alto ângulo, que tem alta mobilidade, é necessário que a densidade dos subcontornos e a relação de orientação entre subgrãos seja alta, isto é, a energia armazenada do grão deformado, no qual ocorre nucleação, deve ser alta. A energia armazenada decresce seguindo a ordem de orientações do estado deformado, ou seja, ( $\{111\}\langle uvw \rangle$ ,  $\{112\}\langle 110 \rangle$  e  $\{001\}\langle 110 \rangle$ ). Isto significa que a recristalização deveria começar em grãos orientados  $\{111\}\langle uvw \rangle$ , enquanto que a nucleação em grãos orientados  $\{001\}\langle 110 \rangle$  deveria ocorrer em uma freqüência menor. Além disto, esses grãos podem ser consumidos pelo crescimento de outros grãos antes de começar a nucleação. O crescimento de grãos nucleados, por esse tipo de nucleação, favorece o aumento da componente de textura com alta energia armazenada no estado deformado, às expensas daquelas com baixa energia armazenada. Nesse caso, existe favorecimento na ocorrência de grãos pertencentes à fibra- $\gamma$  na textura de recristalização.

ii) Outro mecanismo que pode ocorrer é a nucleação no contorno de alto ângulo. Se o contorno de grão se localiza entre grãos de diferentes energias armazenadas, há uma força de deslocamento que resulta no movimento do contorno para dentro do grão com a mais alta energia armazenada, chamada de migração de contornos induzida pela deformação (SIBM). SIBM produz um comportamento de recristalização oposta quando comparada com o mecanismo mencionado acima. Nesse caso, a nucleação começa com orientações de baixa energia armazenada como aquelas entre  $\{001\}\langle 110 \rangle$  e  $\{112\}\langle 110 \rangle$ . Devido a alta redução de laminação a frio, a densidade do contorno de grão é alta de modo que existe um considerável número de grãos recristalizados por SIBM.

iii) O terceiro mecanismo a ser considerado, é a nucleação adjacente a partículas de segunda fase. Altas deformações em torno dos precipitados levam à nucleação preferencial nestas regiões, independente da orientação da matriz deformada. Nestes casos a textura de recristalização é fraca.

Estes mecanismos operam competitivamente, de modo que, a princípio, os grãos que nucleiam primeiro têm mais tempo para crescer e dominariam a textura de recristalização. Apesar disto, nenhum dos três mecanismos é suprimido. Conseqüentemente, apesar dos processos de nucleação ocorrerem em tempos distintos, a dependência temporal da nucleação tem pouca importância, uma vez que a mobilidade do contorno de grão é lenta devido a efeitos de travamento ao movimento do contorno. Este efeito pode ser causado pelo manganês ou carbono em solução sólida (Padilha & Siciliano, 1996; Heo et al., 2003) e, neste caso, também pelo silício. Desta forma, os núcleos que iniciaram a nucleação primária, não vão necessariamente crescer primeiro, consumindo outros sítios de nucleação com orientações menos favoráveis.

A análise dos histogramas de sítios de coincidência de rede, apresentados nas Figuras 5.3.1.7 a 5.3.1.21, indica que as relações são preferencialmente  $\Sigma 3$  e  $\Sigma 13b$ , isto é,  $60^\circ \langle 111 \rangle$  e  $27,79^\circ \langle 111 \rangle$ , respectivamente. Além disso, a frequência de ocorrência destes contornos especiais, quando comparados com a relação de orientação entre os grãos, se torna mais parecida quanto maior é o tempo de tratamento térmico (vide Tabela 5.3.1.2). Por estes resultados observa-se que as relações de orientações estáveis, que impedem a continuidade do crescimento do grão na temperatura utilizada, são os contornos especiais  $\Sigma 3$  e  $\Sigma 13b$ .

Quanto à distribuição de relação de orientação entre os grãos, observa-se que o material nos diferentes estados não apresenta distribuição ao acaso. Este efeito se torna mais acentuado à medida que ocorre o crescimento do grão, destacando-se a ocorrência da relação de orientação  $30^\circ$  e  $60^\circ$ . Na Figura 5.3.1.22 pode ser observado, para efeito de comparação, como se comporta a distribuição para relação de orientação ao acaso (distribuição de Mackenzie).

Tabela 5.3.1.2: Frequência de ocorrência de relação de orientação entre grãos para os diferentes tratamentos térmicos no aço 2% Si. As abreviações significam: enc – estado encruado, SN – secção normal, SL - secção longitudinal, ST - secção transversal e TT – tratamento térmico.

Amostra	Frequência de ocorrência da relação de orientação de $60^{\circ}$	Frequência de ocorrência do sítio de coincidência $\Sigma 3$	Frequência de ocorrência da relação de orientação de $30^{\circ}$	Frequência de ocorrência do sítio de coincidência $\Sigma 13b$
enc SN	0,14	0,10	0,07	0,03
enc SL	0,12	0,12	0,075	0,03
enc ST	0,09	0,08	0,07	0,02
TT 5 min SN	0,12	0,09	0,07	0,01
TT 5 min SL	0,14	0,14	0,10	0,04
TT 5 min ST	0,04	0,03	0,08	0,04
TT 10 min SN	0,06	0,04	0,09	0,06
TT 10 min SL	0,14	0,14	0,07	0,02
TT 10 min ST	0,09	0,09	0,07	0,03
TT 30 min SN	0,42	0,37	0,05	0,08
TT 30 min SL	0,40	0,40	0,05	0,04
TT 30 min ST	0,35	0,33	0,01	0,005
SEW SN	0,30	0,30	0,05	0,05
SEW SL	0,14	0,13	0,06	0,02
SEW ST	0,35	0,30	0,05	0,00

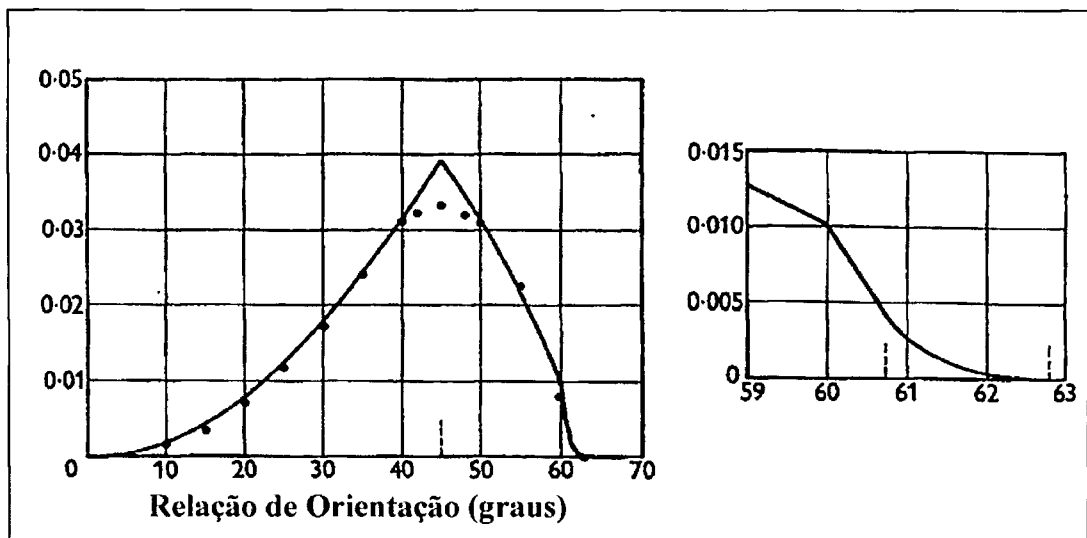


Figura 5.3.1.22: Frequência de relação de orientação para distribuição ao acaso, distribuição de Mackenzie (Mackenzie, 1958).

Finalmente, considerando que:

i) O mecanismo SIBM, prevê que o movimento do contorno de alto ângulo se desloca da região da microestrutura que possui menor densidade de defeitos para a região com maior densidade de defeitos;

ii) A partir da superfície para o centro, o material apresenta maior densidade de defeitos;

iii) O crescimento de grão ocorre da superfície para o centro;

infere-se que a nucleação de novos grãos ocorre na superfície do material, sendo estes núcleos, os principais responsáveis pelo crescimento dos grãos.

### 5.3.2 RESULTADOS OBTIDOS POR DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS PARA O AÇO ABNT 1006

Nas Figuras 5.3.2.1 (a), (b), (c), (d) e (e) são apresentados os mapas de orientação de grãos das amostras de aço ABNT 1006 nos diversos estados, para a secção **normal**.

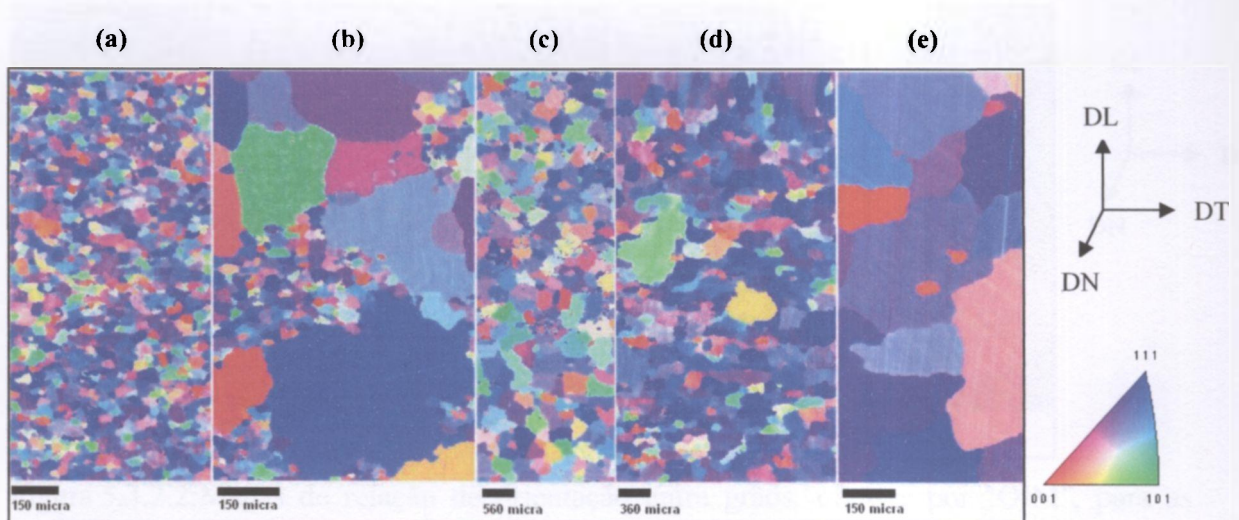


Figura 5.3.2.1: Mapas de orientação de grãos para as amostras de aço ABNT 1006, secção **normal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 30 minutos; (e) tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1). À direita encontra-se o código de cores definindo as orientações de cada grão. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Nas Figuras 5.3.2.2 (a), (b), (c), (d) e (e) são apresentados os mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "orientation imaging microscopy - OIM", das amostras de aço ABNT 1006 nos diversos estados, secção **normal**.

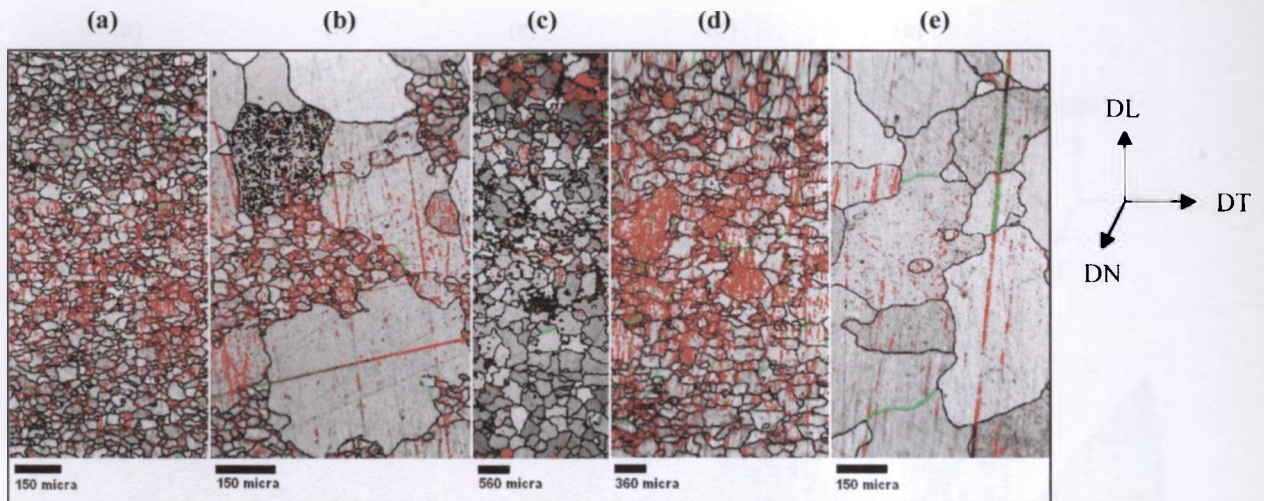


Figura 5.3.2.2: Mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "OIM", para as amostras de aço ABNT 1006, secção **normal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 30 minutos; (e) tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1). Os contornos vermelhos correspondem a contornos com relação de orientação entre  $1^\circ$  e  $5^\circ$ , os contornos verdes correspondem a contornos com relação de orientação entre  $5^\circ$  e  $10^\circ$  e os contornos pretos correspondem a contornos com relação de orientação maior que  $10^\circ$ . Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Nas Figuras 5.3.2.3 (a), (b), (c), (d) e (e) são apresentados os mapas de orientação de grãos das amostras de aço ABNT 1006 nos diversos estados, para a secção longitudinal.

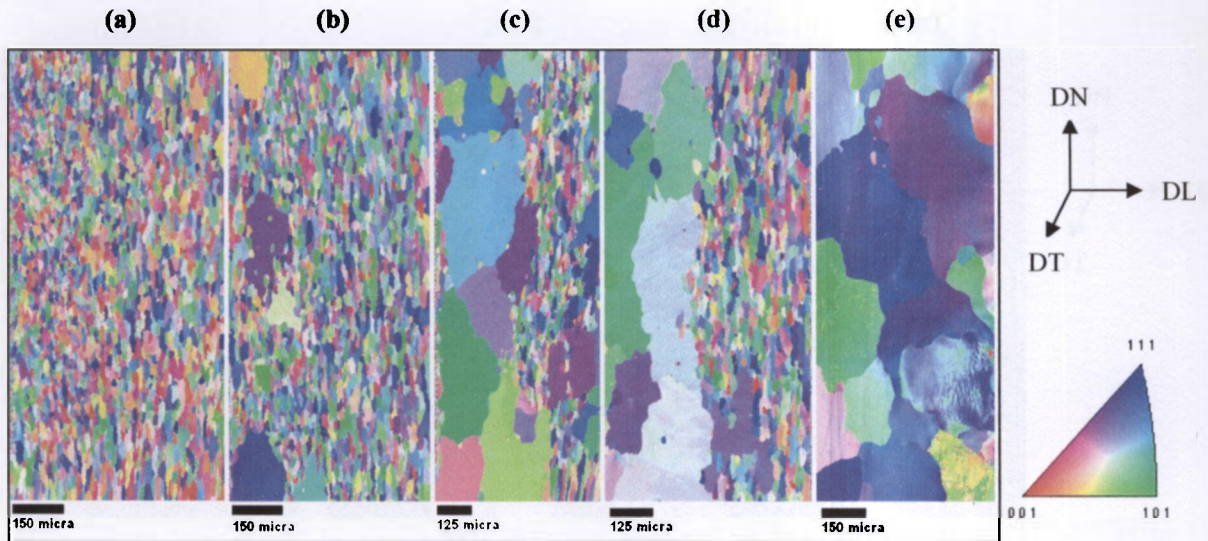


Figura 5.3.2.3: Mapas de orientação de grãos para as amostras de aço ABNT 1006, secção longitudinal, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 30 minutos; (e) tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1). À direita encontra-se o código de cores definindo as orientações de cada grão. A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Nas Figuras 5.3.2.4 (a), (b), (c), (d) e (e) são apresentados os mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "orientation imaging microscopy - OIM", das amostras de aço ABNT 1006 nos diversos estados, secção **longitudinal**.

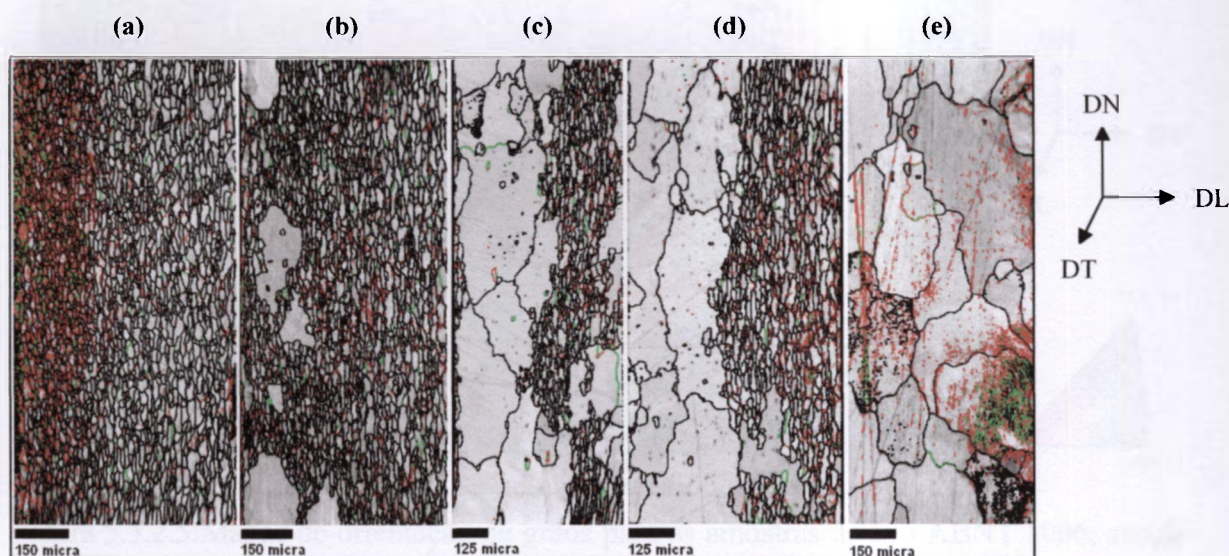


Figura 5.3.2.4: Mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "OIM", para as amostras de aço ABNT 1006, secção **longitudinal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 30 minutos; (e) tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1). Os contornos vermelhos correspondem a contornos com relação de orientação entre  $1^\circ$  e  $5^\circ$ , os contornos verdes correspondem a contornos com relação de orientação entre  $5^\circ$  e  $10^\circ$  e os contornos pretos correspondem a contornos com relação de orientação maior que  $10^\circ$ . A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Nas Figuras 5.3.2.5 (a), (b), (c), (d) e (e) são apresentados os mapas de orientação de grãos das amostras de aço ABNT 1006 nos diversos estados, secção **transversal**.

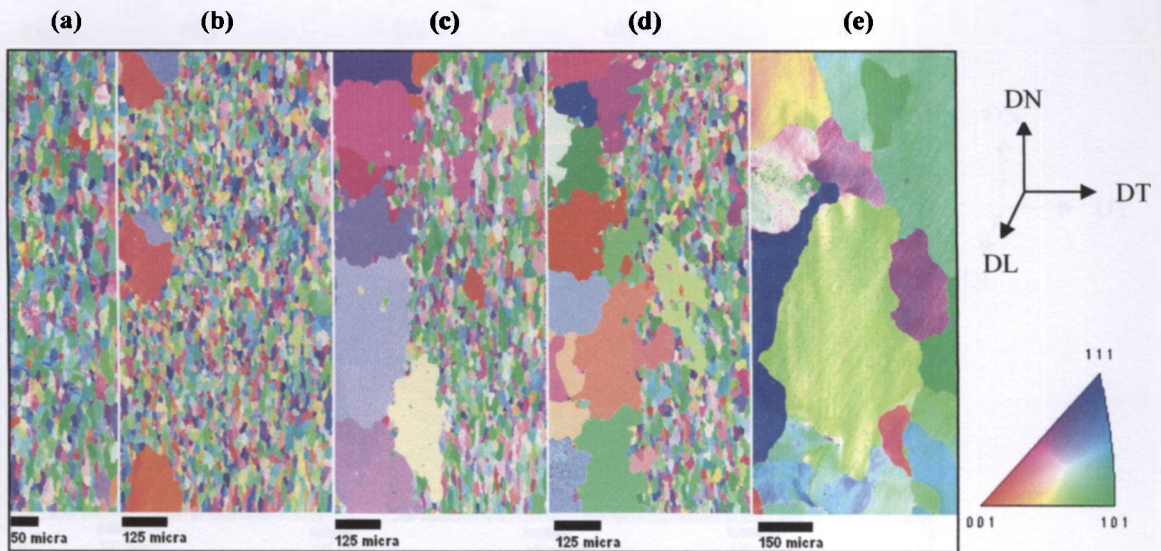


Figura 5.3.2.5: Mapas de orientação de grãos para as amostras de aço ABNT 1006, secção **transversal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 30 minutos; (e) tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1). À direita encontra-se o código de cores definindo as orientações de cada grão. A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Nas Figuras 5.3.2.6 (a), (b), (c), (d) e (e) são apresentados os mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "orientation imaging microscopy - OIM", das amostras de aço ABNT 1006 nos diversos estados, secção **transversal**.

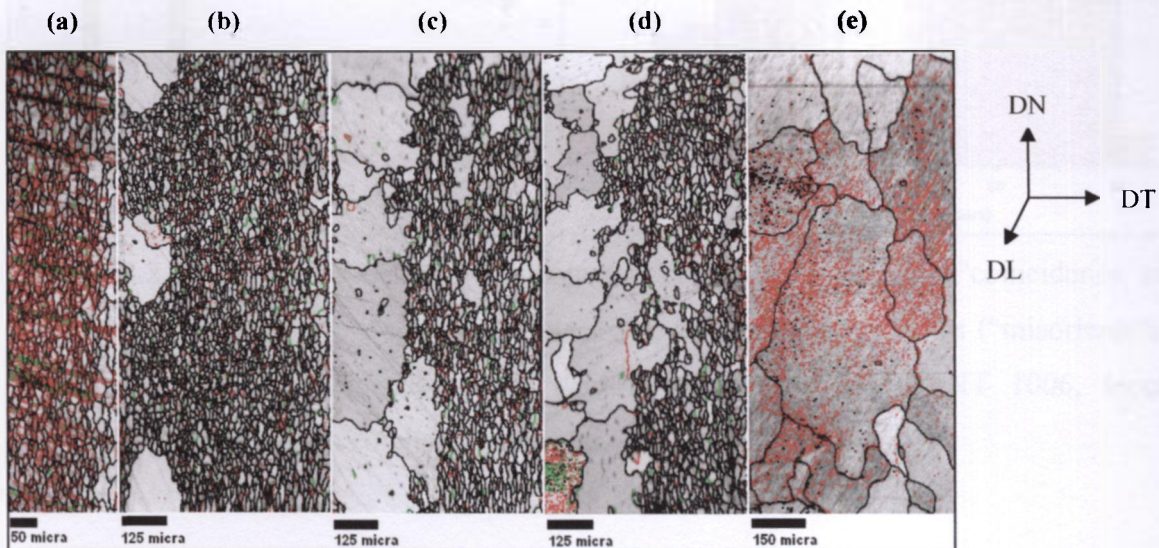


Figura 5.3.2.6: Mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "OIM", para as amostras de aço ABNT 1006, secção **transversal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 30 minutos; (e) tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1). Os contornos vermelhos correspondem a contornos com relação de orientação entre  $1^\circ$  e  $5^\circ$ , os contornos verdes correspondem a contornos com relação de orientação entre  $5^\circ$  e  $10^\circ$  e os contornos pretos correspondem a contornos com relação de orientação maior que  $10^\circ$ . A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Foram feitos, também, os histogramas de sítio de coincidência de rede ("coincidence site lattice"), apresentados a seguir nas Figuras 5.3.1.7 a 5.3.1.21. À direita destes, são apresentados os histogramas de relação de orientação entre grãos ("misorientation distribution"), para as amostras de aço ABNT 1006, em secções normal, longitudinal e transversal à direção de laminação, para todas as condições de tratamento mecanotérmico a que este aço foi submetido.

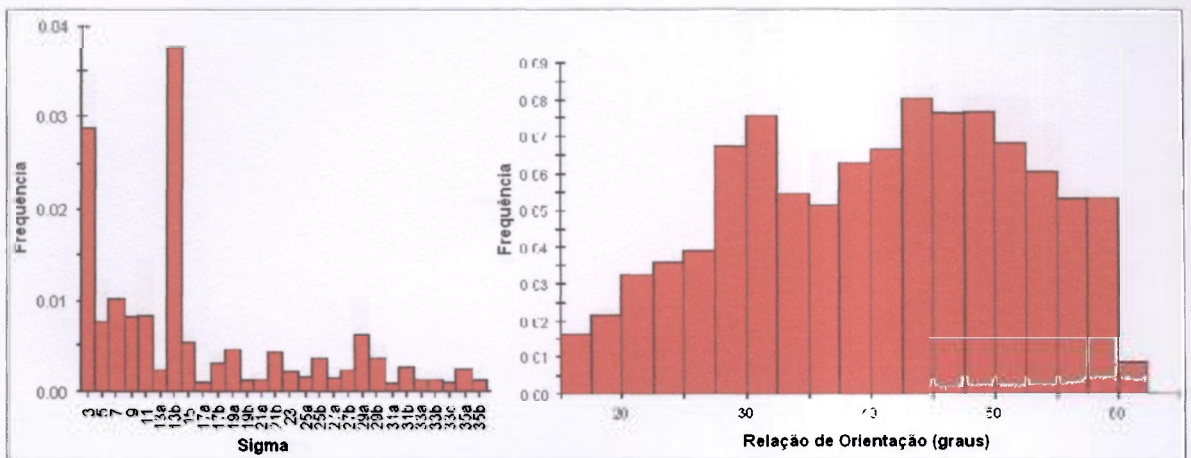


Figura 5.3.2.7: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção normal, na condição encruada.

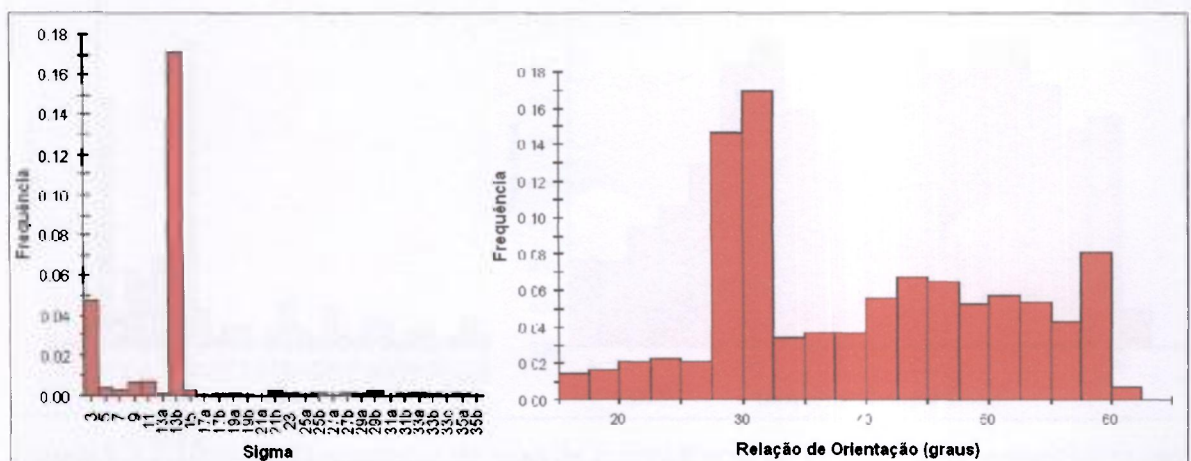


Figura 5.3.2.8: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção normal, na condição tratada termicamente por 5 minutos.

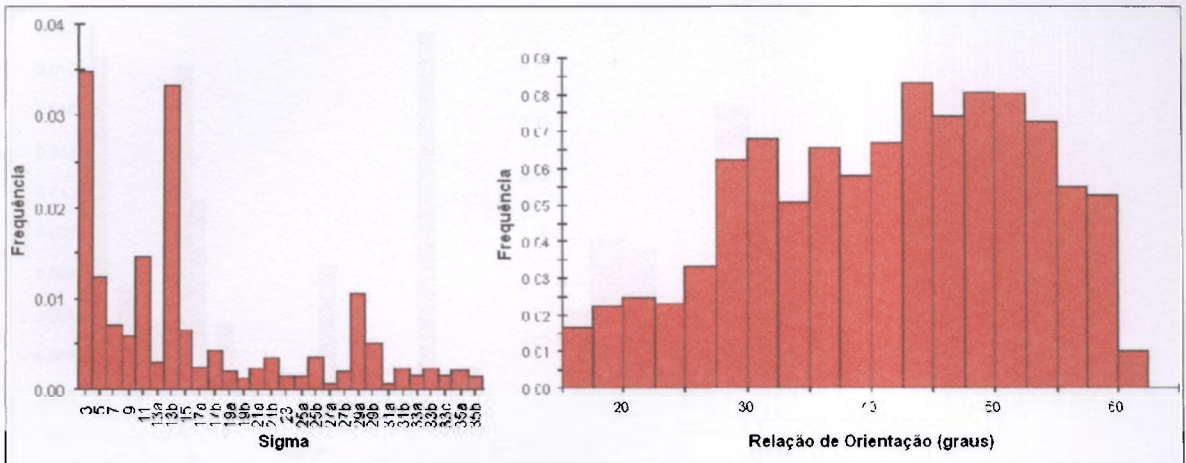


Figura 5.3.2.9: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção normal, na condição tratada termicamente por 10 minutos.

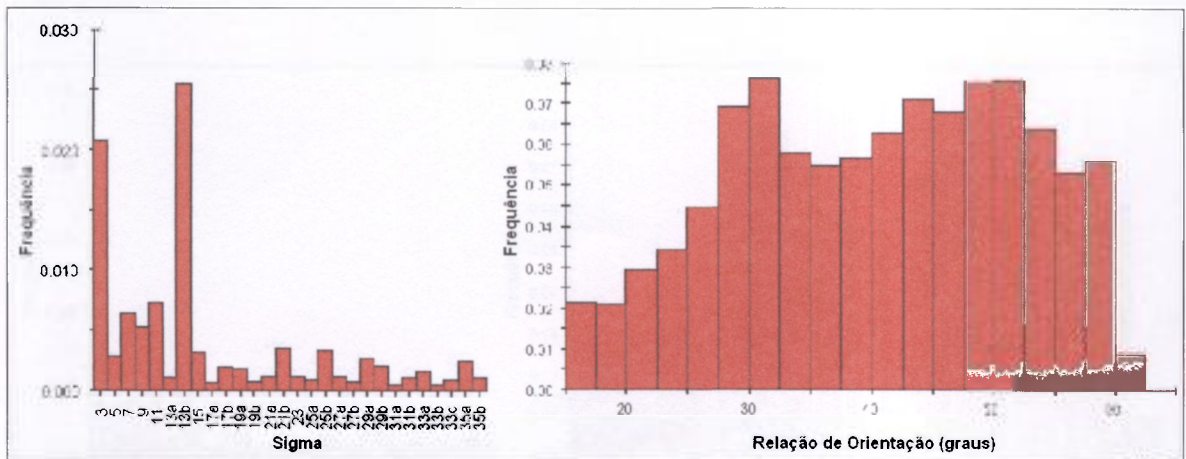


Figura 5.3.2.10: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção normal, na condição tratada termicamente por 30 minutos.

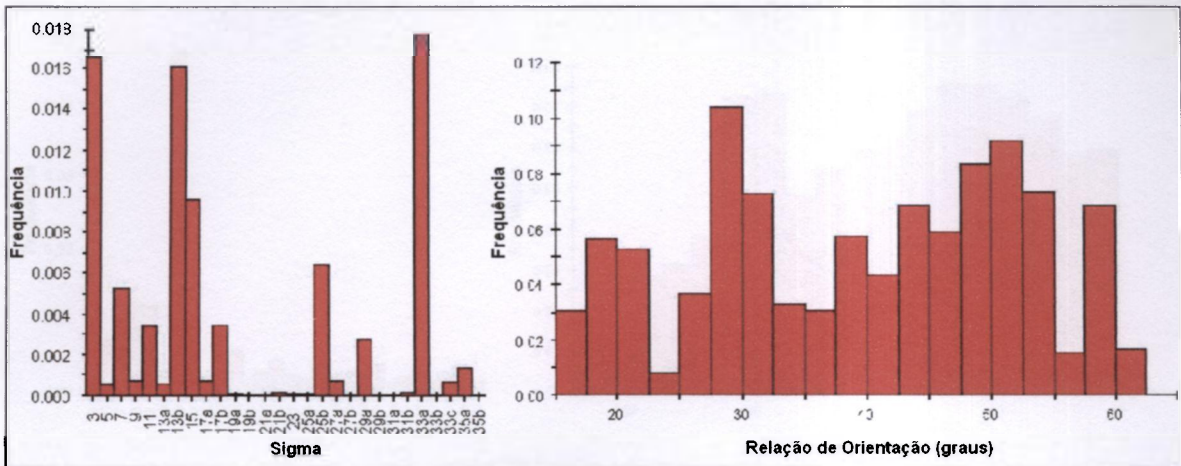


Figura 5.3.2.11: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção **normal**, na condição tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1).

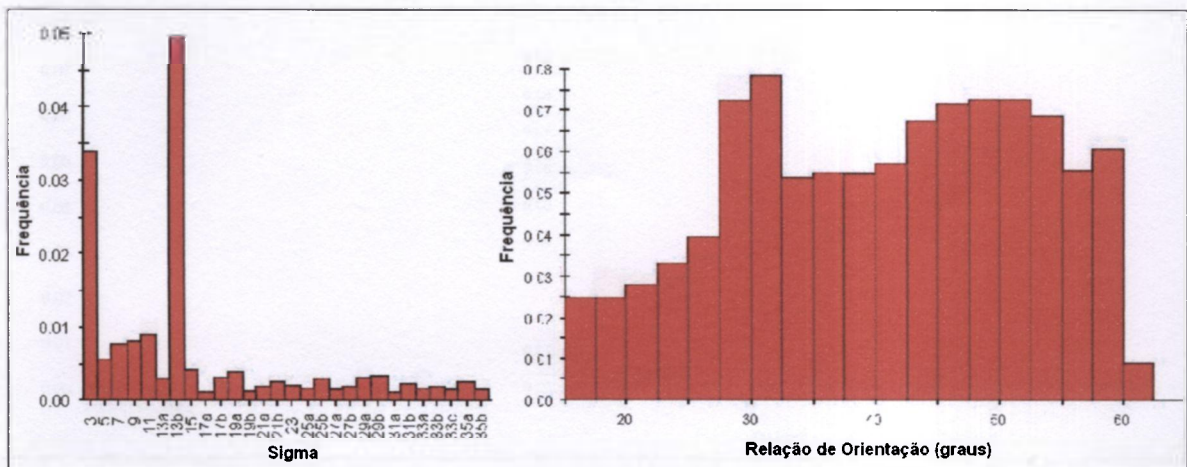


Figura 5.3.2.12: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção **longitudinal**, na condição encruada.

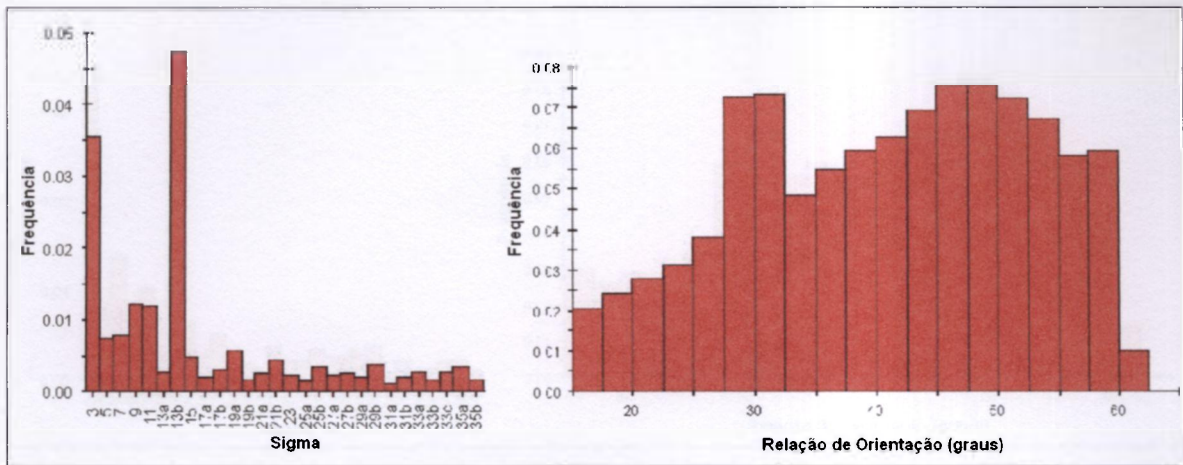


Figura 5.3.2.13: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção **longitudinal**, na condição tratada termicamente por 5 minutos.

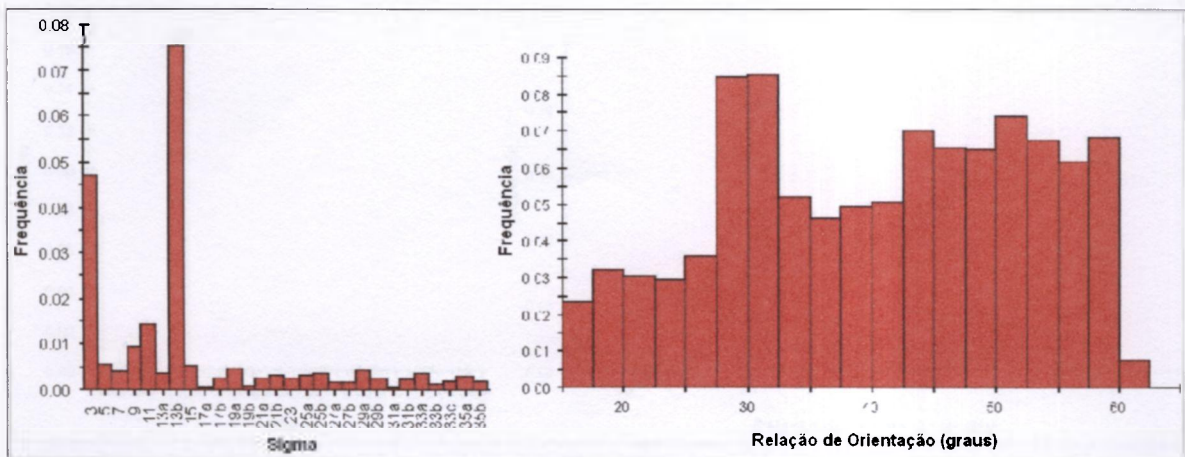


Figura 5.3.2.14: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção **longitudinal**, na condição tratada termicamente por 10 minutos.

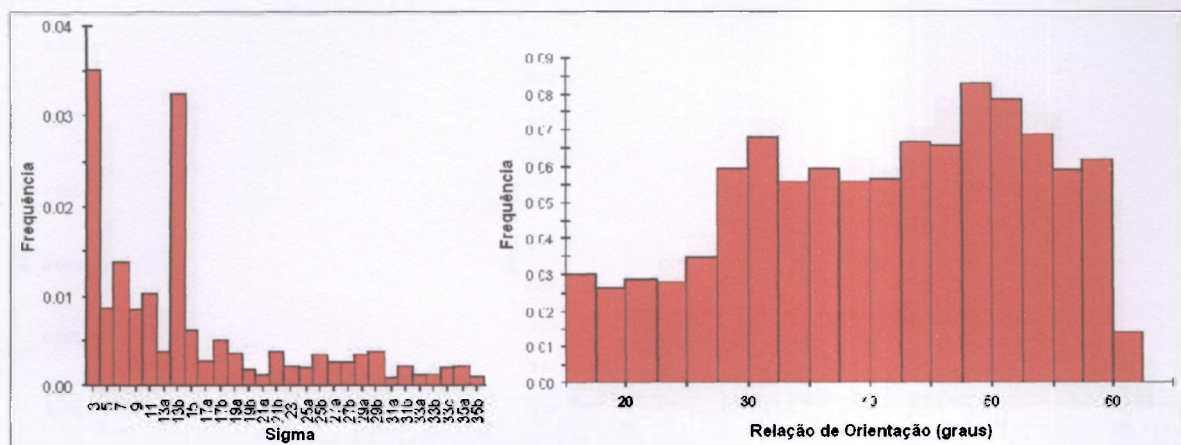


Figura 5.3.2.15: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção **longitudinal**, na condição tratada termicamente por 30 minutos.

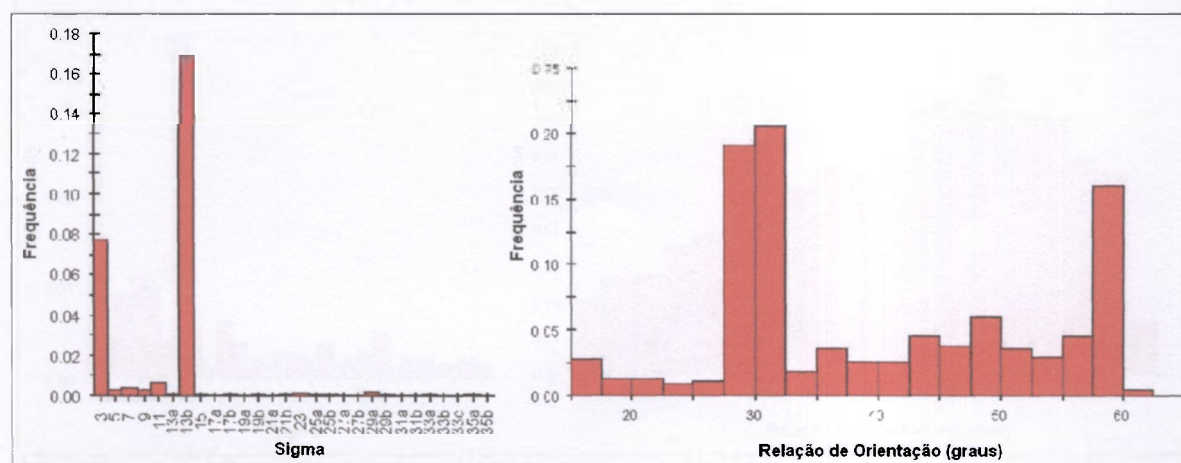


Figura 5.3.2.16: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção **longitudinal**, na condição tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1).

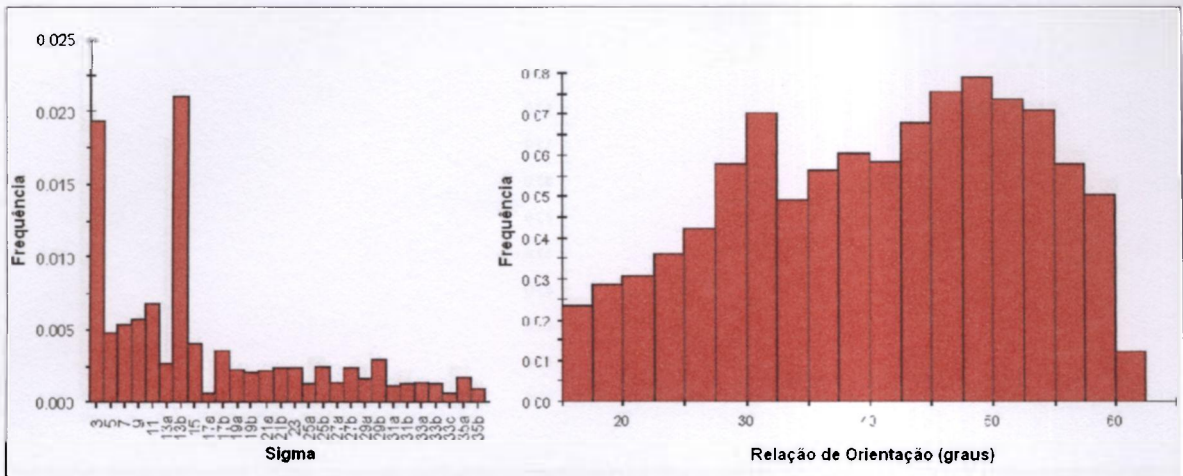


Figura 5.3.2.17: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção **transversal**, na condição encruada.

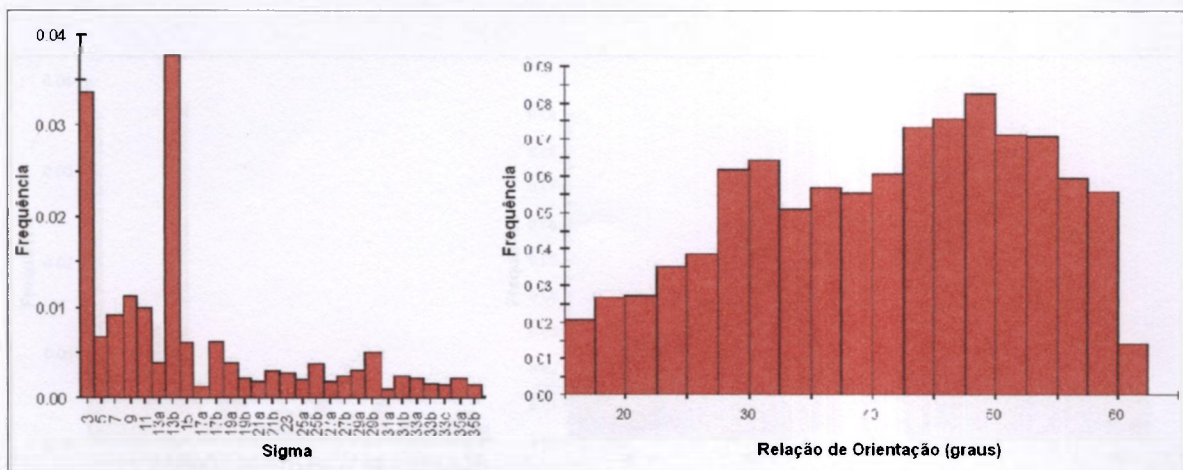


Figura 5.3.2.18: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção **transversal**, na condição tratada termicamente por 5 minutos.

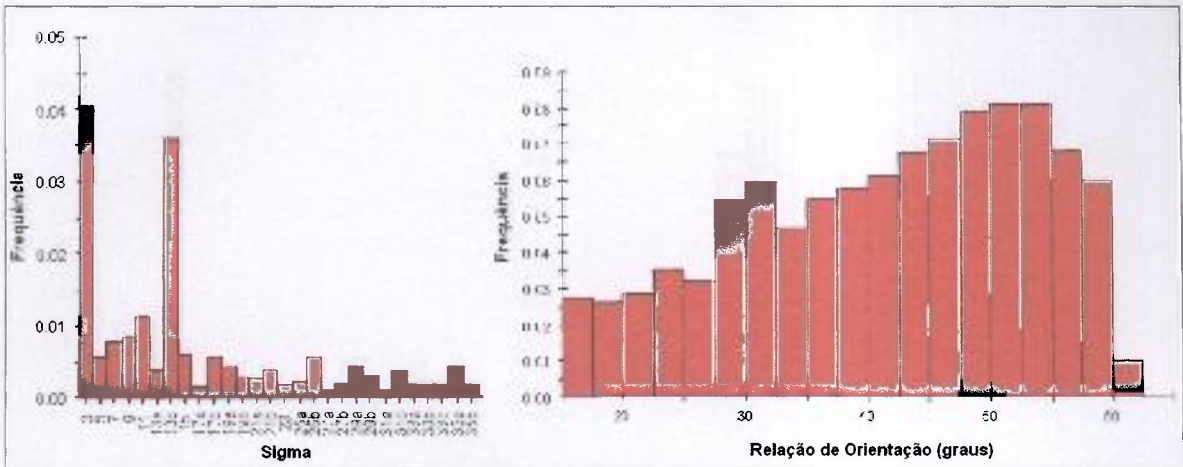


Figura 5.3.2.19: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientações entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção **transversal**, na condição tratada termicamente por 10 minutos.

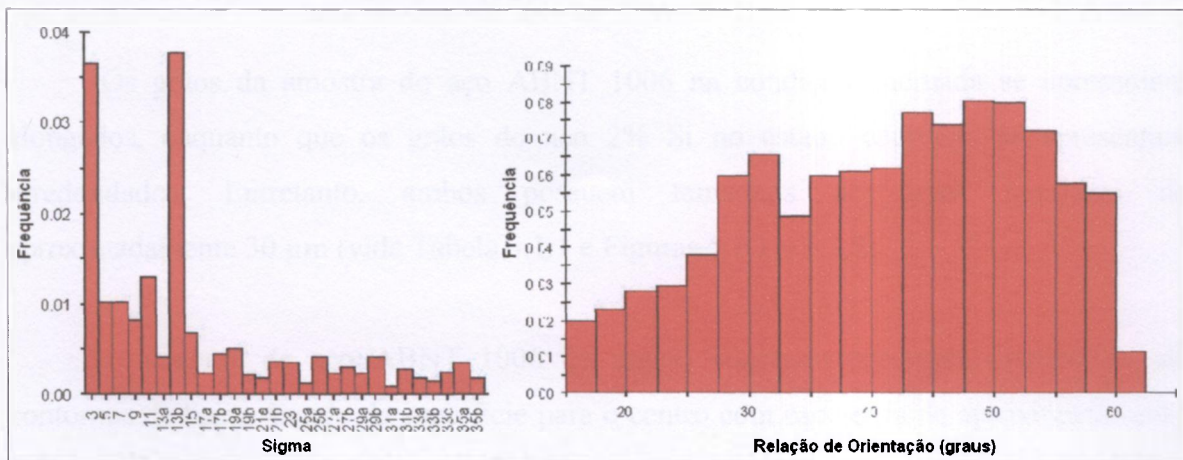


Figura 5.3.2.20: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção **transversal**, na condição tratada termicamente por 30 minutos.

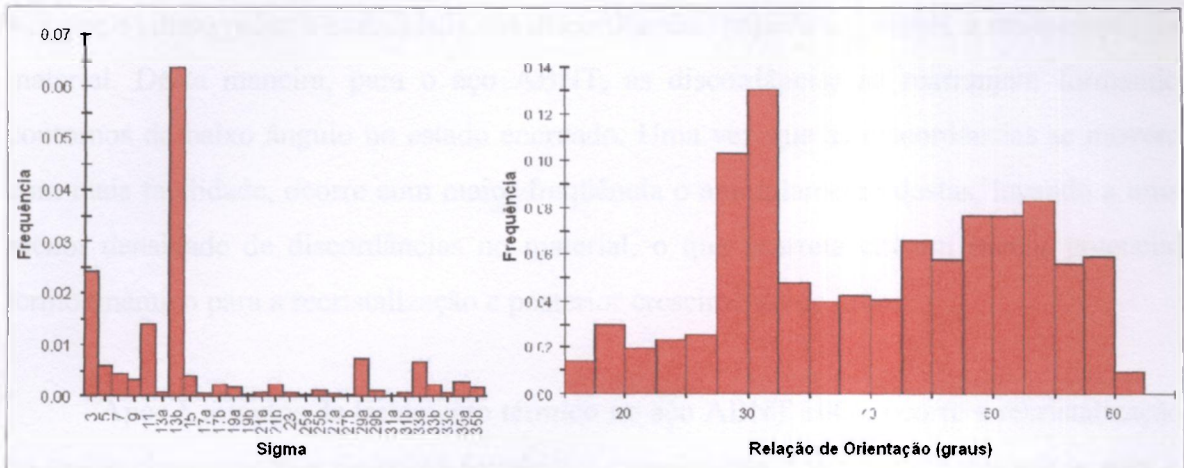


Figura 5.3.2.21: Histograma de sítio de coincidência de rede (CSL - "coincidence site lattice") e histograma de relação de orientação entre grãos ("misorientation angle"), respectivamente, para a amostra de aço ABNT 1006, secção **transversal**, na condição tratada termicamente na SEW (diagrama da Figura 4.2.1.1).

Quanto à análise dos resultados obtidos para o aço ABNT 1006 foram verificadas algumas similaridades com o aço 2% Si, mas foram verificadas, também, algumas diferenças importantes.

Os grãos da amostra do aço ABNT 1006 na condição encruada se apresentam alongados, enquanto que os grãos do aço 2% Si no estado encruado se apresentam arredondados. Entretanto, ambos possuem tamanhos de grãos similares de aproximadamente 30  $\mu\text{m}$  (vide Tabela 5.1.1 e Figuras 5.1.1 e 5.1.2).

A amostra de aço ABNT 1006 no estado encruado apresenta distribuição de contornos de baixo ângulo da superfície para o centro com espessura de aproximadamente 200  $\mu\text{m}$ . Este fato ocorre com o aço 2% Si após tratamento térmico por cinco minutos em banho de sal.

A recuperação no aço ABNT 1006 ocorre mais rapidamente que no aço 2% Si, uma vez que o silício reduz a mobilidade das discordâncias, impedindo, assim, a recuperação do material. Desta maneira, para o aço ABNT, as discordâncias se rearranjam formando contornos de baixo ângulo no estado encruado. Uma vez que as discordâncias se movem com mais facilidade, ocorre com maior frequência o aniquilamento destas, levando a uma menor densidade de discordâncias no material, o que acarreta em um menor potencial termodinâmico para a recristalização e posterior crescimento de grão.

Após 5 minutos de tratamento térmico no aço ABNT 1006, ocorre a recristalização na região dos contornos de baixo ângulo e o crescimento dos grãos da superfície para o centro. Não se percebe diferenças maiores na microestrutura das amostras após 10 e 30 minutos de tratamento térmico. Percebe-se claramente nas Figuras 5.3.2.4 e 5.3.2.6 duas regiões de diferentes tamanhos de grãos, sendo a distribuição de tamanho de grão bimodal. Os grãos grandes estão restritos à faixa que sofreu deformação e os grãos pequenos estão na região não deformada apresentando microestrutura muito semelhante à amostra na condição encruada. Os grãos nucleiam na região deformada, crescem dentro desta região, tornando-se grandes e alongados na direção de laminação. Para o aço 2% Si, a nucleação e o crescimento também ocorre na região deformada, mas avança para a região não deformada após 30 minutos de tratamento térmico, em banho de sal, como pode ser verificado nas Figuras 5.1.1 e 5.3.1.4.

Analisando a Tabela 5.3.1.3, apresentada a seguir, observa-se que para o aço ABNT 1006, a relação de orientação com maior frequência é  $\Sigma 13b$ , enquanto que no aço 2% Si, a relação de orientação que ocorre mais frequentemente é  $\Sigma 3$ . Além disto, verificando-se as FDOs para esse material, Figura 5.2.8, não se percebe a orientação cristalográfica que está sendo consumida durante o crescimento de grão. Estes fatos indicam que os mecanismos que levam à nucleação dos grãos são parecidos nos dois aços, embora seja observado que os mecanismos que levam ao crescimento exagerado de grão sejam diferentes.

Tabela 5.3.1.3: Frequência de ocorrência de relação de orientação entre grãos para os diferentes tratamentos térmicos no aço ABNT 1006. As abreviações significam: enc – estado encruado, SN – secção normal, SL - secção longitudinal, ST - secção transversal e TT – tratamento térmico.

<b>Amostra</b>	<b>Frequência de ocorrência da relação de orientação de 60°</b>	<b>Frequência de ocorrência do sítio de coincidência <math>\Sigma 3</math></b>	<b>Frequência de ocorrência da relação de orientação de 30°</b>	<b>Frequência de ocorrência do sítio de coincidência <math>\Sigma 13b</math></b>
enc SN	0,05	0,03	0,08	0,04
enc SL	0,06	0,03	0,08	0,05
enc ST	0,05	0,02	0,07	0,025
TT 5 min SN	0,08	0,05	0,18	0,18
TT 5 min SL	0,06	0,035	0,07	0,05
TT 5 min ST	0,06	0,035	0,07	0,04
TT 10 min SN	0,05	0,035	0,07	0,035
TT 10 min SL	0,07	0,05	0,09	0,075
TT 10 min ST	0,065	0,04	0,06	0,035
TT 30 min SN	0,06	0,025	0,08	0,03
TT 30 min SL	0,065	0,035	0,07	0,03
TT 30 min ST	0,06	0,035	0,07	0,04
SEW SN	0,06	0,015	0,08	0,015
SEW SL	0,17	0,08	0,20	0,17
SEW ST	0,06	0,025	0,13	0,07

#### 5.4 EXPERIÊNCIAS *IN-SITU*

Para realizar-se o estudo *in-situ*, isto é, avaliando o crescimento de grão sempre na mesma região da amostra, utilizou-se o aço 2% Si.

Nas Figuras 5.4.1 a 5.4.4 são apresentados os mapas de orientação de grãos e os mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "orientation imaging microscopy - OIM", das amostras de aço 2% Si, submetidas a experiências *in-situ* em várias condições.

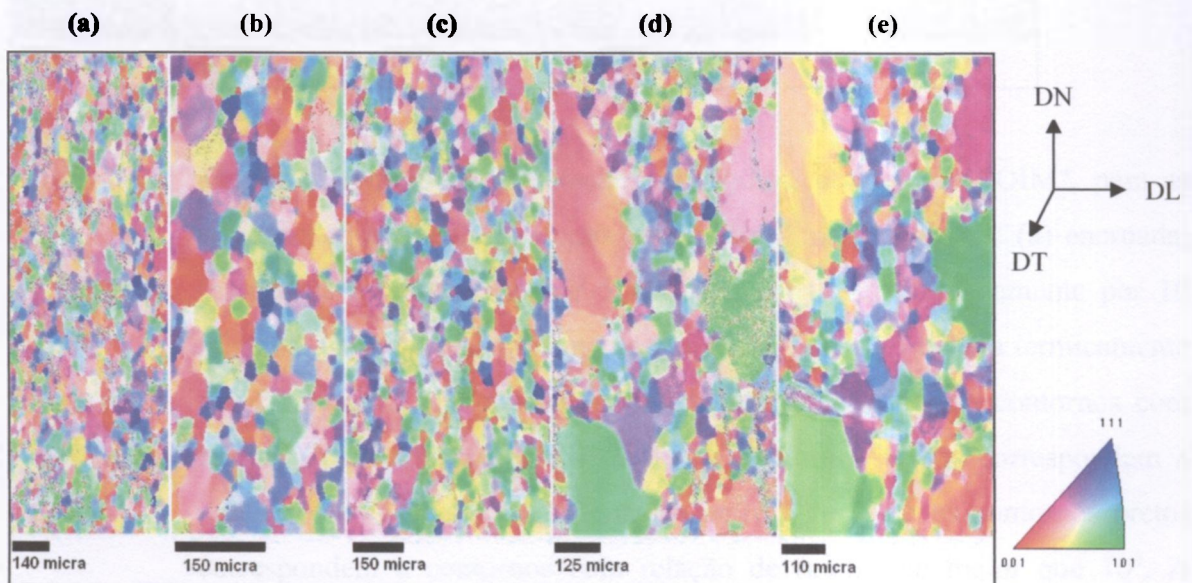


Figura 5.4.1: Mapas de orientação de grãos para as amostras de aço 2% Si, analisadas *in-situ*, secção **longitudinal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 15 minutos; (e) tratada termicamente por 20 minutos. À direita encontra-se o código de cores definindo as orientações de cada grão. A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

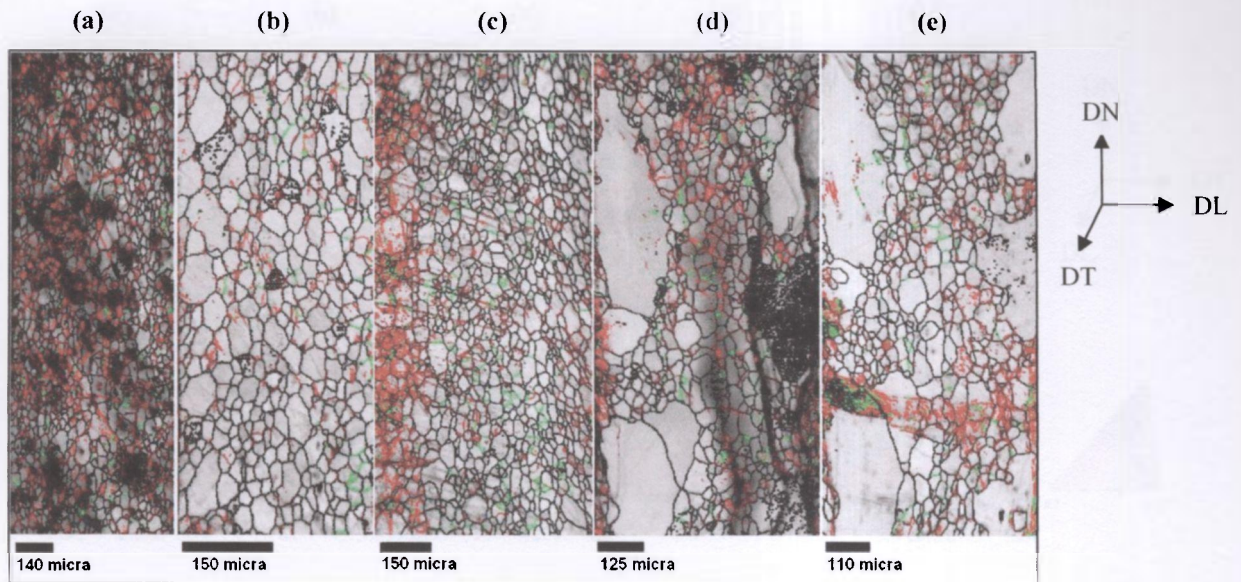


Figura 5.4.2: Mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "OIM", para as amostras de aço 2% Si, secção **longitudinal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 15 minutos; (e) tratada termicamente por 20 minutos. Os contornos vermelhos correspondem a contornos com relação de orientação entre  $1^\circ$  e  $5^\circ$ , os contornos verdes correspondem a contornos com relação de orientação entre  $5^\circ$  e  $10^\circ$  e os contornos pretos correspondem a contornos com relação de orientação maior que  $10^\circ$ . A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

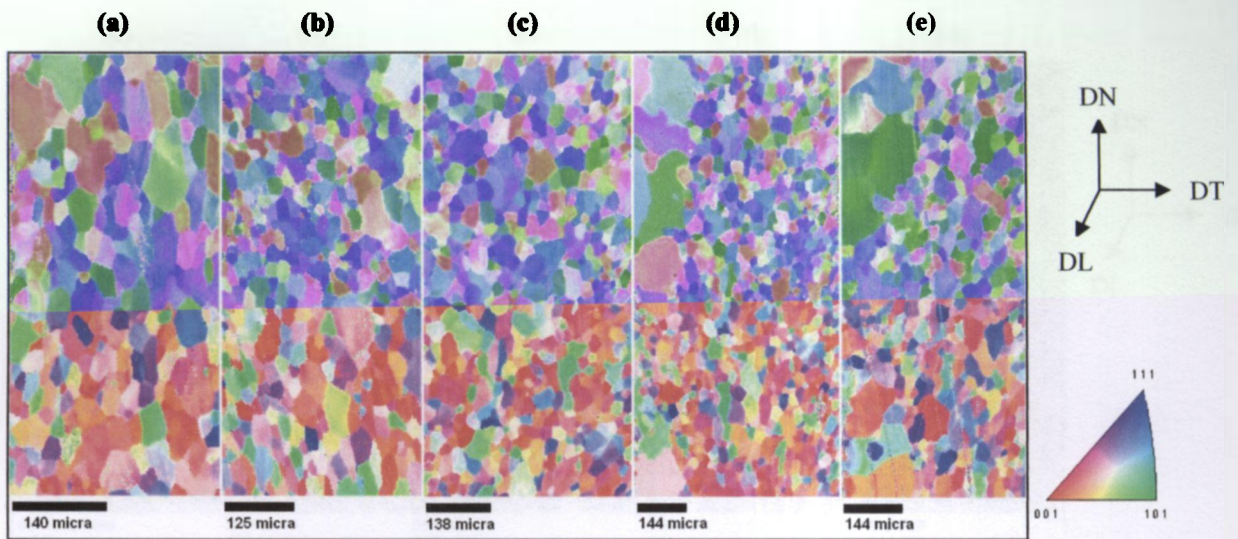


Figura 5.4.3: Mapas de orientação de grãos para as amostras de aço 2% Si, analisadas *in-situ*, secção **transversal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 15 minutos; (e) tratada termicamente por 20 minutos. À direita encontra-se o código de cores definindo as orientações de cada grão. A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

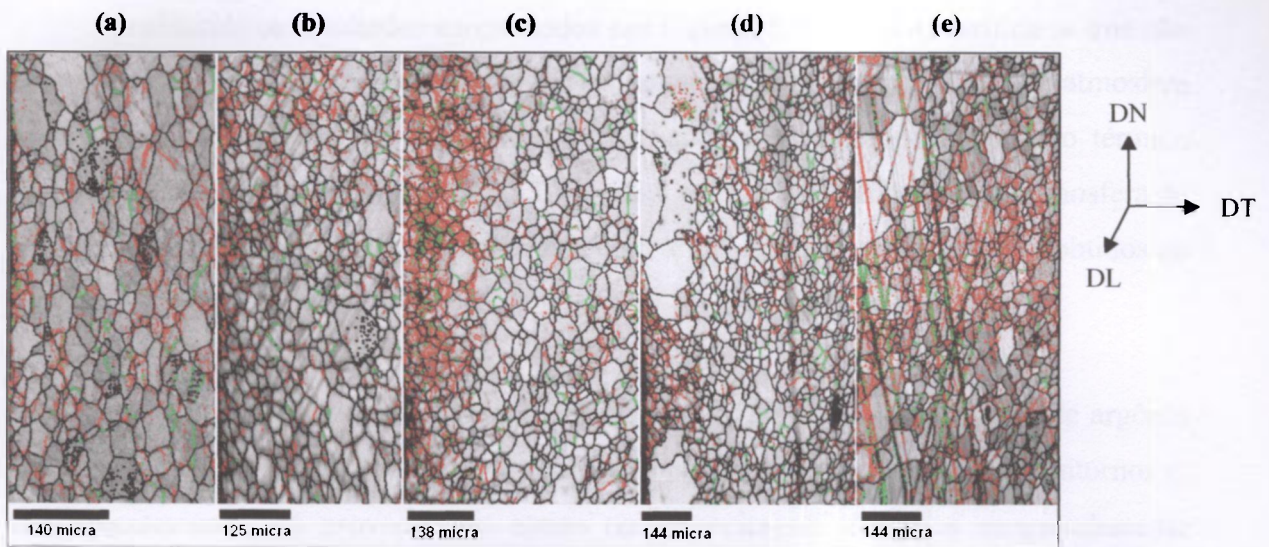


Figura 5.4.4: Mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "OIM", para as amostras de aço 2% Si, secção **transversal**, nas condições: (a) encruada; (b) tratada termicamente por 5 minutos; (c) tratada termicamente por 10 minutos; (d) tratada termicamente por 15 minutos; (e) tratada termicamente por 20 minutos. Os contornos vermelhos correspondem a contornos com relação de orientação entre  $1^\circ$  e  $5^\circ$ , os contornos verdes correspondem a contornos com relação de orientação entre  $5^\circ$  e  $10^\circ$  e os contornos pretos correspondem a contornos com relação de orientação maior que  $10^\circ$ . A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Analisando os resultados apresentados nas Figuras 5.4.2 e 5.4.4, verifica-se que não ocorrem formações de subcontornos após 5 minutos de tratamento térmico sob atmosfera de argônio, ao passo que havia a formação de subcontornos para o tratamento térmico realizado em banho de sal (Figuras 5.3.1.4 e 5.3.1.6). Após 10 minutos sob atmosfera de argônio ocorrem formações de subcontornos com arranjo muito similar àqueles obtidos no tratamento em banho de sal.

A mudança nas condições de tratamento térmico, isto é, sob atmosfera de argônio em lugar do banho de sal, provoca um atraso na cinética do arranjo dos subcontornos e, conseqüentemente, irá provocar um atraso no aparecimento de grãos exageradamente grandes. Durante o tratamento em banho de sal, o equilíbrio térmico é alcançado mais rapidamente, de modo que a energia térmica transferida para o material é mais efetiva. Além disto, o tratamento com banho de sal é efetuado de modo contínuo, enquanto que sob atmosfera de argônio, o tratamento é feito de modo descontínuo, isto é, faz-se o tratamento térmico do material por cinco minutos, retira-se o material, efetuam-se as medidas por EBSD, depois faz-se novamente o tratamento térmico por mais cinco minutos e o ciclo se repete. Após 20 minutos de tratamento não se percebe evolução no tamanho dos grãos.

Nas Figuras 5.4.5 e 5.4.6 são reapresentadas, de forma mais detalhada, a análise realizada na mesma região da microestrutura após 10 e 15 minutos de tratamento térmico para a amostra de aço 2% Si em secção transversal. Percebe-se que o crescimento do grão ocorre na região onde a densidade de subcontornos é maior. Nas regiões de baixa densidade de subcontornos não ocorrem variações significativas na microestrutura. Na Figura 5.4.6 percebe-se, nitidamente, o desaparecimento de determinados subcontornos e o conseqüente crescimento de grão.

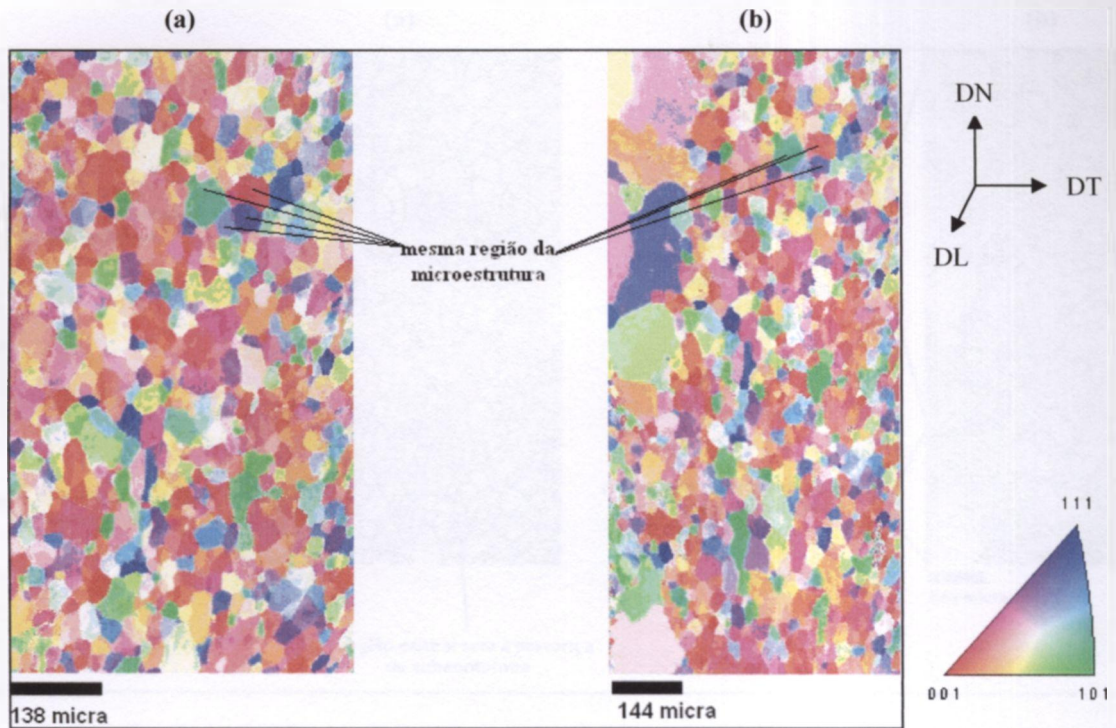


Figura 5.4.5: Mapas de orientação de grãos para as amostras de aço 2% Si, analisadas *in-situ*, secção **transversal**, nas condições: (a) tratada termicamente por 10 minutos; (b) tratada termicamente por 15 minutos. À direita encontra-se o código de cores definindo as orientações de cada grão. A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

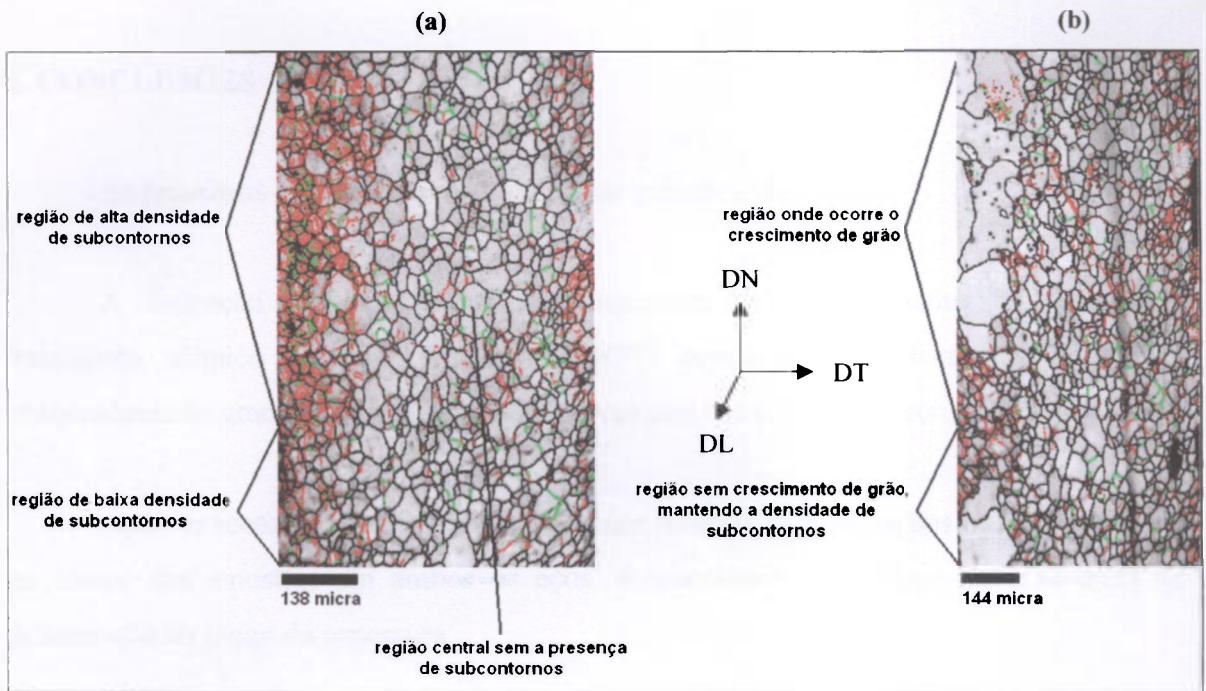


Figura 5.4.6: Mapas de relação de orientação entre grãos, obtidos por "OIM", para as amostras de aço 2% Si, analisadas *in-situ*, secção transversal, nas condições: (a) tratada termicamente por 10 minutos; (b) tratada termicamente por 15 minutos. Os contornos vermelhos correspondem a contornos com relação de orientação entre  $1^\circ$  e  $5^\circ$ , os contornos verdes correspondem a contornos com relação de orientação entre  $5^\circ$  e  $10^\circ$  e os contornos pretos correspondem a contornos com relação de orientação maior que  $10^\circ$ . A superfície da amostra encontra-se no lado esquerdo dos mapas. Note que as imagens foram obtidas com aumentos diferentes entre si.

Finalmente, deve-se observar que as experiências deste trabalho foram repetidas para o aço ABNT 1006 (C = 0,0385%; Mn = 0,18%; Fe = 99,692%) contendo apenas 0,03% de silício e os resultados obtidos foram praticamente idênticos aos obtidos para o aço contendo 2% de silício. A principal diferença encontrada entre os dois aços foi que o processo de formação de grãos exageradamente grandes foi mais lento para o aço contendo 2% de silício, o que permitiu um acompanhamento mais confortável do fenômeno e por esta razão somente o aço com maior teor de silício foi escolhido para a realização das experiências *in-situ*.

## 6. CONCLUSÕES

As principais conclusões, extraídas deste trabalho, são:

A laminação com baixa redução em espessura (aproximadamente 9%) seguida de tratamento térmico de recozimento a 760°C ocasionaram a formação de grãos exageradamente grandes no aço contendo 2% em peso de silício e no aço ABNT 1006.

Após os recozimentos foi detectada maior incidência de subgrãos na superfície que no centro das amostras em ambos os aços, evidenciando a presença de gradientes de deformação ao longo da espessura.

O aparecimento de grãos exageradamente grandes ocorre, em ambos os aços, primeiro na superfície e depois no centro da amostra. Para o aço com silício este fenômeno ocorre após curto tempo de tratamento térmico, mas para o aço ABNT 1006 ocorre após longo tempo de tratamento térmico.

Os passos do processo industrial podem ser reduzidos significativamente para cumprimento da especificação do tamanho de grão nos aços com 2% de silício.

A análise de macrot textura por difração de raios X mostrou-se inadequada para estudar a evolução da textura de crescimento de grãos exageradamente grandes.

A relação de orientação estável entre os contornos de alto ângulo da microestrutura totalmente recristalizada é  $\Sigma 3$  e  $\Sigma 13b$  para ambos os aços, apenas a intensidade desses componentes depende da composição do aço. Isto é, para os aços com silício a relação preferencial é  $\Sigma 3$  e para o aço ABNT 1006 é  $\Sigma 13b$ .

O aquecimento rápido (em banho de sal fundido) favorece o aparecimento dos grãos exageradamente grandes, em comparação com aquecimento mais lento (em atmosfera de argônio) para ambos os aços.

O silício atrasa o processo de formação de grãos exageradamente grandes depois da laminação de acabamento.

A técnica de EBSD mostrou-se adequada para determinar as orientações de regiões delimitadas por contornos de baixo ângulo.

O crescimento do grão é dependente da densidade de subcontornos.

O crescimento de grão da superfície para o centro da chapa ocorre por meio de recristalização.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALTERTHUM, H. Zur Theorie der Rekristallisation, *Zeitschrift für Metallkunde*, vol.14, pp.417-424, 1922.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Standard methods for determining average grain size: procedure*. Philadelphia: ASTM, 2004 (ASTM E112-96).

ANTONIONE, C., DELLA GATTA, G., RIONTINO, G. & VENTURELLO, G. Grain-growth and secondary recrystallization in iron, *Journal of Materials Science*, vol. 8, pp. 1-10, 1973.

ANTONIONE, C., MARINO, F., RIONTINO, G. & TABASSO, M. C. Effect of slight deformations on grain-growth in iron, *Journal of Materials Science*, vol. 12, pp. 747-750, 1977.

ASHBROOK Jr., R.W. & MARDER, A.R. The effect of initial carbide morphology on abnormal grain growth in decarburized low carbon steel. *Metallurgical Transactions*, vol. 16<sup>A</sup>, pp. 897 - 906, 1985.

ASSMUS, F., DETERT, K. & IBE, G. Über Eisen-Silizium mit Würfeltextrur. *Z. Metallk.*, vol. 48, pp. 344 - 349, 1957.

ASTIE, B., PORTESEIL, J.L., DEGAUQUE, J. & VERGNE, R. Influence of the dislocation structures on the magnetic and magnetomechanical properties of high-purity iron. *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 17, pp. 2929 - 2931, 1981.

BAE, B.K., WOO, J.S., KIM, J.K. Effect of heating rate on properties of non-oriented electrical steel containing 0,4% Si. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 254-255, pp. 373-375, 2003.

BÁN, G. & DI NUNZIO, P.E. Minimum force model. Effect of crystallographic texture on the magnetostriction and loss characteristics of non-oriented electrical steels. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 254-255, pp. 265-268, 2003.

BAY, B., HANSEN, N., HUGHES, D.A. & KUHLMANN-WILSDORF, D. Evolution of F.C.C. deformation structures in polyslip. *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 40, pp. 205-219, 1992.

BECK, P. A. The formation of recrystallization nuclei, *Journal of Applied Physics*, vol. 20, pp. 633-634, 1949.

BECK, P. A. & SPERRY, P. R. Strain induced boundary migration in high purity aluminum, *Journal of Applied Physics*, vol. 21, pp. 150-152, 1950.

BECK, P.A. Annealing of cold worked metals. *Advances in Physics*, vol. 3, pp. 245-324, 1954.

BRASMETAL WAELZHOLZ S/A. Apresenta texto contendo as principais características e informações sobre a empresa e seus produtos. Disponível em: <<http://www.brasmetal.com.br>>. Último acesso em: 02 mar. 2005.

BUNGE H.J. *Texture analysis in materials science mathematical methods*. 1.ed., Butterworths, 1982.

BURGERS, W.G. & LOUWERSE, P.C. Über den Zusammenhang zwischen Deformationsvorgang Rekristallisationstextur bei Aluminium. *Zeitschrift für Physik*, vol. 67, pp. 605-678, 1931.

BURKE, J. E. & TURNBULL, D. Recrystallization and grain growth. In: *Progress in Metal Physics*, vol. 3, pp. 220-292, Pergamon Press, London, 1952.

CAHN, R.W. A new theory of recrystallization nuclei, *Proceedings of the Physical Society*, ser. AI, vol. 63, pp. 323-336, 1950.

CAHN, R.W. The use of metallic single crystals in metals research: a concise history. *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 90, pp. 860-862, 1999.

CAMPOS, M. F., LANDGRAF, F. J. G., LIMA, N. B., TSCHIPTSCHIN, A. P. & BRANDÃO, L. P. M. Avaliação de textura em aços elétricos GNO. In: SEMINÁRIO DE LAMINAÇÃO 34, Belo Horizonte, MG, 1997. Anais, pp. 131-150.

CAMPOS, M. F. Microestrutura, textura e propriedades magnéticas em aços elétricos. Tese de doutoramento. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 125 páginas, 2000.

CALEYO, F.; BAUDIN, T.; PENELLE, R. & VENEGAS, V. EBSD study of the development of cube recrystallization texture in Fe-50%Ni. *Scripta Materialia*, vol.45, pp. 413-420, 2001.

CARPENTER, H. C. H. & ELAM, C. F. Crystal growth and recrystallization in metals, *Journal of the Institute of Metals*, vol. 24, pp. 83-131, 1920.

CASTRO, K.E. & OLIVEIRA, C.A.S. Efeito do tratamento térmico de recozimento nas propriedades mecânicas e magnéticas do aço ABNT 1006 usado para fins elétricos. *Anais do 56º Congresso da ABM - Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais*, 2001, pp. 1621 - 1630.

CHEONG, S. W., HILINSKI, E. J. & ROLLETT, A. D. Grain growth in a low-loss cold-rolled motor-lamination steel, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 34A, pp. 1321-1327, 2003.

CHO, Y. K., ION, D. Y. & HENRY, M. The effects of deformation and pre-heat-treatment on abnormal grain growth in RENÉ 88 superalloy, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32A, pp. 3077-3090, 2001.

CULLITY, B.D. & STOCK, S.R. *Elements of X-Ray Diffraction*. 3.ed., New Jersey, Prentice Hall, 2001.

CZOCHRALSKI, J. Geschichtlicher Beitrag zur Frage der Rekristallisation, *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 19, pp. 316-320, 1927.

DE BOER, B. & WIETING, J. Formation of a near {001}<110> recrystallization texture in electrical steels. *Scripta Materialia*, vol. 37, pp. 753-760, 1997.

DINGLEY, D.J. & RANDLE, V. Microtexture determination by electron back-scatter diffracton (review). *Journal of Materials Science*, vol. 27, pp. 4545-4566, 1992.

DINGLEY, D.J., BABA-KISHI, K.Z. & RANDLE, V. *Atlas of backscattering Kikuchi diffraction patterns*. Institute of Physics Publishing, Bristol and Philadelphia, 1995. (ISBN 0-7503-0212-7)

DINGLEY, D.J. & FIELD, D.P. Electron backscatter diffraction and orientation imaging microscopy. *Materials Science and Technology*, vol. 13, pp. 69-78, 1997.

DOHERTY, R.D.; HUGHES, D.A.; HUMPHREYS, F.J.; JONAS, J.J.; JENSEN, D.J.; KASSNER, M.E.; KING, W.E.; MCNELLEY, T.R.; MCQUEEN, H.J. & ROLLETT, A.D. Current issues in recrystallization: a review. *Materials Science and Engineering A*, vol. 238:(2), pp. 219-274, 1997a.

DOHERTY, R.D. Recrystallization and texture. *Progress in Materials Science*, vol. 42:(1-4), pp. 39-58, 1997b.

DOHERTY, R. D. Comunicação pessoal, 2003.

DRAKE, A. & VALE, S.H. Development of an Electron Backscatter Diffraction and Microtexture Measurement System. In: ELECTRON MICROSCOPY AND ANALYSIS GROUP CONF. EMAG95, Inst.Phys.Conf.Ser., vol. 147:(4), pp. 137-140, 1995.

EDAX INCORPORATION. Apresenta texto contendo as principais características e informações sobre a empresa e seus produtos. Disponível em: <<http://www.edax.com>>. Último acesso em: 02 mar. 2005.

ENGLER, O.; VATNE, H.E.; NES, E. The roles of oriented nucleation and oriented growth on recrystallization textures in commercial purity aluminium. *Materials Science and Engineering A*, vol. 205:(1-2), pp. 187-198, 1996.

ENGLER, O. An EBSD local texture study on the nucleation of recrystallization at shear bands in the alloy Al-3Mg. *Scripta Materialia*, vol.44:(2), pp. 229-236, 2001.

EWING, J.A. & ROSENHAIN, W. The crystalline structure of metals, *Proceedings of the Royal Society*, vol. 65, pp. 85-90, 1899.

EWING, J.A. & ROSENHAIN, W. The crystalline structure of metals, *Philosophical Transactions of the Royal Society A*, vol. 193, pp. 353-372, 1900.

- EWING, J.A. & ROSENHAIN, W. The crystalline structure of metals, *Philosophical Transactions of the Royal Society A*, vol. 195, pp. 279-301, 1900.
- HAESSNER, F. Systematic survey and basic problems of recrystallization. In: F. Haessner, F. (ed.) *Recrystallization in metallic materials*, Dr. Riederer Verlag, Stuttgart, pp. 1-10, 1978a.
- HAESSNER, F. In: Haessner, F. (ed.); *Recrystallization in metallic materials*, Dr. Riederer Verlag, Stuttgart, pp. 23-61, 1978b.
- HARATANI, T., HUTCHINSON, W.B., DILLAMORE, I.L. & BATE, P. Contribution of shear banding to origin of Goss texture in silicon iron. *Metal Science*, vol. 18, pp. 57-65, 1984.
- HEO, N.H., KIM, S.B., CHOI, Y.S., CHO, S.S., CHAI, K.H. Interfacial segregation, nucleation and texture development in 3% silicon steel. *Acta Materialia*, vol. 15, pp. 4953-4964, 2003.
- HUMPHREYS, F.J. & HATHERLY, M. *Recrystallization and related annealing phenomena*. Elsevier Science Ltd., Oxford, 1996.
- HUMPHREYS, F. J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures - II The effect of second-phase particles. *Acta Materialia*, vol. 45, nº 12, pp. 5031 - 5039, 1997.
- HUMPHREYS, F.J. & FERRY, M. Applications of electron backscattered diffraction to studies of annealing of deformed metals. *Materials Science and Technology*, vol. 13, pp. 85-90, 1997.
- HUTCHINSON, W.B. Development and control of annealing textures in low-carbon steels. *International Materials Reviews*, vol. 29, pp. 25-42, 1984.
- HUTCHINSON, B. Deformation microstructures and textures in steels. *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*, vol. 357, pp. 1471 - 1485, 1999.
- KALISHER, S. Ueber den Einfluss der Wärme auf die Molekularstruktur des Zinks, *Berichte d. Deut. chem. Gesellschaft*, vol. XIV, pp. 2727-2753, 1881.
- KESTENS, L., JONAS, J.J., VAN HOUTTE, P. & AERNOUDT, E. Orientation selective recrystallization of nonoriented electrical steels. *Metals Transactions A*, vol. 27A, pp. 2347-2358, 1996.
- KOO, J. B., YOON, D. Y. & HENRY, M. F. The effect of small deformation on abnormal grain growth in bulk Cu. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33A, pp. 3803-3815, 2002.
- KOVÁČ, F., DZUBINSKÝ, M., SIDOR, Y. Columnar grain growth in non-oriented electrical steels. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 269, pp. 333-340, 2004.

- KREISLER, A. & DOHERTY, R.D. Structure of well defined deformation bands and formation of recrystallization nuclei in aluminium. *Metal Science*, vol. 12, pp. 551-560, 1978.
- KRAUSE, R. & POPOVIC, B. Magnetic properties of textured annealed commercial black plate. *J. Appl. Phys.*, vol. 52(3), pp. 2419-2421, 1981.
- KUBOTA, T., FUJIKURA, M. & USHIGAMI, Y. Recent progress and future trend on grain-oriented silicon steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 215-216, pp. 69-73, 2000.
- LANDGRAF, F.J.G. & FERREIRA, E.D. Mais resultados acerca do crescimento de grão induzido por deformação em aço baixo carbono. *Anais do 51º Congresso da ABM - Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais* - São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1996.
- LANDGRAF, F.J.G., TAKANOHASHI, R. & CAMPOS, M.F. de. Tamanho de grão e textura dos aços elétricos de grão não-orientado. In: *Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização e crescimento de grão*. Ed. A. P. Tschiptschin et al., São Paulo, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 311 páginas, 2001.
- LIMA, N.B., GALEGO, E., IMAKUMA, K. Análise de Textura por Meio de Figuras de Pólos Incompletas, Boletim do INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES, n. 95, São Paulo, 1986.
- LIMA, N.B. Influência da Textura em Medidas de Tensão Residual. Tese de Doutorado. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN-CNEN/SP, São Paulo, 105 páginas, 1991.
- MACKENZIE, J. K. & THOMSON, M. J. Some statistics associated with the random disorientation of cubes. *Biometrika*, vol. 44, pp. 205-210, 1957.
- MACKENZIE, J. K. & THOMSON, M. J. Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes. *Biometrika*, vol. 45, pp. 229-240, 1958.
- MEDEVIELLE, A., HUGON, I. & DUGNE, O. Electron backscattering diffraction: applications in materials characterization. *5th Workshop on Electron Back Scatter Diffraction*, Royal Microscopical Society, Oxford, 1998.
- MURAKAMI, K., TARASIUK, J., REGLÉ, H. & BACROIX, B. Study of the texture formation during strain induced boundary migration in electrical steel sheets, *Materials Science Forum*, vol. 467-470, pp. 893-898, 2004.
- NAKANO, M., OKAMOTO, T., FUKUNAGA, H., YAMASHIRO, Y., ISHIYAMA, K. & ARAI, C. Ultra-low iron loss in new non-oriented silicon steel sheets. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 196 -197, pp. 341 - 343, 1999.

OIM Tutorial. Manual Eletrônico de Operação do "Automated Orientation Imaging Microscopy", 2000.

PADILHA, A.F. & SICILIANO Jr., F. *Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura*. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE MATERIAIS-ABM, São Paulo, 2ª edição, 1996.

PADILHA, A.F., DUTRA, J.C. & RANDLE, V. Interaction between precipitation, normal grain growth, and secondary recrystallization in austenitic stainless steel containing particles. *Materials Science and Technology (UK)*, vol. 15, pp. 1009-1014, 1999.

PADILHA, A.F. Utilização da técnica de difração de elétrons retroespalhados na caracterização microestrutural dos materiais. *Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP*, BT/PMT/9903, (ISSN 1413-2176), São Paulo, pp. 1-16, 2000.

PALUMBO, G., LEHOCKEY, E.M. & LIN, P. Applications for grain boundary engineered materials. *JOM (The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society)*, vol. 50, pp. 40 - 43, 1998.

PARK, J.T., HAN, K.S., WOO, J.S., CHANG, S.K., RAJMOHAN, N. & SZPUNAR, J.A. Influence of primary annealing condition on texture development in grain oriented electrical steels. *Acta Materialia*, vol. 50, pp. 1825-1834, 2002.

PARK, J.T. & SZPUNAR, J.A. Evolution of recrystallization texture in nonoriented electrical steels. *Acta Materialia*, vol. 51, pp.3037-3051, 2003.

RANDLE, V. *Microtexture determination and its applications*. The Institute of Materials, London, 1992. (ISBN 0-901716359)

RANDLE, V. Microtexture investigation of the relationship between strain and anomalous grain growth, *Philosophical Magazine A*, vol. 67, pp. 1301-1313, 1993a.

RANDLE, V. Strain-induced secondary recrystallization. In: M. Fuentes and J. Gil Sevillano (eds.) *Recrystallization '92*, Trans Tech Publications, pp. 189-194, Aedermannsdorf, Switzerland, 1993b.

RANDLE, V. *The measurement of grain boundary geometry*. Institute of Physics Publishing, Bristol and Philadelphia, 1993c. (ISBN 0-7503-0235-6)

RANDLE, V. Microtexture investigation of the relationship between strain and anomalous grain growth, *Philosophical Magazine A*, vol. 67, pp. 1301-1313, 1993d.

RANDLE, V. *The coincidence site lattice in grain boundary engineering*. The Institute of Materials, London, 1996. (ISBN 1-86125-006-1)

RANDLE, V. Refined approaches to the use of coincidence site lattice. *JOM (The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society)*, vol. 50, pp. 56 - 59, 1998.

- RANDLE, V. & ENGLER, O. *Introduction to Texture Analysis- Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping*. 1.ed., Netherlands, Gordon and Breach Science, 2000.
- RAY, R.K., JONAS, J.J. AND HOOK, R.E. Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels. *International Materials Reviews*, vol. 39, pp. 129-172, 1994.
- RIONTINO, G., ANTONIONE, C., BATTEZZATI, L., MARINO, F. & TABASSO, M. C. Kinetics of abnormal grain growth in pure iron, *Jornal of Materials Science*, vol. 14, pp. 86-90, 1979.
- SANDIM, H.R.Z., PADILHA, A.F., RANDLE, V. & BLUM, W. Grain subdivision and recrystallization in oligocrystalline tantalum during cold swaging and subsequent annealing. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials (UK)*, vol. 17, pp. 431-435, 2000.
- SCHUMANN, H. *Metalographie* 10. Auflage. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, pp.385-389, Leipzig, 1980.
- SCHWARTZ, A.J. & KING, W.E. The potential engineering of grain boundaries through thermomechanical processing. *JOM ( The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society )*, vol. 50, pp. 50 - 55, 1998.
- SCHWARZER, R.A. Automated Crystal Lattice Orientation Mapping Using a Computer-controlled SEM, *Microan.*, vol. 28:3, pp. 249-267, 1997.
- SEW EURODRIVE S/A. Apresenta texto contendo as principais características e informações sobre a empresa e seus produtos. Disponível em: <<http://www.sew.ind.br>>. Último acesso em: 02 mar. 2005.
- SHIMANAKA, H., ITO, Y., MATSUMURA, K., FUKUDA, B. Recent development on non-oriented electrical steel sheets. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 26, pp. 57-64, 1982.
- SHIMAZU, T., SHIOZAKI, M. & KAWASAKI, K. Effect of temper rolling on texture formation of semi-processed non-oriented steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 133, pp. 147 - 149, 1994.
- STANLEY, J.K. & MEHL, R.F. *Recrystallization of silicon ferrite in terms of rate of nucleation and rate of growth*. Metals Technology, tech. Publication, vol. 1438, pp. 1 -12, 1942.
- STEAD, J. E. The crystalline structure of iron and steel, *Journal of the Iron and Steel Institute*, vol. 53.1, pp. 145-205, 1898.
- THOMAS, G. Kikuchi electron diffraction and applications. In : *Modern diffraction and imaging techniques in materials science*, Edited by S. Amelinckx, R. Gevers, G. Remaut and J. Van Landuyt, North-Holland, pp.159-185, Amsterdam, 1970. (ISBN 7204-0200x)

WEGST, C.W. *Stahlschlüssel*. Verlag Stahlschlüssel Wegst GmbH, 17ª edição, Marbach, 1995.

WILKINSON, A.J. & DINGLEY, D.J. Quantitative deformation studies using electron back scatter patterns . *Acta Metallurgica et Materialia* , vol. 39, pp. 3047 - 3055, 1991.

WILKINSON, A.J. Methods for determining elastic strains from electron backscatter diffraction and electron channelling patterns. *Materials Science and Technology*, vol. 13, pp. 79 - 84, 1997.