



**AUTARQUIA ASSOCIADA À UNIVERSIDADE
DE SÃO PAULO**

**ESTUDO DE ORIENTAÇÕES CRISTALOGRÁFICAS DE AÇOS
AO SILÍCIO UTILIZANDO TÉCNICAS DE DIFRAÇÃO DE
RAIOS X, DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS E MÉTODO ETCH PIT**

HAMILTA DE OLIVEIRA SANTOS

**Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do Grau
de Mestre em Ciências na Área de
Reatores Nucleares de Potência e
Tecnologia do Combustível Nuclear.**

**Orientador:
Dr. Waldemar Alfredo Monteiro**

**São Paulo
1999**

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

**ESTUDO DE ORIENTAÇÕES CRISTALOGRÁFICAS DE AÇOS AO
SILÍCIO UTILIZANDO TÉCNICAS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X,
DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS E MÉTODO ETCH PIT**

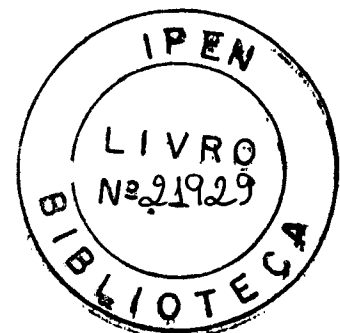
HAMILTA DE OLIVEIRA SANTOS

Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do grau
de Mestre em Ciências na Área de
Reatores Nucleares de Potência e
Tecnologia do Combustível Nuclear.

Orientador:
Dr. Waldemar Alfredo Monteiro

São Paulo

1999



ÍNDICE

Assunto	Página
AGRADECIMENTOS	i
RESUMO	ix
ABSTRACT	x
1 INTRODUÇÃO	01
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	03
2.1 Aços para fins elétricos e magnéticos	03
2.1.1 Composição dos aços silício	04
2.1.2 Aço silício de grão não orientado	05
2.1.3 Aço silício de grão orientado	06
2.1.4 Efeito das tensões nas propriedades magnéticas	09
2.1.5 Tensões geradas por conformação mecânica	10
2.2 Textura ou orientação preferencial	11
2.2.1 Conceitos básicos	11
2.2.2 Origens da orientação preferencial	12
2.2.3 Textura de chapas	13
2.3 Magnetismo e materiais magnéticos	14
2.3.1 Tipos de magnetismo	16
2.3.2 O campo magnético de Weiss e a teoria do ferromagnetismo	16
2.3.3 A curva de magnetização	17
2.3.4 Histerese	19
2.4 Difração por raios X	21
2.4.1 O método de Laue	21
2.5 Difração por elétrons	27
2.5.1 Difração de Kikuchi	27
2.5.2 Microscopia eletrônica	30
2.5.3 O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	32
2.5.4 O Método <i>etch pit</i>	35

2.5.4 O microscópio de orientação de imagem	37
3 MATERIAIS E MÉTODOS	40
3.1 Material utilizado e condição inicial	40
3.2 Métodos experimentais	41
3.2.1 Análise da medida do tamanho médio de grão	43
3.2.2 Análise por difração de raios X	43
3.2.3 Análise por difração de elétrons	46
3.2.3.1 Análise por microscopia eletrônica de varredura	46
3.2.3.2. Análise por microscopia de orientação de imagem	49
3.2.4 Análise da relação entre número médio de grãos e a orientação cristalográfica	50
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	51
4.1 Análise da medida do tamanho médio de grão	51
4.2 Análise por difração de raios-X	53
4.3 Análise por difração de elétrons	56
4.3.1 Análise por microscopia eletrônica de varredura.	56
4.3.2 – Análise por microscopia de orientação de imagem	63
4.4 Análise da relação entre número médio de grãos e a orientação cristalográfica	66
5 CONCLUSÕES	75
6 PROPOSTA DE TRABALHOS FUTUROS	76
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	77
APÊNDICE I	

“Senhor, às vezes quero fazer tudo sozinha,
Sem ti.
Outras vezes, penso que realizas tudo
Sozinho e não precisas de mim.
Que eu aprenda, Senhor, a lição dos prédios:
Meu papel é ser andaime!
Humilde, mas necessário também,
Na construção da vida, do mundo, da civilização!
É tão gratificante ser andaime.
Um simples andaime.
Nada mais.”

Obrigada, Deus

“É preciso que tenhamos na resistência que nos preserva vivos,
na compreensão do futuro como problema
e na vocação para o ser mais como expressão de natureza
humana,
fundamentos para a nossa rebeldia
e não para a nossa resignação em face das ofensas que nos
destroem o ser.
Não é na resignação,
mas na rebeldia diante das injustiças
que nos afirmamos (...) e mudamos o mundo.”

Dedico este trabalho à minha mãe, Olgarita, pela força e apoio

Obrigada

**“Fazer de cada momento uma vida
e da vida um único momento,
isto é felicidade!”**

*Ao meu querido Edson Souza de Jesus Filho pelo que você representa em
minha vida*

Obrigada

“As ilusões, por muito que sejam enfraquecidas
e encobertas pela razão,
continuam no mundo,
e compõem a maior parte da nossa vida.
E não basta conhecer tudo para as perder,
Embora se reconheçam como vãs.
E uma vez perdidas,
não se perdem de modo que não reste uma raiz muito forte,
e continuando a viver,
tornam a florescer
a despeito de toda a experiência
ou certeza adquirida.”

Ao meu querido Sidnei José Buso pela grande amizade e colaboração

Obrigada

“Com ordem e com tempo
encontra-se o segredo
de fazer tudo
e tudo fazer bem.”

*Ao Edson Garcia Gomes e ao Edilson Rosa Barbosa de Jesus pela amizade e
cooperação*

Obrigada

**“Deus criou o homem o menos possível –
para que o homem
se possa criar o mais possível.”**

Ao meu grande amigo Alfredo dos Santos (in memoriam)

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Dr. Waldemar Alfredo Monteiro pela orientação, incentivo, dedicação e amizade durante o período de realização deste trabalho.

Ao Dr. Nelson Batista de Lima pela cooperação, incentivo e amizade durante o período de realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Pedro Kunihiro Kiyohara e à Simone Perche de Toledo pela atenção e carinho com que me receberam no Laboratório de Microscopia Eletrônica do IFUSP, para a realização de análise das amostras com as quais finalizei este trabalho.

Ao Mestre André Luiz Pinto pela atenção e carinho com que me recebeu no Laboratório de Microscopia de Orientação de Imagem do IME/RJ, para a realização de análise das amostras com as quais finalizei este trabalho.

Ao Dr. Fernando J.G. Landgraf do IPT pela amizade, cooperação e incentivo.

À Dr^a Vicene Alonso Rodrigues por conceder as amostras com as quais foi realizado o presente trabalho.

Ao Dr. Jesualdo Luís Rossi pela amizade, cooperação e incentivo.

Ao Mestre Luís Gallego Martinez pela amizade, cooperação e incentivo.

Ao José Luiz de Jesus Tavares pela confecção do programa para análise dos resultados obtidos na técnica de difração de raios X (método de Laue), pelo carinho e pela amizade.

Aos Olandir, Sérgio de Jesus, Cristiane Dias, Damaris, Luís Carlos (Luca), Clarice, Luzinete, Pedro Henrique, Suzana, Cecília, Cristiane, Chieko, Sandra, Joaquina, Jenedite, Judit, Américo, Wesley, Glauson, Jorge, Marjorie, Beth, Maria Nogueira, Elias, Marilene, Eguiberto, Cícero, Carlos Henrique, Fernando, Edval, Franklin, Rodrigo, Henrique, Edmara, Eneida, Stela, Aroldo, Alan, Armando, Serginho (ME), Elza, Edna, Juan, Oscar, Valdir, Marcão, Paulinho, pela amizade e colaboração.

Enfim, a todos os amigos do IPEN pelo carinho e incentivo.

À Tereza, Maria de Lourdes, Ana Rosa, Francisco, Marta Regina e Cleide pelo carinho, amizade, incentivo e estímulo.

À minha irmã Aurea, aos meus sobrinhos Diego, Lucas e Aléxia, à Cione e Carmen.

À CAPES pelo suporte financeiro.

Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/CNEN) pela viabilidade na execução deste trabalho.

A todos aqueles que de alguma forma ajudaram na realização deste trabalho.

Muito obrigada,

Hamilta

ESTUDO DE ORIENTAÇÕES CRISTALOGRÁFICAS DE AÇOS AO SILÍCIO
UTILIZANDO TÉCNICAS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X, DIFRAÇÃO DE
ELÉTRONS E MÉTODO ETCH PIT

Hamilta de Oliveira Santos

RESUMO

O objetivo do presente trabalho foi a avaliação da orientação cristalográfica de aços Fe-3%Si por diferentes técnicas de caracterização. O aço ao silício é uma liga que apresenta boas propriedades elétricas, sendo freqüentemente empregado no setor energético e nuclear. O material para este trabalho foi cedido pela Cia. Aços Especiais Itabira S/A-ACESITA. O material usado foi recebido nos estados: deformado por compressão a quente, em um e dois passes às temperaturas de 900, 1000 e 1100 °C, com tempo de encharque variando de 32 a 470 s. No presente estudo avaliou-se a orientação cristalográfica, grão a grão das amostras através das seguintes técnicas: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) utilizando o método *etch pit*; Difração de Raios X utilizando o método de Laue por retroreflexão e Microscopia de Imagem Orientada (MIO) por MEV. O material também foi caracterizado microestruturalmente por medidas do tamanho de grão e número médio de grãos por amostra. Das análises, concluiu-se que o método de Laue não foi a melhor técnica para observar as orientações cristalográficas das amostras policristalinas analisadas neste trabalho. Isto foi devido às dificuldades encontradas para focalizar o feixe de raios X em cada grão, apesar de ter tamanho médio de 2,5 mm. Foi possível observar, por microscopia eletrônica de varredura, as microcavidades produzidas pelo método *etch pit* e as orientações cristalográficas grão a grão das amostras. Por MIO, não se obteve resultados conclusivos da orientação cristalográfica dos grãos das amostras em razão de não existir uma direção de laminação no material. Observou-se a necessidade de um estudo mais direcionado de amostras de Fe-3%Si de grão orientado (GO) e também de grão não orientado (GNO) pela técnica de MIO.

**CRYSTALLOGRAPHIC ORIENTATION STUDY OF SILICON STEELS USING
X-RAY DIFFRACTION, ELECTRONS DIFFRACTION AND THE ETCH PIT
METHOD**

Hamilta de Oliveira Santos

ABSTRACT

The aim of the present study is the microstructural and crystallographic orientation of Fe-3%Si steel. The silicon steel shows good electrical properties and it is used in the nuclear and electrical power fields. The studied steel was supplied by Cia. Aços Especiais Itabira S/A – ACESITA. The material was received in the hot compressed condition, in one or two passes. The hot compressing temperatures used were 900, 1000 and 1100 °C with soaking times ranging from 32 to 470 s. The material preferential crystallographic orientation was evaluated in every grain of the samples. The characterization techniques used were: scanning electron microscopy (SEM) using the etch pit method; X ray diffraction using the Laue back-reflection method; orientation imaging microscopy (OIM). Microstructural characterization in terms of grain size measurement and mean number of grains in the sample were also undertaken. The Laue method was found an easy technique to access crystallographic orientation of this work polycrystalline samples 2.5 mm average grain size. This was due to the inability to focus the X-rays on a single grain of the material. The scanning electron microscopy showed microcavities left by the etch pit method, which allowed the observation of the crystallographic orientation of each grain from the samples. No conclusive grain crystallographic orientation was possible to obtain by the OIM technique due to the non-existing rolling direction. A more extensive work with the OIM technique must be undertaken on the Fe-3%Si with oriented grains (OG) and non oriented grains (NOG).

1 INTRODUÇÃO

Dentre os materiais de interesse nuclear, destacam-se aqueles que, em razão do próprio arranjo microestrutural, e, principalmente, devido a processamentos mecânicos, apresentam texturas cristalográficas específicas, que propiciam melhorias ou não em relação à sua utilização.

É importante que o material metálico a ser empregado nestas circunstâncias, apresente algumas características específicas que sejam mantidas durante todo o período de sua utilização, quer seja como parte de um componente ou como um material mais complexo. Devemos lembrar que um dos grandes problemas enfrentados por projetistas e pesquisadores na área de materiais nucleares é a adequação dos parâmetros metalúrgicos na procura do material melhor e mais seguro, que deverá resistir mecanicamente em condições adversas, quer em um ambiente corrosivo ou sob radiação de partículas energéticas ou ambos.

Alguns destes materiais podem estar sendo utilizados em condições inadequadas em relação à anisotropia cristalográfica, acarretando falhas, por vezes catastróficas, e/ou rendimento inferior ao desejado. Para otimizar as propriedades de materiais e/ou minimizar as falhas em serviço é que estudos sobre textura de materiais tornam-se imprescindíveis.

Dentre estes materiais encontra-se um tipo de aço que apresenta excelentes propriedades magnéticas na direção de laminação: o aço ao silício (Fe-3%Si). Em razão dessas propriedades, o aço ao silício tem sido utilizado em núcleos de transformadores, geradores de potência e outros equipamentos elétricos ^[1,2,3,4].

O aumento no consumo de energia elétrica e a crescente produção tem sido a causa de uma busca cada vez maior para melhorar a eficiência das máquinas que perdem uma parcela considerável de energia por efeito Joule devido às correntes parasitas e à histerese magnética ^[2].

Um fator determinante no rendimento do aço ao silício é a orientação cristalográfica preferencial (textura). As principais melhorias neste caso são a redução da espessura da chapa de aço e procura da orientação (100)[001], orientação cubo. A recristalização terciária em aços Fe-3%Si de dimensões mais finas e com textura (110)[001], orientação de Goss, tem conferido propriedades magnéticas superiores e conservado suas propriedades mecânicas [7,8,9,10,11].

Os objetivos deste trabalho são: a caracterização microestrutural e da textura de chapa de Fe-3%Si após deformação a quente, utilizando a técnica difração de raios X (Método de Laue), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia de Imagem Orientada (MIO), utilizando o Método *etch pit* para preparação de amostras, com o estudo de textura realizado grão a grão do material. Foram realizadas análises comparativas entre as técnicas utilizadas na caracterização das amostras de chapas de Fe-3%Si.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 Aços para fins Elétricos e Magnéticos

No início do século, Hadfield^[3] e outros, estudando as propriedades eletromagnéticas de ligas de Fe-3%Si, verificaram que a resistividade do ferro aumentava bastante com a presença do silício, o que contribuía para a redução das perdas causadas pelas correntes parasitas. A partir desse estudo, teve início todo o processo de evolução e desenvolvimento da tecnologia de fabricação e utilização do aço ao silício.

Devido ao baixo teor de carbono o nome metalúrgico mais adequado para estes materiais seria ligas “ferro-silício”. Contudo, o termo “aços ao silício” foi universalmente aceito como designação para os materiais planos, nos quais o silício é o principal elemento de liga. Suas características elétricas e magnéticas o tornam bem aceito para uso em núcleos laminados, nos quais o fluxo reverte a direção ou pulsa muitas vezes a cada segundo. Existem várias classes de aços ao silício adaptadas para aplicações em tipos específicos de aparelhos elétricos.^[3]

O aumento do teor de silício no aço melhora gradativamente suas características eletromagnéticas, cria dificuldades crescentes de processamento, devido ao aumento da dureza, abrasão e, principalmente, fragilidade. Esses aspectos concorrem para uma redução do rendimento do processamento, não só da usina produtora, como também dos fabricantes de equipamentos elétricos.^[2] A adição do silício modifica a fase do aço silício, de tal forma que o sistema apresenta-se mais perto da curva austenítica.^[14]

À medida que aumenta o teor de silício, crescem também os limites de resistência e de escoamento, e a resistência ao cisalhamento^[3].

Obter melhores propriedades magnéticas pela redução do teor de silício é, portanto, a meta do desenvolvimento tecnológico desses aços.^[2]

Para uniformidade de especificação, produção e compra, os aços ao silício são inicialmente classificados em termos de perda no núcleo, já que a perda máxima permitida no núcleo magnético é usualmente um dos mais importantes fatores considerados no projeto de núcleos de equipamentos de alta potência e para alguns equipamentos eletrônicos^[3].

A perda no núcleo é a potência elétrica despendida em forma de calor dentro do núcleo do equipamento elétrico quando sujeito a forças magnetizantes alternadas. Isto é inerente à produção do fluxo magnético desejado.^[3]

De acordo com a teoria magnética clássica, a perda no núcleo é composta de vários tipos de perdas, ou seja: por histerese, por correntes parasitas dentro de cada estampo e perdas interlamelares, se os estampos não são suficientemente isolados uns dos outros^[3].

2.1.1 Composição dos Aços ao Silício

Os aços elétricos são produzidos visando a obtenção de propriedades magnéticas ao invés de composições químicas específicas. As características magnéticas são de primeira importância e dependem tanto do processamento quanto da composição química.^[3]

O silício é o principal elemento de liga nos aços elétricos. Ele é adicionado porque aumenta efetivamente a resistividade do aço e assim reduz a componente da perda no núcleo por corrente parasita. Além disso, ele traz um benefício adicional, pois afeta a estrutura do grão conferindo portanto

aos aços não orientados, menor perda no núcleo devido à redução do componente de perda por histerese ^[3].

Dependendo do tipo de aço, outros elementos de liga como alumínio e manganês são adicionados. Cada um deles é adicionado em quantidades freqüentemente entre 0,1% e 0,5%. Simultaneamente, eles também afetam favoravelmente a estrutura do aço e portanto contribuem para diminuir o componente de perda por histerese.^[3]

Outros elementos encontrados nos aços elétricos são essencialmente impurezas, em quantidades residuais. O teor de carbono varia ao longo do processamento, ou seja, o teor inicial presente no aço fundido é diferente daquele existente no produto final. Através de tratamentos térmicos especiais, enquanto o material está em fase de processamento, é possível reduzir o teor de carbono do material completamente processado a valores menores que 0,03% ^[3].

No caso dos aços de grão orientado, os teores de impurezas, como por exemplo o enxofre^[3] e o manganês^[17], são inicialmente elevados para ajudar a desenvolver a orientação final do cristal; porém, tais impurezas são posteriormente dissolvidas na matriz no recozimento final.^[3]

2.1.2 Aço ao Silício de Grão Não Orientado (GNO)

O termo “orientado”, quando usado conjuntamente com aços elétricos, refere-se a uma estrutura cristalina com propriedades magnéticas, que são melhores em uma dada direção. Alguns aços não são intencionalmente orientados e podem ser chamados de aços de grão não orientado.^[3]

No aço ao silício de grão não orientado (GNO), o grão não possui direção preferencial, proporcionando uma facilidade de passagem do

fluxo magnético por qualquer direção ^[2]. Esse tipo de aço possui excelente valor de permeabilidade magnética em altas induções, baixo valor médio de perdas magnéticas, boa punctionalidade, excelente planicidade e alto fator de empacotamento. É matéria-prima utilizada na fabricação de núcleos de geradores e motores elétricos, reatores para sistemas de iluminação, medidores de energia, pequenos transformadores, compressores herméticos para geladeiras e freezers, além de outros equipamentos elétricos ^[4].

As perdas magnéticas no aço silício GNO são compostas basicamente de 30% relativas à condutividade elétrica (correntes parasitas) e 70% relativas à permeabilidade (histerese) ^[2].

As propriedades magnéticas com respeito à direção de laminação devem ser basicamente aleatórias. Os GNO fornecem o desempenho ideal em aplicações onde o fluxo magnético pode fluir em qualquer direção em relação à direção de laminação ^[3].

2.1.3 Aço ao Silício de Grão Orientado (GO)

Na década de 30, Goss^[34] desenvolveu um método de produção de chapas de aço ao silício com orientação dos grãos, cujos planos (110) encontram-se paralelos à superfície da chapa e a direção [001] paralela à direção de laminação.^[3] No aço ao silício de grão orientado (GO), os grãos possuem uma direção cristalina definida, o que facilita a passagem do fluxo magnético por uma direção preferencial. Esse material é adequado para transformadores de potência e de distribuição.^[1,2]

O aço ao silício GO foi desenvolvido para alcançar baixas perdas por correntes parasitas e histerese e elevada permeabilidade magnética, requeridas para maior eficiência dos equipamentos e economia de energia elétrica. Aplicado basicamente na fabricação dos núcleos de transformadores, também é utilizado em reatores de potência, hidrogeradores e

turbogeradores. A principal característica deste aço é apresentar excelentes propriedades magnéticas na direção de laminação ^[4].

A mais notável característica dos aços ao silício de grão orientado é a sua forte direcionalidade magnética. Tanto as perdas no núcleo quanto a permeabilidade variam sensivelmente, dependendo da direção do fluxo magnético em relação à direção na qual o material foi laminado. Sob certas condições, a diferença na corrente de excitação para uma direção favorável em relação a outra não favorável no aço de grão orientado, pode ser vinte vezes superior à encontrada para os aços convencionais de grão não orientado.^[3]

Usualmente os aços ao silício de grão orientado contêm aproximadamente 3,1% de silício. Se o silício é muito mais baixo, a perda por correntes parasitas (e por conseqüência, a perda no núcleo) na espessura desejada, é muito elevada. Alto teor de silício diminui a ductilidade e também reduz a saturação, exigindo maiores correntes de excitação a altas densidades de fluxo e limitando a indução de operação.^[3] O aço ao silício, apresentando-se com mais de 1,9% em peso, é um material com estrutura ccc (fase ferrítica) em toda a faixa de temperatura, o que possibilita tratamentos térmicos a altas temperaturas, necessários para desenvolvimento de textura, impedindo que esta orientação preferencial adquirida seja destruída por transformação durante o estágio posterior a frio.^[14]

A razão da intensa demanda por aço ao silício de grão orientado é a notável capacidade que eles oferecem para reduzir o tamanho dos núcleos magnéticos dos equipamentos elétricos, reduzindo conseqüentemente a quantidade dos outros materiais necessários. Outros fatores que ampliaram a aplicação destas classes de aços elétricos são^[3]:

a) Melhoria da permeabilidade e redução nas perdas no núcleo para altas densidades de fluxo.

b) Necessidade de melhorias da produção e da transmissão.

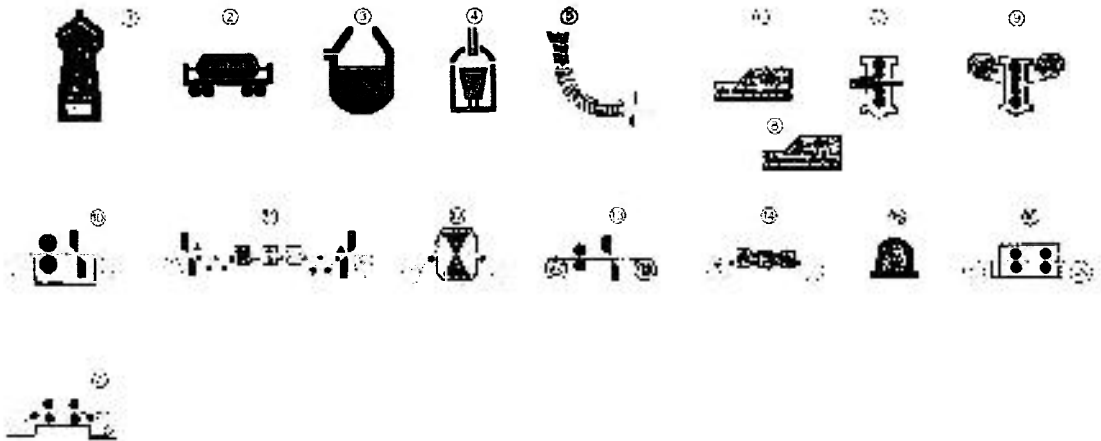
c) Diminuição do custo de manuseio dos equipamentos e aumento da potência do transformador, que pode ser instalado em um poste, pela utilização de núcleos de aço ao silício de grão orientado, que são menores que os de mesma potência feitos com aços ao silício convencionais.

d) Redução considerável nos ampère-espiras necessários na seção do caminho magnético nos grandes geradores bipolares de núcleos segmentados, devido ao fluxo no jugo fluir paralelamente à melhor direção magnética. Os aços de grão orientado são algumas vezes especificados em estampos formando uma seção do jugo a partir da qual os dentes estendem-se. Isto, muitas vezes é vantajoso, mesmo que o fluxo magnético flua em uma direção desfavorável nos dentes. Como os dentes são relativamente pequenos, os ampère-espiras requeridos por eles podem ser mantidos razoavelmente menores.

A perda no núcleo magnético depende não só da qualidade relativa do material do qual ele é feito, mas também da indução e da frequência utilizadas ^[3].

Segundo Landgraf, F.J.G. et al ^[5], as perdas por histerese devem dar-se pela eliminação do encruamento, pelo aumento do tamanho de grão e pela redução do teor de carbono, isso ocorrendo em qualquer tipo de aço. O melhor desempenho desses aços depende de um melhor condicionamento de sua microestrutura, via processamento termomecânico.

A figura 2.1 mostra o fluxograma de produção do aço silício de grão orientado da Cia. Aços Especiais Itabira S/A (ACESITA) ^[6].



- | | |
|------------------------------|---|
| 01 – Alto-forno | 10 – Linha de preparação de bobinas |
| 02 – Carro torpedo | 11 – Linha de recozimento e decapagem |
| 03 – Convertedor a oxigênio | 12 – Laminador a frio Sendzimir |
| 04 – Forno de refino a vácuo | 13 – Linha reparadora de bobinas |
| 05 – Lingotamento contínuo | 14 – Linha de recozimento contínuo |
| 06 – Forno de placas | 15 – Linha de recozimento em caixa |
| 07 – Laminador de desbaste | 16 – Linha de revestimento e aplainamento térmico |
| 08 – Forno empurrador | 17 – Linha de tesoura longitudinal |
| 09 – Laminador Steckel | |

Fig. 2.1 – Fluxograma de produção de aço ao silício (GO) [6]

2.1.4 Efeito das Tensões nas Propriedades Magnéticas

As propriedades magnéticas dos aços ao silício são especialmente sensíveis às tensões mecânicas. Tensões de apenas algumas centenas de kgf/mm^2 podem, naturalmente, produzir uma deformação elástica no material, gerando uma distorção do reticulado cristalino, afetando a relação entre a força magnetizante e a indução, conseqüentemente transformando todas as características de magnetização do material. Normalmente, as tensões criam um efeito negativo ao causar a degradação das propriedades magnéticas. [3]

Se a tensão for baixa a ponto de criar somente deformação elástica no material, a remoção da carga ou da força restritiva permitirá ao material retornar à condição livre de tensão. Mas, se o material tiver sido plasticamente deformado, ele irá reter permanentemente a nova forma e conseqüentemente absorverá as tensões, mesmo depois que a carga tiver sido

removida. Porém, se o material tiver sido plasticamente deformado, será necessário um novo recozimento para retorná-lo à condição livre de tensão ^[3].

Quando completamente processados pelo fabricante do aço, os aços ao silício são recozidos sob condições controladas de temperatura, tempo e atmosfera, de forma a se obter as propriedades magnéticas desejadas. Este recozimento a temperaturas comparativamente altas, desenvolve a qualidade magnética final do produto. Depois deste recozimento, o aço elétrico fica substancialmente livre de tensões. Porém, tensões serão introduzidas posteriormente em operações de corte, estampagem e rebobinamento, as quais forçam elasticamente ou trabalham plasticamente o metal. Tais esforços podem influenciar a seleção do material ou o projeto para uma dada aplicação, a menos que a tensão seja removida.^[3]

2.1.5 Tensões Geradas por Conformação Mecânica

Tensões indesejáveis são criadas adjacentes às bordas de estampagens e cortes. Isto resulta da distorção da estrutura cristalina causada pela operação de corte. Experiências magnéticas indicam que estas tensões afetam as propriedades do estampo a uma distância aproximadamente igual à espessura do mesmo, a partir da borda cortada. Esta área altamente tensionada geralmente tem permeabilidade baixa e perda por histerese várias vezes maior que aquela no material não tensionado ^[3].

Já que a área tensionada se estende além da borda cortada, ela tem efeito cada vez maior sobre a perda no núcleo à medida que a largura do estampo diminui e a espessura do material aumenta.^[3]

2.2 Textura ou Orientação Preferencial

2.2.1 Conceitos Básicos

A textura dos aços elétricos tem grande influência nos valores e na anisotropia de suas propriedades magnéticas. Sabe-se que a textura após laminação a frio é influenciada pela recristalização final dos aços elétricos. Assim, a compreensão das características da microestrutura deformada é muito importante para o controle da textura.^[23]

Os materiais policristalinos são constituídos de células cristalinas unitárias denominadas grãos, os quais são separados uns dos outros por fronteiras denominadas contornos de grãos.^[22] A grande maioria dos materiais policristalinos existentes têm grãos com tamanho médio na faixa de 1 μm a 1 mm.^[24] Os materiais processados termomecanicamente apresentam, por sua vez, tamanhos de grão na faixa de 10 a 100 μm .^[13,15]

Cada grão em um agregado policristalino, tem orientação cristalográfica diferente dos seus vizinhos. As diferenças são habitualmente da ordem de dezenas de graus. Consideradas de modo global, as orientações de todos os grãos podem tanto estarem distribuídas aleatoriamente com relação a um sistema de referência como estarem concentradas, em maior ou menor grau, ao redor de alguma ou de algumas orientações particulares. Nesta última condição, o agregado policristalino apresenta *orientação preferencial* ou *textura*. Portanto, a textura pode ser genericamente definida como uma condição na qual a distribuição de orientações não é aleatória. Às vezes, utiliza-se a expressão *textura aleatória* para a ausência de orientação preferencial.^[13,15]

2.2.2 Origens da Orientação Preferencial

Agregados policristalinos isentos de orientação preferencial são raramente encontrados tanto entre os minerais naturais como entre os materiais processados industrialmente. Rochas e minerais cristalinos freqüentemente desenvolvem textura durante sua solidificação ou durante suas metamorfoses. Fibras naturais e artificiais podem apresentar orientação de suas cadeias moleculares durante o crescimento ou manufatura.^[12]

A textura pode se desenvolver em um metal ou liga durante uma ou mais operações de processamento, tais como fundição, conformação mecânica e recozimento.

Durante a conformação mecânica, a deformação plástica ocorre principalmente por deslizamento de planos ou por maclação, para orientações mais favoráveis, estabelecendo a chamada textura de deformação. A textura final de deformação depende do processamento (laminação, extrusão, trefilação, forjamento) e do grau de deformação imposta na conformação e da temperatura em que o material foi deformado.^[18]

Quando o metal deformado é recozido, pode ocorrer recuperação e/ou recristalização, dependendo do tempo e principalmente da temperatura de recozimento. Geralmente, o recozimento em temperaturas mais baixas causa apenas recuperação e pequena ou nenhuma modificação da textura. Recozimento em temperaturas mais altas causa freqüentemente recristalização e o aparecimento de uma nova textura, geralmente diferente da textura de deformação. Essa nova textura é denominada *textura de recristalização*.^[19]

O processo de recristalização em materiais policristalinos pode ser controlado pelo armazenamento de energia produzida pela deformação plástica (recristalização primária) ou pela energia dos contornos de grão.^[11,16,19,20]

Em temperaturas ainda mais altas, pode ocorrer durante o recozimento e após recristalização, crescimento exagerado de grãos ou recristalização secundária. Ou seja, alguns poucos grãos crescem consumindo seus vizinhos menores. A textura resultante também neste caso, é geralmente diferente das texturas de deformação e de recristalização.^[21]

2.2.3 Textura de Chapas

Na textura de chapa a maioria dos grãos está orientada com um determinado plano cristalográfico (hkl), aproximadamente paralelo ao plano da superfície da chapa, e com uma determinada direção [uvw] do plano (hkl), aproximadamente paralela à direção de laminação. A orientação dos grãos na chapa é fixada com relação aos eixos da chapa, não existindo neste caso a liberdade rotacional de orientação. A notação (hkl)[uvw] ou {hkl}<uvw> é denominada *orientação preferencial*.^[15]

A ocorrência de textura de chapa não está restrita apenas a chapas laminadas e pode ocorrer também em tubos extrudados e arames achatados.

A Nippon Steel Corporation, em 1966, anunciou o aço silício de grão orientado (HI-B) baseado na inibição de crescimento de grão através de partículas de MnS. Já a Kawasaki Steel Corporation, em 1973, desenvolveu um produto denominado RG-H que adiciona uma pequena quantidade de Sb ao aço, complementando a ação inibidora do MnS.^[14]

A textura de Goss no aço silício de grão orientado é obtida no recozimento final a alta temperatura por meio de recristalização secundária. O processo de recristalização secundária se caracteriza pelo crescimento rápido de poucos grãos com orientação de Goss, que consomem os demais grãos da matriz, obtendo-se no final, grãos da ordem de centímetros.^[14]

Segundo Fortunati et al ^[25], a microestrutura (textura e distribuição do tamanho de grão) é responsável pelo crescimento seletivo de grãos de Goss.

2.3 Magnetismo e Materiais Magnéticos

A aplicação dos materiais magnéticos é das mais extensas no campo da indústria elétrica, exigindo-se propriedades especiais para: pequenos motores para relógios elétricos, motores de grande potência para acionamento de laminadores, transformadores de alta frequência para rádio comunicação ou de alta potência para uma rede de distribuição de força. [5,9,26,27]

Os primeiros relatos de experiências com o ímã natural, são atribuídos aos gregos e datam de 800 a.C.. A primeira utilização prática do magnetismo foi a bússola, inventada pelos chineses na antiguidade. Baseada na propriedade de uma agulha magnetizada orientar-se na direção do campo magnético terrestre, a bússola foi importante instrumento para a navegação no início da era moderna.

Os fenômenos magnéticos ganharam uma dimensão muito maior a partir do século XIX, com a descoberta de sua correlação com a eletricidade. Oersted (1820) descobriu que uma corrente elétrica passando por um fio também produzia efeito magnético, mudando a orientação da agulha de uma bússola. Mais tarde, Ampère formulou a lei que relaciona o campo magnético criado com a intensidade da corrente no fio. O efeito recíproco, pelo qual um fio com corrente sofre a ação de uma força produzida pelo campo criado por um ímã permanente, foi descoberto logo em seguida. Pouco depois, Faraday na Inglaterra e Henry nos Estados Unidos (1831), descobriram que um campo variável podia induzir uma corrente elétrica num circuito. No final do século XIX estes três fenômenos eram perfeitamente compreendidos e já

tinham inúmeras aplicações tecnológicas, das quais o motor e o gerador elétrico eram as mais importantes.^[26]

Atualmente os materiais magnéticos desempenham papel muito importante nas aplicações tecnológicas do magnetismo. Nas aplicações tradicionais, como em motores, geradores, transformadores etc., eles são utilizados em duas categorias: os ímãs permanentes (aqueles que têm propriedade de criar um campo magnético constante) e os materiais moles ou permeáveis (aqueles que produzem um campo proporcional à corrente num fio enrolado, muito maior do aquele que seria criado apenas pela corrente).

Material magnético mole é mais um termo técnico do que científico. A palavra “mole”, neste caso, significa que o ferromagnetismo surge apenas quando um campo magnético é aplicado. Em contraste, ímãs duros ou permanentes exibem ferromagnetismo na ausência de um campo externo. Todos os elementos magnéticos na forma pura são moles; considerando soluções sólidas magnéticas e compostos, tanto podem ser moles como duros, dependendo da composição e tratamento metalúrgico.^[26]

Muitas das aplicações atuais dos materiais magnéticos resultaram dos avanços científicos e tecnológicos obtidos nas últimas décadas nos centros de pesquisa e laboratórios industriais no Japão, Europa e Estados Unidos. Esses avanços só foram possíveis graças à compreensão das propriedades atômicas da matéria, com base na mecânica quântica desenvolvida nas décadas de 20 e 30. Ainda hoje o magnetismo é um dos campos mais férteis e mais ativos da Física da Matéria Condensada.

O campo magnético pode ser expresso por duas grandezas: o vetor indução magnética \mathbf{B} e o vetor intensidade de campo magnético \mathbf{H} . Enquanto \mathbf{H} é relacionado com a corrente que cria o campo, \mathbf{B} depende tanto da corrente quanto da magnetização do meio. É o vetor \mathbf{B} que determina o fluxo magnético ϕ através de uma superfície S .

2.3.1 Tipos de Magnetismo

Há cinco tipos básicos de magnetismo: (1) diamagnetismo, (2) paramagnetismo, (3) ferromagnetismo, (4) ferrimagnetismo e (5) antiferromagnetismo. Nesta lista não foi incluído metamagnetismo em razão de tratar-se meramente de um fenômeno onde antiferromagnetismo é substituído por ferromagnetismo mediante a aplicação de um campo magnético intenso ou diminuição da temperatura. Também não foram inclusos superparamagnetismo, ferromagnetismo parasita e mictamagnetismo, os quais podem ser entendidos como variações de um dos listados.^[26]

Em termos simples, um sólido é dito diamagnético quando é repellido por um ímã permanente e dito paramagnético, ferromagnético ou ferrimagnético quando é atraído. Entretanto, uma classificação mais precisa pode ser feita utilizando-se a susceptibilidade ou permeabilidade relativa, como mostra a Tabela 2.1.

Tabela 2.1 – Classificação de sólidos quanto susceptibilidade e permeabilidade^[26]

CRITÉRIO DE CLASSIFICAÇÃO	DIAMAGNETISMO	PARAMAGNETISMO	FERRO OU FERRI-MAGNETISMO
Susceptibilidade, χ	< 0	≥ 0	$\gg 0$
Permeabilidade relativa, μ'	< 1	≥ 1	$\gg 1$

2.3.2 O Campo Magnético de Weiss e a Teoria do Ferromagnetismo

Quando átomos são condensados no interior de um sólido cristalino, a magnetização pode ou não ocorrer, dependendo da maneira como os momentos atômicos foram acoplados no sólido.

No cristal de ferro, por exemplo, não somente os átomos carregam um momento magnético, como também o metal é dividido em

pequenas regiões conhecidas como domínios magnéticos. Em cada domínio, todos os momentos atômicos são acoplados juntos em uma direção cristalográfica preferencial, sendo que o material alcança o valor de saturação de magnetização constante ainda que não seja aplicado campo algum, ou seja espontaneamente e abaixo da temperatura de Curie. Os domínios são, portanto, ditos espontaneamente magnetizados.^[26]

Para avaliar o começo da magnetização espontânea, Weiss (1907) postulou que um campo interno intenso, hoje conhecido como campo molecular de Weiss (H_w), existe dentro de um ferromagneto, responsável pelo acoplamento paralelo dos momentos atômicos em cada domínio. Esta teoria também determina a susceptibilidade de ferromagnetos.^[26]

A origem do campo interno foi primeiramente estudada por Heisenberg (1928) em termos de uma troca interativa entre spins em átomos vizinhos. Esta interação é estritamente um efeito da mecânica quântica e é de natureza eletrostática.^[26]

2.3.3 A Curva de Magnetização

O comportamento de um ferromagneto em um campo magnético é considerado o fator principal na evolução prática do material. Desta maneira, as curvas de magnetização são indispensáveis na elucidação dos processos de magnetização sob diferentes condições.^[26]

Uma curva de magnetização característica $B-H$ ^[26] é mostrada na figura 2.2 para o Fe-3%Si, que é policristalino, em forma de chapa, bem recozido, grão orientado e comercialmente puro (>99,5%). Com a amostra inicialmente desmagnetizada, a curva iniciará da origem com um grau de inclinação finito, o que aproxima a permeabilidade inicial ao campo zero, $\mu_i \cong (dB/dH)_{H \rightarrow 0}$. A curva é normalmente dividida em três partes. A primeira

parte prolonga-se da ponta (O) ao dorso (A) e é a mais curta das três. A forma da primeira parte freqüentemente segue a relação de Rayleigh,

$$B = \mu_i H + \nu H^2, \quad (2.1)$$

onde $\nu = d\mu/dH$ e tem um valor constante. Esta parte é reversível no sentido que o segmento da curva é retornável mediante a redução do campo. A segunda parte oculta o segmento mais íngreme da curva, entre o dorso e o joelho da curva (B). O grau de inclinação cresce muito rapidamente a um valor máximo, próximo do qual a permeabilidade máxima $\mu_{m\acute{a}x}$ é alcançada, e então cai gradualmente. A terceira parte encontra-se acima do joelho da curva e finalmente alcança o valor de saturação da indução B_s , onde $B_s = \mu_0(H + M_s)$. Tanto a segunda como a terceira parte da curva são irreversíveis, ou mais apropriadamente irretornáveis.^[26]

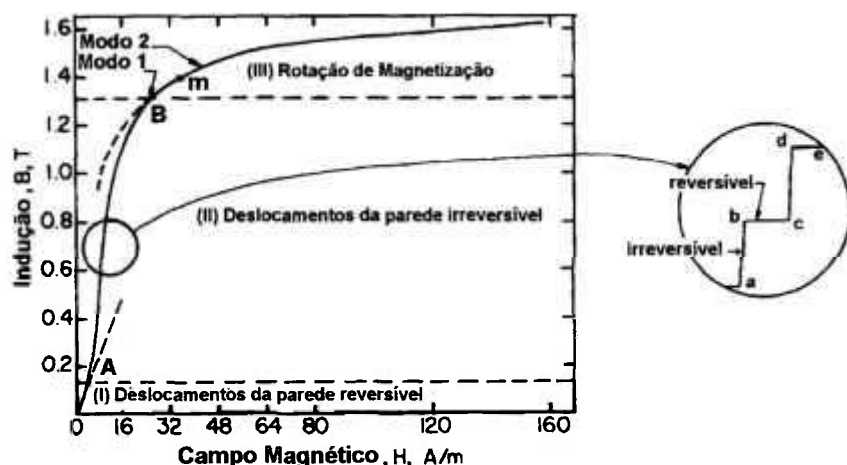


Fig. 2.2 - Curva de magnetização para o Fe-3%Si a 27 °C.^[26]

A forma da curva de magnetização é fruto da alteração da estrutura de domínios magnéticos no interior do material, resultado da interação do campo magnético externo aplicado com os domínios e destes com características da microestrutura, como a distribuição de tamanho e de orientação espacial dos cristais (os grãos da nomenclatura metalúrgica).^[28]

2.3.4 Histerese

Se o campo aplicado em uma amostra for aumentado até a saturação e em seguida for diminuído, a densidade de fluxo B diminui, mas tão rapidamente quanto aumentou ao longo da curva de magnetização inicial. Assim, quando H chega a zero, há uma densidade residual ou remanência, B_r . Para reduzir B a zero, deve-se aplicar um campo negativo $-H_c$. Este campo é chamado de força coercitiva. Quando H é aumentado mais ainda no sentido negativo, a amostra fica magnetizada com a polaridade oposta, sendo a magnetização favorável a princípio e desfavorável depois, quando se aproxima da saturação. A redução do campo novamente a zero deixa uma magnetização residual $-B_r$, e para reduzir B a zero deve-se aplicar uma força coercitiva $+H_c$. Aumentando-se o campo mais ainda, a amostra fica novamente saturada com a polaridade original. A curva gerada durante o processo de magnetização, é conhecida como curva de histerese ou ciclo de histerese.^[26]

A figura 2.3 mostra a curva de histerese^[26] para o aço Fe-3%Si indicando a indução máxima B e a remanência B_r . A relação entre a indução máxima e a remanência para este aço faz com que sua utilização seja de grande aplicabilidade em núcleos elétricos.

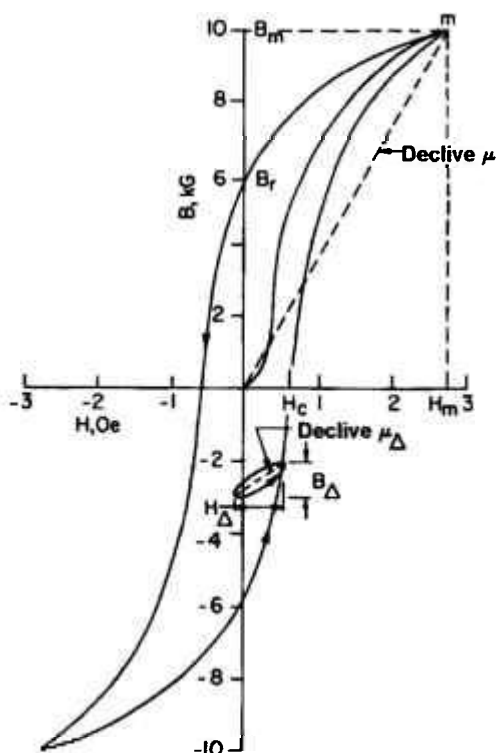


Fig. 2.3 - Curva de histerese para o Fe-3%Si mostrando a remanência B_r e a força coercitiva H_c .^[26]

A figura 2.4 mostra a curva de magnetização^[26] para um monocristal de ferro na direção de magnetização favorável [100], e a de magnetização desfavorável, intermediária entre [110] e [111].

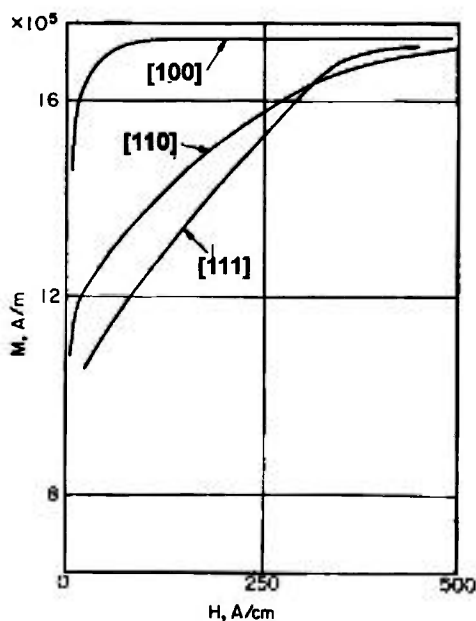


Fig. 2.4 - Curva de magnetização para um monocristal de ferro.^[26]

2.4 Difração por raios X

2.4.1 O Método de Laue

Roentgen (1895) descobriu os raios X, que são produzidos quando um feixe de raios catódicos atinge um alvo sólido. Descobriu que o funcionamento de um tubo de raios catódicos produzia fluorescência num anteparo coberto com cianeto de bário e platina, colocado a uma distância do tubo. O efeito foi atribuído à radiação vinda das paredes do tubo de raios catódicos. Estudando este novo tipo de radiação, Roentgen percebeu que, se os materiais opacos à luz eram colocados entre o tubo e o anteparo, a intensidade da fluorescência diminuía, mas não desaparecia, mostrando que os raios X podem atravessar substâncias que são opacas à luz ordinária. Também descobriu-se que a radiação X pode escurecer qualquer placa fotográfica e produzir ionização em qualquer gás através do qual passe; esta última propriedade é usada para medir a intensidade da radiação. Descobriu-se que estes raios X se propagavam em linha reta a partir da fonte e não podiam ser desviados por campos elétricos e magnéticos, do que se concluiu que eles não eram partículas carregadas. ^[29]

Os primeiros trabalhos em raios X indicavam que eles eram radiações eletromagnéticas com comprimentos de onda vários milhares de vezes menor que os da luz visível. Portanto, os métodos da espectroscopia comum não podiam ser usados para medir o comprimento ou a frequência dos raios X. Em 1912, von Laue e seus auxiliares descobriram que cristais agem como redes para difração de raios X. A difração ocorre porque os raios X têm comprimentos de onda entre 10^{-8} e 10^{-9} cm, enquanto que a distância média entre átomos num sólido está entre 10^{-7} e 10^{-8} cm. Além disso, num cristal deve existir alguma unidade atômica ou molecular arranjada numa ordem que se repete regularmente, o que resulta na simetria observada nos cristais. As propriedades dos raios X e cristais resultam em condições análogas às que ocorrem quando luz visível atravessa uma rede ótica – descontinuidades

regularmente espaçadas, separadas por distâncias de várias vezes o comprimento de onda da radiação incidente. É possível, portanto, usar a difração de raios X por um cristal para fazer medidas quantitativas do comprimento de onda dos raios X. A maneira pela qual isto pôde ser feito foi mostrada por Bragg.^[29]

De acordo com Bragg, um trem de ondas de raios X monocromáticos, ao atingir um cristal (que consiste num arranjo regular de átomos ou moléculas, que age como uma série de planos reflexivos paralelos, como na figura 2.5), com ângulo de incidência ou de ataque θ tem a relação apropriada com a distância d entre os planos reflexivos e o comprimento de onda λ das ondas incidentes, as reflexões dos vários planos se reforçam umas às outras e a reflexão resultante é excepcionalmente forte. Diz-se que as reflexões estão em fase. Mas, se o ângulo θ não satisfaz a condição para que as diferentes reflexões estejam em fase, estas interferem com as outras e o feixe resultante é fraco. À medida que o ângulo de incidência varia, uma série de reflexões são observadas, que mostram máximos e mínimos de intensidade alternadas, e a difração de raios X causada pela reflexão nos diferentes planos do cristal se torna aparente.^[29]

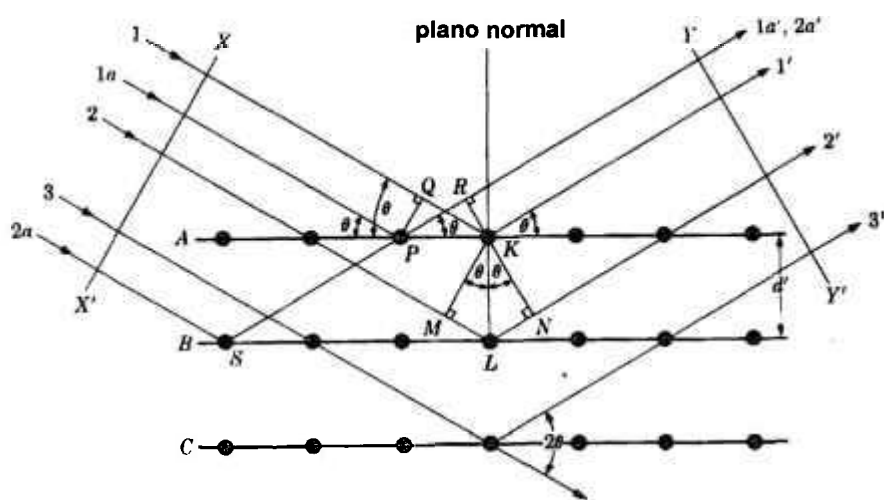


Fig. 2.5 - Difração de Bragg^[29]

A condição para que exista um feixe refletido reforçado é dado pela equação^[29]:

$$n\lambda = 2d \operatorname{sen}\theta, \quad (2.2)$$

onde n é um inteiro, d é a distância entre os planos reflexivos, λ é o comprimento de onda das ondas incidentes e θ é o ângulo incidente.

O método de Laue para orientação de um monocristal consiste na análise de um conjunto de pontos de difração no filme, onde as posições destes pontos dependem da orientação do cristal. Quando um feixe de radiação branca, ou seja: o espectro contínuo de um tubo de raios X incide sobre um monocristal fixo, o ângulo de Bragg, θ , é fixo para cada conjunto de planos do cristal e cada conjunto difrata com um comprimento de onda particular que satisfaz a lei de Bragg que, segundo os valores de d e θ , teremos um comprimento de onda diferente para cada feixe difratado^[29,30].

Existem duas variações do método de Laue que são relativas às posições da fonte, do cristal e do filme. O filme é plano e está colocado perpendicularmente ao feixe incidente. No método de transmissão de Laue, o filme é colocado atrás do cristal e, devido a isso, os feixes difratados são parcialmente transmitidos através do cristal. No método de retroreflexão, o filme é colocado entre o cristal e a fonte de raios X, onde o feixe incidente passa por uma abertura no centro do filme e os feixes difratados impressionam o filme na direção contrária ao feixe incidente.^[29,30]

Em ambos os métodos, os feixes difratados formam um arranjo de pontos no filme, que é chamado de padrão de Laue para um monocristal. Os pontos associados a uma curva são reflexões pertencentes a uma zona, porque as reflexões de Laue dos planos de uma zona estão associados à superfície de um cone imaginário cujo eixo principal é chamado eixo zonal (E.Z.). Uma zona consiste de todos os planos paralelos a uma linha simples, o chamado eixo zonal.^[30] A figura 2.6^[29] ilustra este fato: em (a), um

lado do cone está tangente ao feixe transmitido e o ângulo de inclinação, ϕ , entre o eixo zonal e o feixe transmitido é igual à metade do ângulo do cone. Um filme (F) colocado como mostrado na figura, intercepta o cone numa elipse imaginária, passando pelo centro do filme. Os pontos de difração dos planos da zona estão distribuídos ao longo dessa elipse. Em (b), o ângulo ϕ excede 45° , então um filme colocado entre o cristal (C) e a fonte de raios X intercepta o cone numa hipérbole.^[29,30]

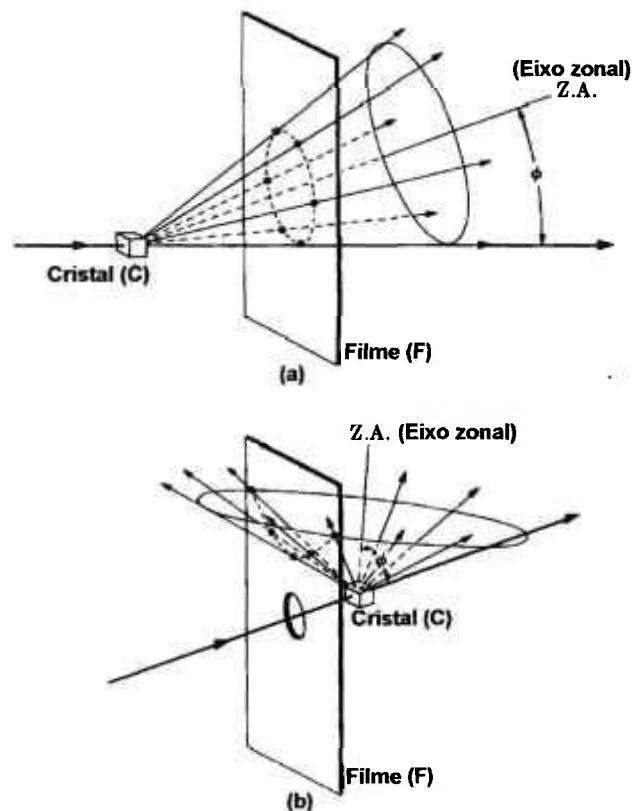


Fig. 2.6 - Método de Laue: (a) elipses no método de transmissão e (b) hipérbolas no método de retroreflexão^[29].

As posições dos pontos no filme para ambos os métodos dependem da orientação do cristal relativa ao feixe incidente. Estes pontos tornam-se distorcidos e manchados se o cristal está inclinado ou torcido. Devido a isso, o principal uso dos métodos de Laue é a determinação da orientação do cristal, visto que o cristal permanece fixo durante todo o

experimento, o que torna os métodos de Laue muito sensíveis a qualquer tipo de imperfeição presente no cristal. Isto, portanto, dá uma indicação da estrutura do mosaico e das imperfeições devidas a um deslizamento. Assim, os métodos de Laue tornam-se uma ferramenta útil na seleção de cristais que, livres de imperfeições facilitam a determinação de sua estrutura cristalina.^[29]

O método de retroreflexão é o mais utilizado pois não exige nenhuma preparação especial da amostra e esta pode ter qualquer espessura. Na realidade, o problema consiste em se determinar a orientação do cristal baseado na posição dos pontos de um filme de retroreflexão. Para tal, podemos utilizar a equação

$$\operatorname{tg}(180^\circ - 2\theta) = \frac{r_2}{D}, \quad (2.3)$$

para determinar o ângulo de Bragg (θ) correspondente a cada ponto de Laue, entretanto isso não ajudará na identificação dos planos que produziram cada ponto pois o comprimento de onda é desconhecido.^[29]

Contudo, podemos determinar a orientação da normal aos planos que causaram os pontos pois a normal sempre secciona o ângulo entre o feixe incidente e o feixe difratado. As direções das normais podem ser plotadas numa projeção estereográfica. Com os ângulos medidos entre estas direções; identificam-se com os planos, que podem ser comparados com uma tabela de ângulos interplanares conhecidos para o cristal envolvido.^[29,30]

Um método gráfico para este procedimento foi desenvolvido por Grenninger, onde o filme obtido é colocado sobre uma carta que fornece diretamente as coordenadas δ e γ correspondentes a cada ponto de difração. Conhecendo-se as coordenadas δ e γ de qualquer plano normal, pode-se plotar este plano numa projeção estereográfica.^[29,30]

Para a indexação dos planos, isto é, achar os índices de Miller, e descobrir a orientação do cristal, utiliza-se a projeção de Wulff, onde grandes círculos são desenhados através de vários conjuntos de pólos correspondentes a várias hipérboles dos pontos do filme. Os grandes círculos conectam os planos de uma zona e estes planos sobre suas intersecções são geralmente de baixos índices, tais como (100), (110), (111) e (112). Os próprios eixos zonais são úteis para localizar estes eixos na projeção. Então, mede-se os ângulos entre importantes pólos (intersecções zonais e eixos zonais) e tenta-se identificar os pólos por comparação dos ângulos calculados para cristais cúbicos com a ajuda de tabelas com distâncias interplanares já calculadas ^[29,30].

A figura 2.7 ^[29] (a) apresenta a carta de Greninger e a figura 2.6 ^[29] (b) a projeção estereográfica de Wulff.

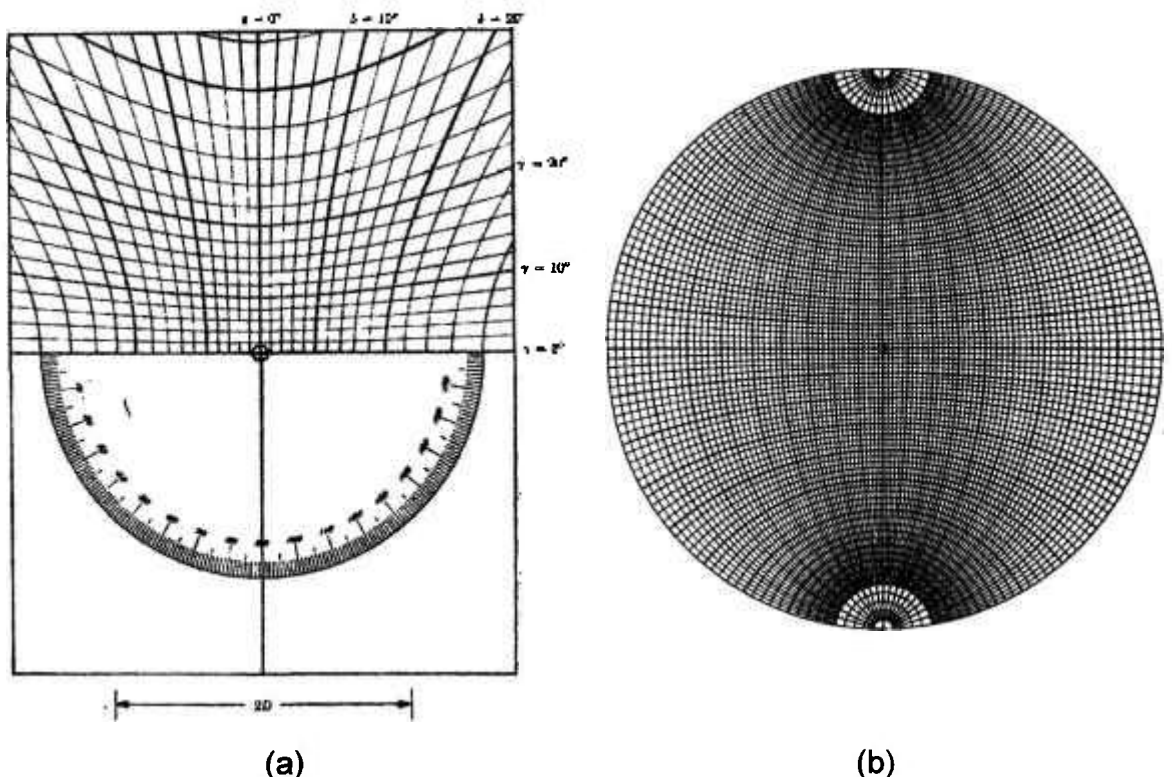


Fig. 2.7 - (a) carta de Greninger e (b) projeção estereográfica de Wulff. ^[29]

Para proceder a orientação de um cristal é necessário conhecer a simetria do cristal a ser orientado, ou seja, um dos 32 grupos pontuais.^[30] A orientação dos planos será relativa aos eixos cristalográficos e aos elementos de simetria. Pode-se determinar planos cristalograficamente equivalentes e verificar qual deles é mais vantajoso utilizar.

Após a obtenção da fotografia, analisa-se as constantes da rede de um determinado cristal que aparecem como pontos de uma hipérbole. A determinação das distâncias interplanares (d) ocorre quando da análise das projeções de Grenninger e Wulff e pode haver casos onde as reflexões não aparecem. Deve-se determinar o ângulo θ de reflexão de Bragg dos planos atômicos a serem usados.^[29,30]

O cristal a ser utilizado deve ser um monocristal a fim de que apresente um padrão único de simetrias, podendo assim ser identificado por meio de projeções estereográficas.^[30]

Quando uma das direções cristalográficas é conhecida, pode-se utilizá-la como uma referência para identificar uma desconhecida. Se o cristal é transparente, pode-se examiná-lo em luz polarizada para a determinação da orientação.^[30]

2.5 Difração por elétrons

2.5.1 Difração de Kikuchi

Um tipo especial de padrão de difração é obtido de amostras de folhas finas de espessura de algumas centenas de nm. Com o aumento da espessura do cristal, a intensidade dos pontos de difração diminuem até que eles, eventualmente sejam mascarados por *background*. Neste *background* existem linhas claras e escuras orientadas com direções relacionadas à

simetria do cristal. Estas linhas foram descobertas por Kikuchi (1928) e seu nome tem sido usado desde então. Elas nascem da difração de Bragg (figura 2.5) de elétrons espalhados elasticamente, sendo que o espalhamento angular destes elétrons é grande e leva ao espalhamento pela rede cristalina orientada a um ângulo de Bragg.^[49]

O espalhamento é tal que seções cônicas de linhas de Kikuchi claras e escuras são desenvolvidas dentro de todo o padrão de difração. Estas linhas proporcionam uma determinação precisa da orientação da amostra desde que, enquanto pontos de difração apenas mudam a intensidade quando um cristal é rotacionado, os pares de linhas de Kikuchi (claras e escuras) atravessam o padrão de difração na forma de linhas muito finas para a amostra.^[49]

O ângulo θ é pequeno na formação da linha de Kikuchi e pode se aproximar da condição de Bragg $2d\theta = \lambda$, onde d é o espaçamento interplanar. Se a distância entre as linhas é D e a amostra na chapa fotográfica é L , então

$$D/L = 2\theta \quad (2.4)$$

Portanto

$$Dd = \lambda L \quad (2.5)$$

As linhas de Kikuchi movem-se com a rotação do cristal e apenas estas linhas correspondem aos planos observados que fazem um pequeno ângulo com a direção do feixe. Como a orientação da amostra é mudada, uma linha visível é alterada dependendo da rotação do eixo cristalográfico. Dois mapas dimensionais podem ser produzidos por cálculo direto ou experimentalmente. A figura 2.8^[49] mostra um mapa esquemático para um cristal ccc na direção [001]. Um parâmetro importante de determinação está relacionado com o afastamento da mediação de Bragg durante o processo de difração eletrônica. Este desvio pode ser quantificado por meio de um vetor, Sg , e é definido na figura 2.9^[49] como a distância da

esfera de Ewald na direção paralela à direção do feixe de ponto da rede recíproca surgindo num ponto de difração. A maneira mais simples para estabelecer Sg é medir o deslocamento de uma linha de Kikuchi de um ponto de difração correspondente. Quando uma condição de Bragg é satisfeita, uma linha clara de Kikuchi irá passar exatamente através do feixe diretamente transmitido e a linha escura correspondente, através do ponto de difração associado. O valor de Sg num desvio particular da condição de Bragg é dado geometricamente por

$$Sg = -g^2 \lambda / 2 \quad (2.6)$$

onde g é o vetor de difração. Portanto, a difração de Kikuchi estabelece uma medida do parâmetro de desvio e apresenta habilidade para orientar figuras microestruturais precisamente utilizando a direção do feixe de elétrons. Uma precisão de $0,1^\circ$ para determinação da orientação pode ser obtida nas medidas das linhas de Kikuchi (Ball em 1981 e Bendersky em 1982 apud Flewitt et al.^[49]). O método é aplicável na medição de pequenos desvios de orientações desenvolvidas entre subgrãos; por exemplo, durante deformação por fragilização.

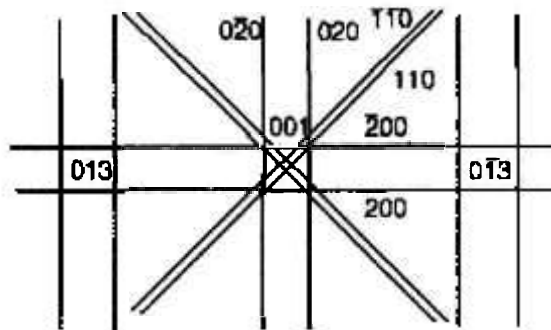


Fig. 2.8 Mapa esquemático para um cristal ccc na direção $[001]$.^[49]

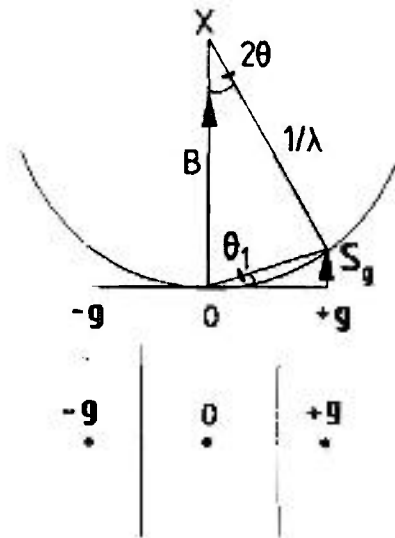


Fig. 2.9 - Determinação do desvio Sg do ângulo de Bragg de cristais.^[49]

2.5.2 Microscopia Eletrônica

A microscopia eletrônica é uma poderosa técnica para análise microestrutural de grande variedade de amostras e sua utilização hoje, não está restrita apenas à ciência dos materiais.

Resumidamente, os sinais mais utilizados por microscópios eletrônicos são os seguintes^[37]:

- Elétrons Auger: energia levemente superior a 1500 eV e profundidade de escape entre 2 e 20Å, utilizados em espectroscopia Auger.
- Elétrons secundários: baixa energia, 50 eV, emergem de uma profundidade de 100 a 200Å. Sua emissão depende sensivelmente da topografia da superfície da amostra e apresenta imagem com boa profundidade de foco para aumentos entre 10 e 100.000 X.

- Elétrons retroespalhados: apresentam imagem com menor resolução que os elétrons secundários; são refletidos principalmente por colisões elásticas, de uma profundidade entre 300 e 400Å. Têm energia alta, podendo ser aproximadamente igual à do feixe incidente. Indicado para aumentos até 2000 X.
- Elétrons absorvidos: correspondem à fração dos elétrons primários que perdem toda sua energia na amostra, constituindo a chamada corrente da amostra.
- Raios X: são utilizados na microanálise do material. De acordo com a lei de Moseley, a energia dos fótons do volume irradiado da amostra é proporcional ao número atômico. O volume excitado para a radiação X é dado pelo espalhamento do feixe primário de elétrons com o núcleo do átomo. A zona excitada é maior que o diâmetro do feixe, devido a mudanças no momento do elétron. O volume dos raios X produzidos é determinado essencialmente pela energia do feixe primário, entretanto o formato deste volume depende particularmente do número atômico, conforme pode ser observado na figura 2.10.

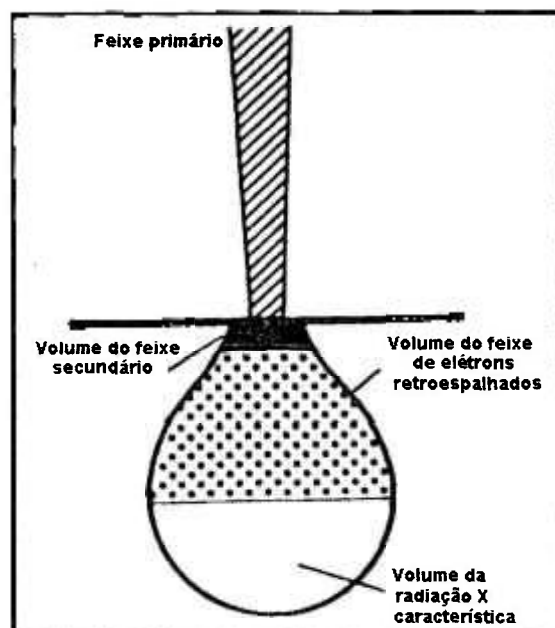


Fig. 2.10 – Desenho esquemático da interação feixe-amostra com formato de uma gota.^[33]

- **Elétrons transmitidos:** são utilizados em microscopia eletrônica de transmissão (MET). O fenômeno básico que ocorre na difração de elétrons e na formação de imagens em MET é o espalhamento dos elétrons pelos átomos da amostra. Ao contrário dos raios X, os elétrons são espalhados não pelos elétrons, mas sim pelo núcleo (espalhamento de Rutherford). Neste espalhamento os elétrons não mudam sua velocidade mas sim sua direção (espalhamento elástico). Somente uma pequena fração dos elétrons incidentes interage com os elétrons do átomo e muda tanto de direção como de velocidade (espalhamento inelástico). Em MET, praticamente só se consideram os elétrons espalhados elasticamente, pois o feixe incidente tem alta energia e a amostra é muito fina.

2.5.3 O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

O MEV é o instrumento óptico-eletrônico mais importante para a investigação de amostras maciças. Uma sonda eletrônica é produzida por dois ou três estágios de redução da menor secção transversal do feixe eletrônico, após a aceleração. Essa sonda eletrônica de 5 – 10 nm de diâmetro, se é usado um canhão eletrônico termoiônico ou 0,5 – 2 nm se é usado um canhão de emissão de campo, processa uma varredura em um rastro sobre uma certa região da amostra. O menor diâmetro da sonda vai ser limitado pela corrente aceitável por essa sonda de 10^{-12} a 10^{-11} A, que será determinada pela necessidade de gerar uma relação adequada sinal/ruído, e pela aberração esférica da lente final formadora da sonda. A imagem é exibida sobre um tubo de raios catódicos rastreado em sincronismo. A intensidade do feixe do tubo de raios catódicos pode ser modulada para qualquer um dos diferentes sinais que resultam das interações elétron - amostra.^[32, 37] A figura 2.11 ^[37] mostra um diagrama esquemático de um MEV.

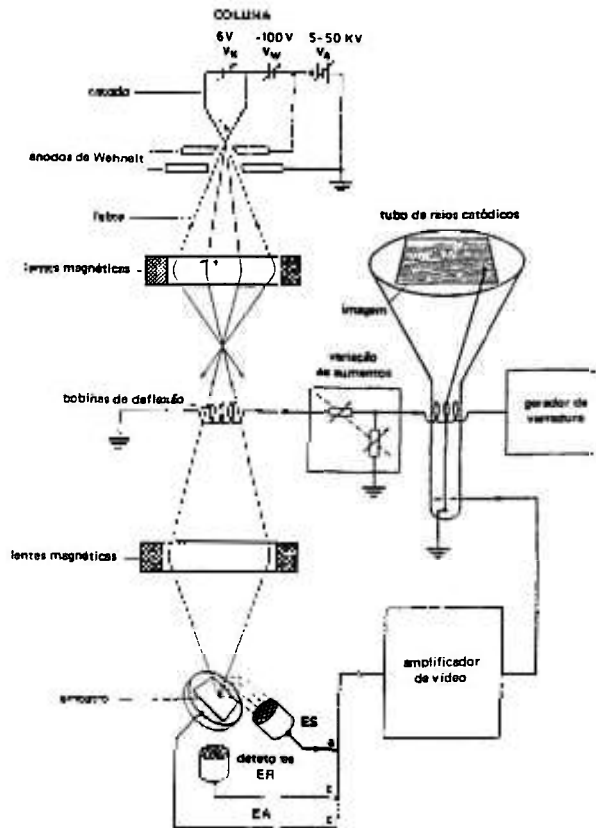


Fig. 2.11 - Diagrama esquemático de um MEV.^[37]

O sistema óptico-eletrônico de um MEV é constituído fundamentalmente pelos seguintes módulos:^[32, 37]

- 1) uma coluna óptica-eletrônica geradora de um feixe de elétrons finamente colimado que incide sobre a superfície da amostra;
- 2) um sistema duplo de deflexão do feixe eletrônico;
- 3) um sistema de detecção dos sinais originados na superfície da amostra;
- 4) um sistema eletrônico de amplificação destes sinais;
- 5) sistemas de visualização e de registro da imagem (tubos de raios catódicos ou TRC).

O feixe de elétrons é produzido por um canhão eletrônico e focalizado em um ponto sobre a superfície da amostra por três lentes condensadoras. Próximo à lente objetiva, é colocada uma bobina eletromagnética específica para correção do astigmatismo. O ponto importante é que é possível focalizar o feixe a um diâmetro muito pequeno. Abaixo da segunda lente estão presentes duas bobinas de varredura. Estas defletem o feixe focalizado de forma a varrer uma região quadrada da superfície da amostra. O sistema de deflexão do feixe eletrônico do tubo de raios catódicos é controlado pelo mesmo gerador que controla as bobinas de deflexão na coluna do MEV, de forma síncrona. Assim, cada ponto da amostra é transportado para um ponto sobre a imagem no tubo de raios catódicos. A informação contida na imagem reproduz a forma do objeto, devido ao sincronismo das varreduras amostra-tubo de raios catódicos (TRC), que forçam ser a relação geométrica de qualquer conjunto de pontos mantida sobre a amostra e sobre o TRC. Assim, um triângulo sobre a amostra se mantém um triângulo de mesma forma sobre o TRC.^[32,33,37]

A resolução das diferentes modalidades de operação e tipos de contraste dependem do volume que contribui para o sinal em questão.

Se a informação ao longo do comprimento da linha ℓ no espaço objeto é mapeado ao longo do comprimento L no espaço do TRC a ampliação linear A é.^[32, 37]

$$A = L/\ell \quad (2.7)$$

Existe um certo número de pontos importantes sobre a ampliação do MEV.^[32, 37]

(1) Desde que o comprimento da varredura do TRC L é fixada, um aumento em ampliação é conseguido pela diminuição do comprimento ℓ do lado da área que está sendo varrida sobre a amostra como uma função da ampliação.

(2) A ampliação do MEV depende somente da excitação das bobinas de varredura e não da excitação da lente objetiva, que determina o foco do feixe. Assim, uma vez a imagem focalizada a altas ampliações, aumentos mais baixos podem ser obtidos sem outros ajustes das lentes.

(3) A imagem não rotaciona com a variação do aumento, desde que a excitação da lente objetiva permaneça constante. Entretanto, uma rotação relativa da imagem ocorre, se a distância de trabalho (distância da peça polar à amostra) variar, pois então a excitação da lente objetiva deve ser mudada para manter o foco.

Deve-se, entretanto, levar em consideração que para obter uma ótima imagem existe uma relação entre a ampliação A , o número de linhas varridas e o diâmetro d_f do feixe final sobre a amostra.^[32, 37]

O limite de resolução de um MEV é cerca de uma ordem de grandeza melhor do que o do microscópio óptico (MO) e um pouco mais que uma ordem de grandeza pior do que a do MET. Enquanto em MO a profundidade de foco decresce sensivelmente para aumentos crescentes e em MET só com o auxílio de réplicas podem-se analisar superfícies, com o MEV qualquer superfície boa condutora elétrica e estável em vácuo pode ser analisada com boa profundidade de foco.^[32, 37]

O MEV permite ainda acoplar diversos tipos de detectores os quais são utilizados na análise química do material em estudo (detectores EDS e WDS, por exemplo).

2.5.4 O Método *etch pit*

Vários métodos para produzir geometricamente *etch pits* definidos na superfície de grãos ferríticos de aço silício são descritos na literatura. Entre eles, um que é baseado no uso de ácido fluorídrico em

peróxido de hidrogênio tem sido utilizado por causa da facilidade de execução e da flexibilidade em termos de tamanho e densidade de *etch pits* produzidos por variação das condições da reação.^[41]

A proposta é obter informação sobre tamanho e orientação da rede de cada grão de um policristal de Fe-Si por simples observação em microscopia óptica^[41] ou de varredura, numa área significativa de uma superfície da amostra.

O procedimento produz as seguintes características:^[41]

- 1) *etch pits* distribuídos homoganeamente e densamente em vastas áreas da superfície da amostra;
- 2) tamanhos de cavidades em torno de 1 μm ou menores;
- 3) formas geométricas bem definidas devido o ataque preferencial ao longo das direções cristalográficas [100];
- 4) contorno de grão evidente no padrão da rede.

Isso é particularmente importante para as análises de chapas descarbonetadas em razão de seus baixos teores de carbono, que dificultam uma definição clara dos contornos de grão.^[41]

Dependendo das condições de ataque, pode haver coloração em diferentes tons de marrom das superfícies de cada grão como uma função de suas orientações. Neste estágio, entretanto, a seletividade e reprodutividade deste fenômeno é suficiente apenas para dar uma informação qualitativa do mesmo.^[41]

F. Cruz et al ^[42] incluíram ao método *etch pit*, medidas semiautomáticas de imagens digitalizadas obtidas em MEV. Goglio et al

mediram a orientação cristalográfica de ligas de Fe-Si processando automaticamente as imagens obtidas em MEV dos *etch pits*.^[44]

Numa outra variação do método *etch pit*, Hibbard, W. R.^[35] et al obtiveram uma boa concordância entre cálculos e medidas de densidades de discordâncias para monocristais de Fe-Si na direção [112].

A determinação da microestrutura do Fe-3%Si, após recristalização secundária, também foi investigada pelo método *etch pit* por Böttcher et al.^[40]

2.5.5 O microscópio de Imagem Orientada (MIO)

Em microscopia eletrônica de varredura, as orientações cristalográficas são muito comumente determinadas através das linhas de Kikuchi formadas por difração dos elétrons retroespalhados (DER). A amostra é inclinada até um ângulo de 50 - 80 graus em relação ao feixe incidente. Um feixe estacionário de elétrons é focalizado sobre o grão de interesse e uma tela fosforescente transmissora é colocada de forma adjacente à amostra com a superfície da tela paralela ao feixe de elétrons. Um tubo de silício intensificado (TSI) ou câmara dispositiva de carga acoplada (CDCA), montada fora da câmara do MEV, captura o padrão de difração através de uma janela de fibra ótica, o qual é digitalizado e armazenado em um computador. A imagem do padrão de difração é corrigida para radiação de fundo e é eletronicamente intensificada.^[51]

Similarmente ao espectroscópio de energia dispersiva (EDS), a resolução espacial da análise por MEV é limitada ao volume de

interação entre o feixe de elétrons e a amostra. Pela resolução espacial, a corrente do feixe, e portanto o diâmetro do feixe, é ajustado para o menor valor possível abaixo do qual o padrão de difração não pode ser obtido. Uma resolução espacial em análise DER de 0,5 - 1,0 μm sendo realizada com instrumentação moderna e corrente do feixe, tipicamente variando na ordem de $3-6 \times 10^{-9}$ A é superior à resolução espacial típica de aproximadamente 10 μm obtida por padrões de canalização de elétrons.^[51]

A combinação de indexação automatizada e controle computadorizado de estágios de amostras ou deflexão de feixe de elétrons é conhecido como Microscopia de Imagem Orientada (MIO), cujo esquema básico de funcionamento é apresentado na figura 2.12.^[54] As análises tipicamente interativas requerem que o operador marque a posição de dois ou três pólos em um padrão de Kikuchi. Isso é normalmente feito pelo movimento de um marcador. Das distâncias e ângulos entre os pólos, a indexação cristalográfica é calculada e a orientação do cristal com relação ao sistema de coordenadas da amostra é determinado. O tempo de captura e análise interativa de um padrão DER é de aproximadamente 30 s.^[50,57]

O mais importante para a análise da microtextura é correlacionar orientação cristalográfica e microestrutura. Os detectores de MEV conhecidos para elétrons secundários ou retroespalhados não dão imagens apropriadas da microtextura ao longo da imagem.^[56]

Enquanto as funções de distribuição de orientação fornecem um quadro total das mudanças de textura, a Microscopia de Imagem Orientada (MIO) restringe estes resultados às respectivas mudanças em regiões deformadas e recristalizadas.^[53]

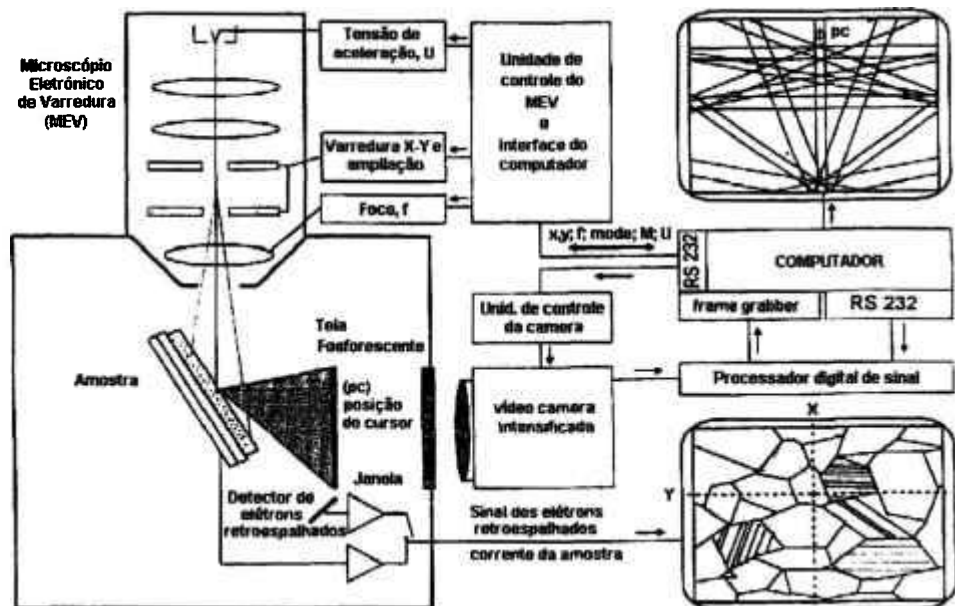


Fig. 2.12 – Esquema simplificado do MIO acoplado a um MEV^[54].

3.0 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Material Utilizado e Condição Inicial

O material utilizado para o estudo, Fe-3%Si, foi fornecido pela Cia. Aços Especiais Itabira (ACESITA). As amostras após ensaio de compressão a quente (1 passe) possuíam as seguintes dimensões: 7 mm de altura e 12 mm de diâmetro. E as amostras após ensaio de compressão a quente (2 passes) possuíam as seguintes dimensões: 5 mm de altura e 15 mm de diâmetro. Estas amostras foram cortadas nas direções transversal e longitudinal em relação à direção do ensaio de compressão a quente, tendo sido analisadas nas regiões de superfície e espessura intermediária.^[14]

A tabela 3.1 mostra a composição química das amostra em estudo e a tabela 3.2 lista as amostras com relação aos parâmetros de preparo específico de cada uma.^[9,14,22]

TABELA 3.1 – Composição Química do Fe-3%Si (% em peso)^[14]

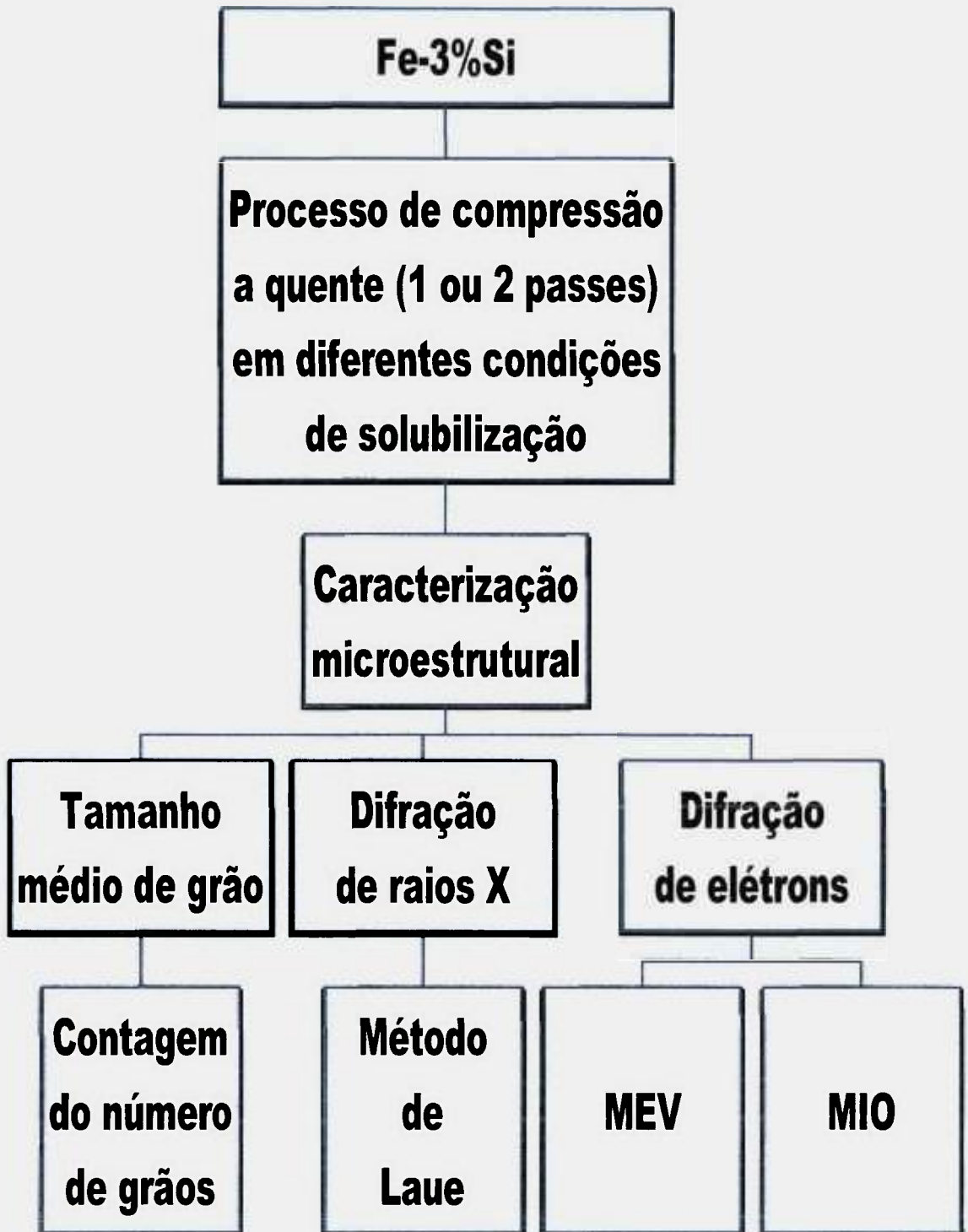
Elemento	% em peso
C	0,03
Mn	0,06
Si	3,12
P	0,012
S	0,023
Cr	0,024
Ni	0,02
Mo	0,006
Al	0,002
Ti	0,002
N	0,0028
Fe	96,781

TABELA 3.2 – Lista das amostras utilizadas neste trabalho^[14]

Região de Análise	Temperatura (°C)	Tempo de Encharque (s)	Compressão a quente N.º de Passes
Superfície	1000	32	01
	1100	32	
	1100	470	
	900	(60 + 23)	02
	1000	(60 + 30)	
	1100	(60 + 37)	
Espessura Intermediária	900	470	01
	1000	130	
	1000	470	
	1100	470	
	900	(60+ 60)	02
	900	(60 + 338)	
	1000	(60 + 338)	

3.2 Métodos experimentais

O diagrama de blocos 3.1 mostra esquematicamente a seqüência experimental utilizada para caracterização microestrutural e de textura das amostras de Fe-3%Si utilizadas neste trabalho.



Diag. 3.1- Diagrama esquemático da seqüência experimental utilizada.

3.2.1 Análise da Medida do Tamanho Médio de Grão

Foram feitas medidas dos tamanhos médios dos grãos das amostras de Fe-3%Si estudadas neste trabalho, com equipamento do tipo analisador digital de imagens QUANTIMET Q 600, do Laboratório de Metalografia do Departamento de Metalurgia do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN).

3.2.2 Análise por Difração de Raios X

Inicialmente foram feitos testes do tubo de raios X, com a utilização de radiação $k\alpha$ do Cu e do Mo.

O processo de alinhamento do feixe de raios X teve a seguinte rotina: após a colocação do tubo, foi localizado com uma tela fosforescente o feixe de raios X, utilizando para tanto um colimador com diâmetro de abertura o maior possível, a fim de que se pudesse observar tanto uma simetria circular como perceber que o feixe de fato estava totalmente convergente para um único ponto; após a verificação de que o feixe estava nítido e sem deformações, posteriormente, foi impressionada uma película de filme pelo tempo de um e dois segundos; em seguida, foi trocado o colimador com grande diâmetro de abertura por com um que tivesse um diâmetro menor, na ordem das dimensões do grão das amostras de Fe-3%Si, e novamente impressionou-se um outro filme durante o mesmo período de tempo.

A partir do alinhamento do feixe, procedeu-se à análise de uma amostra de LiF, um monocristal iônico com características bem conhecidas, a fim de que fosse verificado o método de Laue por retroreflexão. Em seguida, colocou-se o filme dentro de um cassete a 3 cm do cristal, em razão de possuímos a carta de Greninger^[31,32] e a projeção estereográfica de Wulff^[31,32] padronizadas para esta distância entre cassete e amostra.

O tempo de exposição variou entre uma e doze horas, sendo que o melhor tempo de exposição ficou em torno de cinco horas.

A partir deste filme procedeu-se à indexação de alguns pontos da figura de difração e identificou-se os planos cristalográficos. A escolha destes pontos foi feita de forma conveniente, ou seja: escolheu-se quatro pontos de maior simetria encontrados nos eixos de maior simetria.

Após a indexação, localizou-se a direção [001], rotacionou-se o cristal de 15° no eixo horizontal paralelo ao filme, obtendo a direção [105].

Após constatação da eficiência do método para o monocristal de LiF, passou-se à análise das amostras de Fe-3%Si. Em razão de ser um policristal, optou-se por caminhar com a cabeça goniométrica, horizontalmente e verticalmente na dimensão do grão na tentativa de atingir cada grão da amostra, colhendo várias figuras de Laue para posterior análise.

A preparação do cassete mostrou-se essencial para o bom andamento do experimento, especialmente no caso das amostras de Fe-3%Si em razão de necessitarem de muito tempo de exposição para que se obtivesse uma figura de Laue com pontos suficientes para haver indexação. A experiência mostrou que a utilização de uma fita isolante sobre um papel bastante fino e preto produz excelentes resultados, no que tange a obter, após muitas horas de irradiação, um filme ainda bastante claro, onde consegue-se ver com muita nitidez todos os pontos da figura de Laue. O único inconveniente, no entanto, é que o tempo de exposição aumentou sensivelmente.

A película utilizada foi a mesma usada para radiografias médicas por se mostrar adequada aos nossos propósitos.

Preparou-se um programa de computador (apêndice I) que, a partir dos ângulos medidos, faz uma seleção dos planos cristalográficos mais prováveis com base em tabelas padrões ^[29].

Para a preparação das amostras de Fe-3%Si, utilizou-se lixamento úmido com álcool P.A. ou querosene, a fim de evitar corrosão nas amostras de Fe-3%Si.

A prática indicou a seqüência mais adequada para o trabalho metalográfico, ou seja, primeiramente começou-se com a lixa 220, seguindo com a 320, 400, 600 e 800, sendo que o tempo de lixamento foi o dobro para cada estágio, até que todos os riscos anteriores fossem retirados.

No polimento metalográfico, utilizou-se a pasta de diamante 6 μm , 3 μm e 1 μm cujas características são bem conhecidas, tais como a granulometria e a forma dos grãos. Utilizou-se o polimento mecânico manual.

As amostras foram observadas pelo método de Laue, variando-se os tempos de irradiação de 84 até mais ou menos 200 horas.

O equipamento utilizado (figura 3.1) foi uma fonte de raios X acoplada a uma câmara de Laue do Laboratório de Difração de Raios X do IPEN/CNEN-SP.

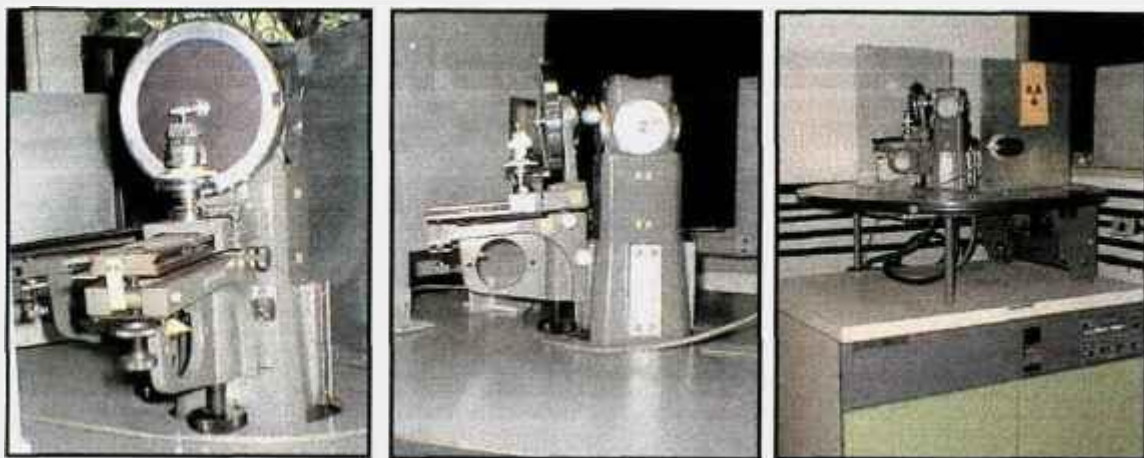


Fig. 3.1 – Várias vistas do equipamento utilizado para o método de Laue de retroreflexão.

3.2.3 Análise por Difração de Elétrons

3.2.3.1 Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Foram preparadas amostras com ataque específico para aplicação do método *etch pit*. Este método analisa diretamente a rede cristalina e proporciona uma identificação visual, da orientação cristalográfica de amostras como as de Fe-3%Si.

A preparação metalográfica das amostras seguiu a mesma rotina da preparação para análise em raios X. No estágio de preparação de ataque químico foram preparadas soluções que melhor revelaram a estrutura cristalina, por ataque seletivo em três estágios.^[34,38,41,43] As soluções para cada estágio estão descritas abaixo.^[34,41]

1) 12 mL de H₂O (destilada)

6 mL de H₂O₂

1 gota de HCl (37% P.A.)

Condicionamento da superfície

- | | |
|--|---|
| 2) 12 mL de H ₂ O (destilada) | Criação dos <i>etch pits</i> |
| 6 mL de H ₂ SO ₄ | |
| 3) 12 mL de H ₂ O (destilada) | |
| 2,2 mL de H ₂ SO ₄ | Formas dos <i>etch pits</i> e definição |
| 2,2 g de Fe ₃ SO ₄ | |

A quantidade de silício da liga, bem como a temperatura da reação, influencia o resultado da primeira parte do procedimento de ataque (produção de microcavidades).^[41]

Para esta reação, caso a caso, é necessário otimizar para um certo tamanho de amostra, espessura e quantidade de silício, o tempo de reação entre solução e superfície da amostra (no ar) até a análise propriamente dita.^[41]

Quanto maior a quantidade de silício, maior será a temperatura da reação. Algumas vezes isso é também útil para pré-aquecer (50 – 80 °C) a amostra antes do ataque.^[36]

O tempo médio para os dois primeiros estágios variou entre 05 e 10 segundos, dependendo da temperatura dos reagentes. Da mesma forma, o tempo para o terceiro estágio variou entre 15 e 30 segundos.

Imediatamente após o ataque, foi possível observar visualmente os grãos nas amostras. Contudo, as microcavidades produzidas pelo método *etch pit* somente foram observadas através do uso de microscópios, primeiramente o óptico e posteriormente o MEV.

Os cálculos para determinação das orientações cristalográficas seguiram o mesmo método feito por Lee et al ^[43] e Fortunati et al ^[41].

Como o trabalho exigia a observação de todos os grãos de cada amostra, delineou-se os contornos de grão com grafite 0,3 mm, utilizando para tanto um microscópio estereoscópico, após o que passou-se às observações em MEV.

É interessante ressaltar que algumas amostras embutidas em resina fria afetaram a observação em MEV, devido a interação entre os elétrons retroespalhados e os gases desprendidos pela resina. Esses gases, acumulam-se na coluna do MEV, prejudicando o funcionamento do equipamento.

Estas amostras embutidas em resina fria foram recobertas com uma fina camada de ouro para que fosse possível a observação em MEV.

Amostras com alto grau de magnetização também apresentaram problemas para observação em MEV quando o equipamento não possui dispositivo desmagnetizante, sendo necessário o pré-aquecimento dessas amostras até a temperatura de Curie para posterior observação ^[28].

A quantidade de grãos entre as diversas amostras variou entre 5 e 220, e neste último caso, tornou-se impraticável a observação de todos os grãos numa única seção de MEV. A experiência mostrou que o melhor método para não observar os mesmos grãos, é fazer uma marca (com caneta hidrográfica ou similar) de regiões da amostra e, também marcar as direções x e y no equipamento.

A melhor distância de trabalho (WD) encontrada no MEV foi de 25 mm para todas as amostras de Fe-3%Si em estudo.

O MEV utilizado foi um JEOL-840A pertencente ao Laboratório de Microscopia Eletrônica do IFUSP.

3.2.3.2. Análise por Microscopia de Imagem Orientada (MIO)

As mesmas amostras utilizadas na análise por MEV foram utilizadas na análise por MIO.

Verificou-se que as amostras embutidas em resina fria, apresentaram o mesmo tipo de problema encontrado na observação por MEV convencional, tendo sido necessário retirar o embutimento.

O equipamento utilizado foi um microscópio eletrônico de varredura JEOL 5800-LV com acessório para captura automática e análise de padrões de Kikuchi da empresa TSL, do Instituto Militar de Engenharia (IME-RJ).

Durante a observação por MIO, verificou-se que a preparação das amostras, que seguiu a mesma rotina para método *etch pit*, não foi ideal. Não foi possível observar os contornos de grão no equipamento utilizado e para localizar a região que estava sendo varrida, foram feitas algumas marcas de dureza.

Foi estabelecido um índice de confiança (IC) que compara retas com ângulos no padrão de Kikuchi e deve estar acima de 0.1. Marcou-se as posições de varredura com relação às marcas de dureza.

A figura 3.2 mostra o espectro de cores para os três planos (001), (101) e (111) com relação à direção de laminação [001], obtido diretamente do equipamento utilizado.

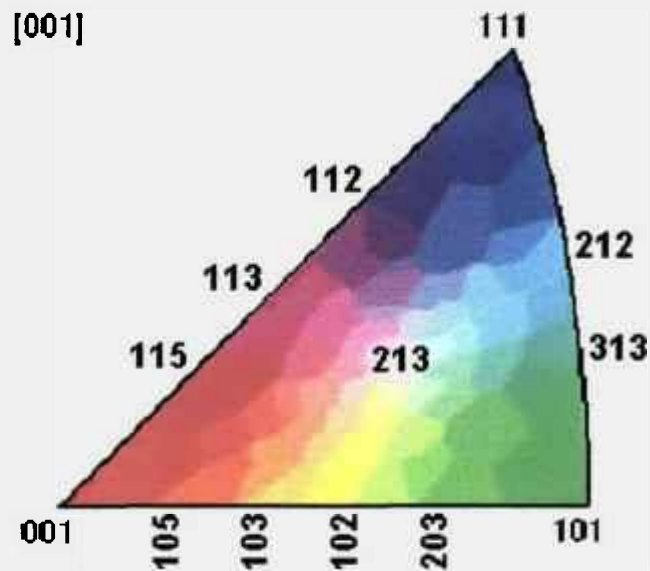


Fig. 3.2 – Espectro de cores para uma figura de pólo invertida (IPF).

3.2.4 Análise da Relação entre Número Médio de Grãos e a Orientação Cristalográfica

Com as amostras preparadas para MEV, fez-se a contagem do número médio de grãos em cada amostra. Para tanto, utilizou-se a técnica de contagem direta (visto o tamanho dos grãos) e comparou-se com o número de grãos das micrografias obtidas em MEV. A orientação cristalográfica é observada já a partir das micrografias.

Para uma comparação entre as densidades de grãos, fez-se medidas das áreas de cada amostra, também, por método direto.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Análise da Medida do Tamanho Médio de Grão

Nas tabelas 4.1 e 4.2 estão listados os dados dos tamanhos médios de grão, referentes às amostras de Fe-3%Si recebidas após ensaio por compressão a quente com um e dois passes, simulando alguns passes da laminação *Steckel*. Os resultados estão em conformidade com aqueles obtidos por Rodrigues, V.A.^[14], apesar das amostras terem sido lixadas e polidas inúmeras vezes e já não terem as dimensões originais.

Tabela 4.1. Tamanho Médio de Grão das Amostras Ensaçadas por Compressão a Quente (1 passe)

Temperatura (°C)	Tempo de encharque (s)	Tamanho médio de grão (µm)	
		Superfície	Espessura intermediária
900	32	2769 ^[14]	1846 ^[14]
	130	3200 ^[14]	2946 ^[14]
	470	4750 ^[14]	3088
1000	32	2150	1023 ^[14]
	130	3715 ^[14]	2307
	470	4615 ^[14]	2701
1100	32	2200 ^[14]	3430 ^[14]
	130	1046 ^[14]	1400 ^[14]
	470	992 ^[14]	1188

Tabela 4.2. Tamanho médio de grão das amostras ensaiadas por compressão a quente (2 passes)

Temperatura (°C)	Tempo de encharque (s)	Tamanho médio de grão (μm)	
		Superfície	Espessura intermediária
900	60 + 23	1895	2538 ^[14]
	60 + 60	1546 ^[14]	2403
	60 + 338	1401	2290
1000	60 + 30	2203	2884 ^[14]
	60 + 60	1877 ^[14]	1769 ^[14]
	60 + 338	1238 ^[14]	1315
1100	60 + 37	1153 ^[14]	1153 ^[14]
	60 + 60	1174 ^[14]	1453 ^[14]
	60 + 338	1307 ^[14]	1536 ^[14]

Para as amostras ensaiadas com um passe de compressão a quente, na região de superfície, para as temperaturas de 900 °C e 1000 °C, como verifica-se através da tabela 4.1, há aumento do tamanho médio de grão para tempos crescentes de encharque. Para a temperatura de 1100 °C, há diminuição do tamanho médio de grão para tempos crescentes de encharque. Na região de espessura intermediária, há diminuição do tamanho médio de grão para as temperaturas de 900 °C e 1000 °C, mas para a temperatura de 1100 °C há aumento.^[14]

Para as amostras ensaiadas com dois passes de compressão a quente, na região de superfície, para as temperaturas de 900 °C e 1000 °C, como verifica-se através da tabela 4.2, há diminuição do tamanho médio de grão para tempos crescentes de encharque. Para a temperatura de 1100 °C, há aumento do tamanho médio de grão para tempos crescentes de encharque. Na região de espessura intermediária, há aumento do tamanho médio de grão para as temperaturas de 900 °C e 1000 °C, mas para a temperatura de 1100°C há diminuição.^[14]

Nestas condições, pode haver interpenetração da chamada zona de fluxo restringido, que pode deixar o material com menor deformação final e conseqüente diminuição na formação de defeitos (arranjos celulares), o que causará menor número de sítios de nucleação, o que facilita a migração do contorno e resulta em grãos maiores.^[14]

Uma análise mais detalhada sobre os aspectos relevantes quanto ao aumento ou diminuição dos tamanhos médios de grão, não pode ser feita no presente trabalho, visto que as diferentes amostras disponíveis para este estudo, não tiveram um padrão sequencial quanto aos fatores de preparo prévio.

4.2 Análise por Difração de Raios-X

Neste estudo, foram obtidas várias figuras pelo método de Laue para as amostras de Fe-3%Si. Contudo, não houve em nenhuma das figuras, uma nitidez exemplar dos pontos.

Na preparação das amostras, não houve necessidade de um ataque específico, e portanto foi utilizado o mesmo ataque realizado para o método *etch pit*. Como houve necessidade de muito tempo de exposição, o problema maior encontrado nesta fase, foi manter as amostras sem oxidação superficial.

As figuras de Laue obtidas (como exemplo, veja figuras 4.1 e 4.2) mostram os padrões obtidos pelo método de Laue por retroreflexão para dois grãos da amostra de Fe-3%Si com região de análise em espessura intermediária, 1100 °C, tempo de encharque de 470 s, em estudo, que apresentaram linhas de simetria bem definidas, mas não uma quantidade de pontos suficiente para identificar aqueles de maior simetria. Este fato e o de que, os pontos na maioria das figuras obtidas assemelhavam-se a *cometas*, causou uma extrema dificuldade na indexação, não sendo possível encontrar

resultados conclusivos quanto à orientação cristalográfica grão a grão das amostras de Fe-3%Si por este método.

Vale ressaltar que, apesar dos grãos em algumas amostras serem grandes, da ordem de 2 ou 3 vezes o diâmetro do colimador, o espalhamento do feixe de raios X poderia gerar deformação nos pontos e/ou atingir dois ou mais grãos simultaneamente, mascarando com isso a orientação do grão que se desejou medir.

Através das figuras de Laue obtidas foi possível calcular o desvio padrão para cada distância angular com auxílio de um programa de computador (veja apêndice 01). Este programa acessa uma tabela de distâncias interplanares conhecidas e verifica para cada distância angular entre dois pontos obtidos na figura de Laue (calculada com base nas cartas de Greninger e Wulff ^[29]), todos os planos possíveis. Contudo, não foi possível calcular um desvio padrão para cada ponto. Para o cálculo do desvio padrão de cada ponto haveria a necessidade de desenvolver um programa de computador muito mais complexo, isto porque, além da incerteza do ponto, seria necessário uma análise minuciosa da tabela de ângulos interplanares conhecida, ou criação de uma nova com mais possibilidades, até a possível afirmação dos planos encontrados para cada ponto medido.

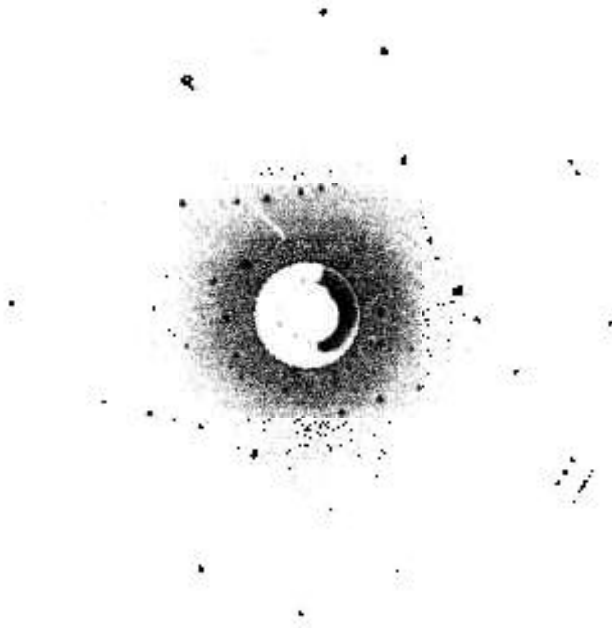


Fig. 4.1 - Figura de Laue para amostra de Fe-3%Si com região de análise em espessura intermediária, 1100 °C, tempo de encharque de 470 s, para um grão.

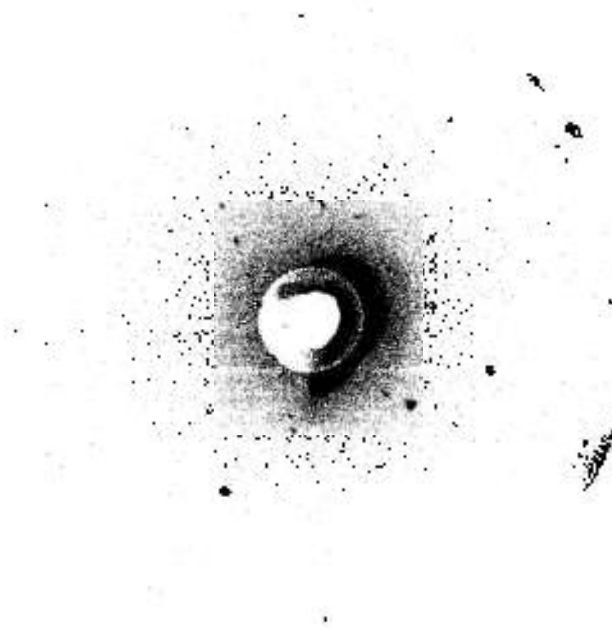


Fig. 4.2 - Figura de Laue para amostra de Fe-3%Si com região de análise em espessura intermediária, 1100 °C, tempo de encharque de 470 s, para um grão.

Harase, J. et al ^[16] utilizou o método de Laue por retroreflexão na análise de amostras de Fe-3%Si para avaliar o mecanismo da evolução de textura por crescimento de grãos e obteve resultados conclusivos, mostrando que este método foi adequado nessas circunstâncias.

4.3 Análise por Difração de Elétrons

4.3.1 Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura.

Com as amostras de Fe-3%Si preparadas por método *etch pit*, analisou-se a orientação cristalográfica grão a grão de cada amostra. Primeiramente, houve a identificação da orientação cristalográfica apenas visualmente.^[45,46,47,48] Em outra etapa do trabalho, foram medidos os ângulos de várias microcavidades diretamente das micrografias obtidas em MEV (veja figuras 4.3 a 4.18) com ajuda de um analisador de imagem do tipo QUANTIMET Q 600. Com a média dos ângulos medidos para cada grão, passou-se à identificação da orientação cristalográfica, grão a grão.

As micrografias obtidas por MEV (veja figura 4.3 e 4.4), apresentam microcavidades na orientação (111), sendo bem definidas as arestas dos cristais.

As micrografias obtidas por MEV (veja figura 4.5 e 4.6), apresentam microcavidades na orientação (110), mas com inclinações diferentes.

A micrografia obtida por MEV (veja figura 4.7), apresenta microcavidades na orientação (100), sendo bem definidas as faces dos cristais.

A micrografia obtida por MEV (veja figura 4.8), ilustra a presença de dois grãos com contorno bem definido. O grão 01 apresenta

microcavidades na orientação (100) e o grão 02 apresenta microcavidades na orientação (112).

A micrografia obtida por MEV (veja figura 4.9), ilustra a presença de dois grãos com contorno bem definido. O grão 01 apresenta microcavidades na orientação (111) e o grão 02 apresenta microcavidades na orientação (100).

A micrografia obtida por MEV (veja figura 4.10), ilustra a presença de dois grãos com contornos bem definidos, onde ambos os grãos apresentam microcavidades na orientação (111).

A micrografia obtida por MEV (veja figura 4.11), ilustra a presença de dois grãos com contornos bem definidos. O grão 01 apresenta microcavidades na orientação (100) e o grão 02 apresenta microcavidades na orientação (111).

A micrografia obtida por MEV (veja figura 4.12), ilustra a presença de dois grãos com contornos bem definidos. O grão 01 apresenta microcavidades na orientação (110) e o grão 02 apresenta microcavidades na orientação (111).

A micrografia obtida por MEV (veja figura 4.13), ilustra a presença de dois grãos com contornos bem definidos. O grão 01 apresenta microcavidades na orientação (100). O grão 02 apresenta microcavidades na orientação (111).

A micrografia obtida por MEV (veja figura 4.14), ilustra a presença de dois grãos com contornos bem definidos. O grão 01 apresenta microcavidades na orientação (111) e o grão 02 apresenta microcavidades na orientação (110).

A micrografia obtida por MEV (veja figura 4.15), ilustra a presença de três grãos com diferentes orientações cristalográficas. O grão 01 apresenta microcavidades na orientação (110). O grão 02 apresenta microcavidades na orientação (100). O grão 03 apresenta microcavidades na orientação (111).

A micrografia obtida por MEV (veja figura 4.16), ilustra a presença de três grãos com contornos bem definidos. O grão 01 apresenta microcavidades na orientação (100). O grão 02 apresenta microcavidades na orientação (110) O grão 03 apresenta microcavidades com orientação (100).

A micrografia obtida por MEV (veja figura 4.17), ilustra a presença de três grãos com contornos bem definidos. O grão 01 apresenta microcavidades com orientação (100). O grãos 02 e 03 apresentam microcavidades na orientação (110).

A micrografia obtida por MEV (veja figura 4.18), ilustra uma região de um grão, onde pode-se observar a presença de microcavidades agrupadas em círculos. Isso poderia ser explicado pela formação de bandas de deformação durante o processo de polimento da amostra, e como o ataque realizado no método *etch pit* é seletivo, ele ocorre preferencialmente nas regiões de maior deformação e maior energia. Contudo, para uma afirmação conclusiva faz-se necessário estudos mais pertinentes.



Fig. 4.3 – Micrografia obtida por MEV, mostrando microcavidades na orientação (111).



Fig. 4.4 – Micrografia obtida por MEV, mostrando microcavidades na orientação (111).



Fig. 4.5 – Micrografia obtida por MEV, mostrando microcavidades na orientação (110).

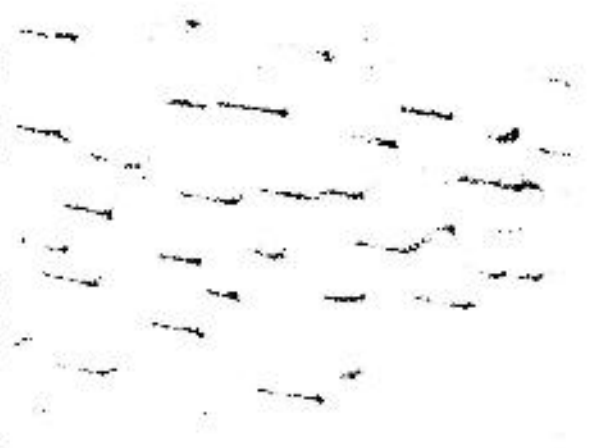


Fig. 4.6 – Micrografia obtida por MEV, mostrando microcavidades na orientação (110), porém, mais inclinadas em relação às microcavidades da figura 4.5.

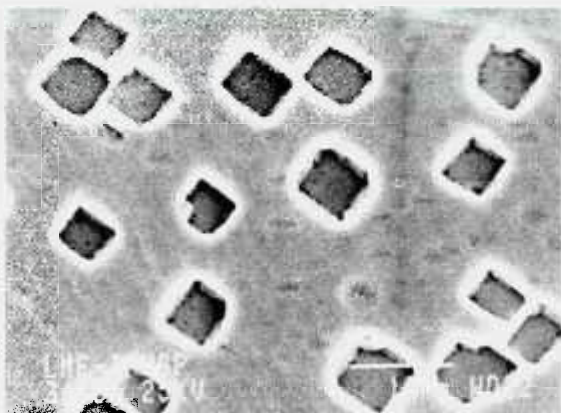


Fig. 4.7 – Micrografia obtida por MEV, mostrando microcavidades na orientação (100).

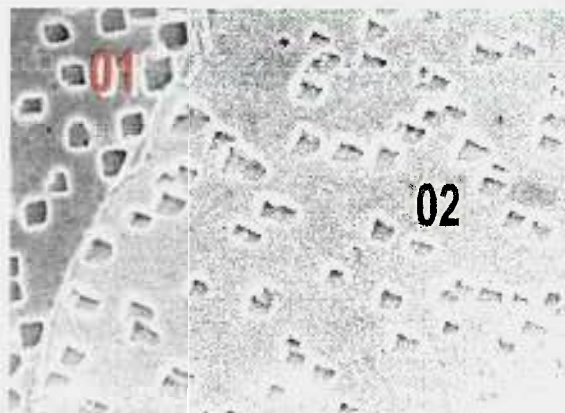


Fig. 4.8 – Micrografia obtida por MEV, mostrando o grão 01 com microcavidades na orientação (100) e o grão 02 com microcavidades na orientação (112).

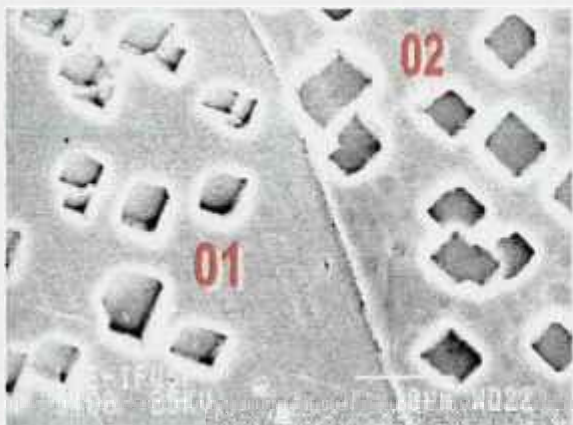


Fig. 4.9 – Micrografia obtida por MEV, mostrando o grão 01 com microcavidades na orientação (111) e o grão 02 com microcavidades na orientação (100).

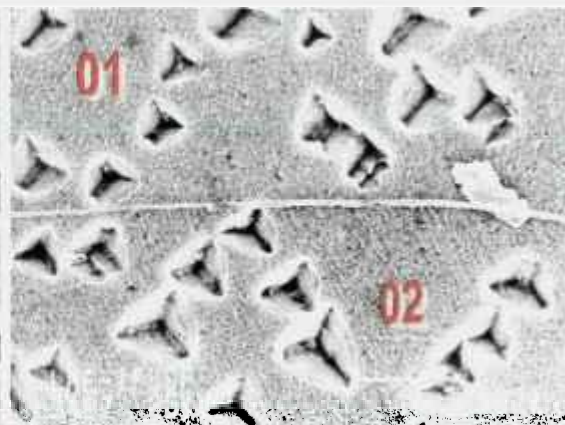


Fig. 4.10 – Micrografia obtida por MEV, mostrando o grão 01 com microcavidades na orientação (111) e o grão 02 com microcavidades na orientação (111).

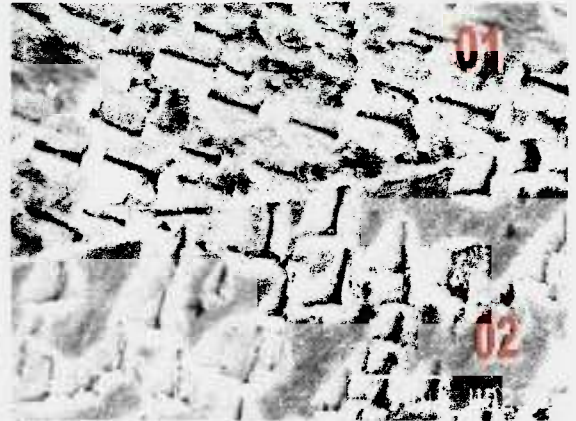
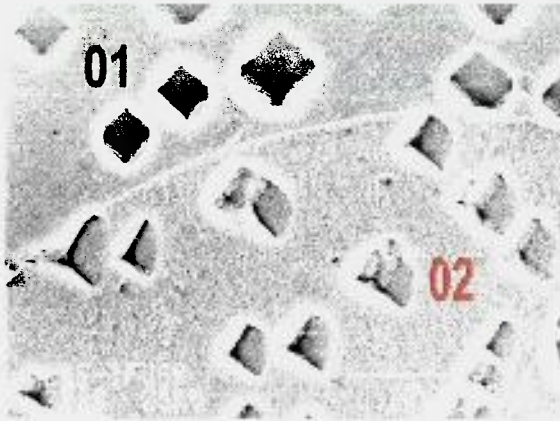


Fig. 4.11 – Micrografia obtida por MEV, mostrando o grão 01 com microcavidades na orientação (100) e o grão 02 com microcavidades na orientação (110).

Fig. 4.12 – Micrografia obtida por MEV, mostrando o grão 01 com microcavidades na orientação (110) e o grão 02 com microcavidades na orientação (111).

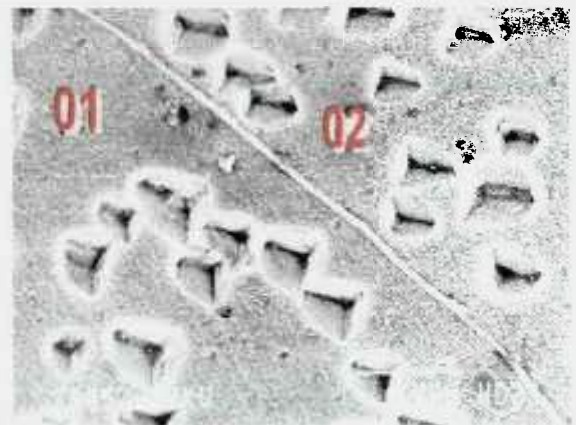


Fig. 4.13 – Micrografias obtidas por MEV, mostrando o grão 01 com microcavidades na orientação (100) e o grão 02 com microcavidades com orientação (111).

Fig. 4.14 – Micrografias obtidas por MEV, mostrando o grão 01 com microcavidades na orientação (111) e o grão com microcavidades na orientação (110).

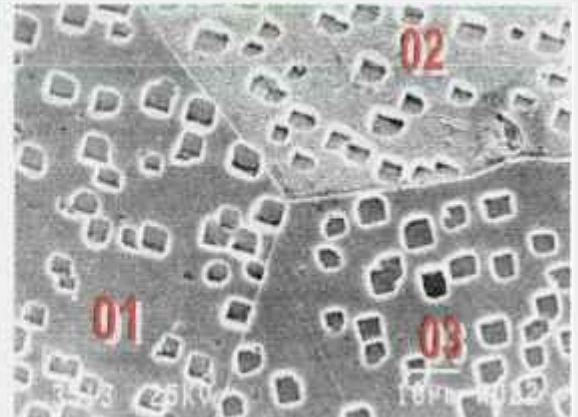
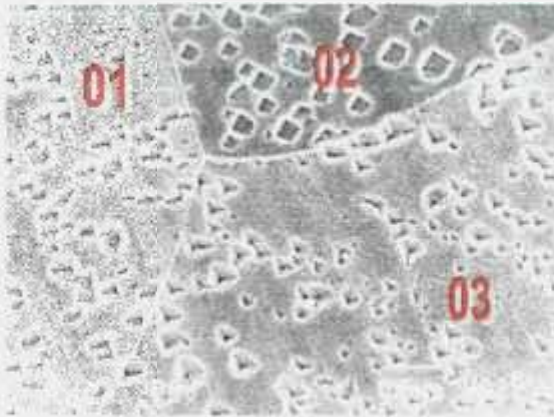


Fig. 4.15 – Micrografia obtida por MEV, mostrando o grão 01 com microcavidades na orientação (110), o grão 02 com microcavidades na orientação (100) e o grão 03 com microcavidades na orientação (111). Fig. 4.16 – Micrografia obtida por MEV, mostrando o grão 01 com microcavidades na orientação (110) e o grão 03 com microcavidades (100).

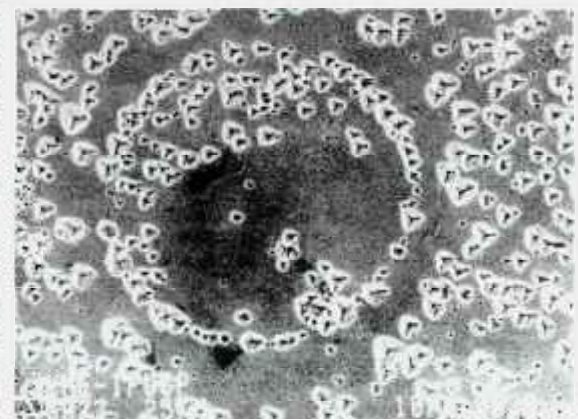


Fig. 4.17 – Micrografia obtida por MEV, mostrando o grão 01 com microcavidades na orientação (100) e os grãos 02 e 03 com microcavidades agrupadas em círculos. Fig. 4.18 – Micrografia obtida por MEV, mostrando uma região de um grão onde as microcavidades estão agrupadas em círculos.

4.3.2 – Análise por Microscopia de Imagem Orientada (MIO)

A análise por linhas de Kikuchi ocorreu a título de aplicação da técnica. O tratamento de compressão a quente sofrido pelas amostras não permitiu que se pudesse afirmar a direção de laminação, um dado essencial para a utilização da técnica de MIO. Supomos como direção de laminação a direção [001], obtendo a figura de pólo invertida apresentada na figura 3.2. Como é possível observar, cada cor representa um plano cristalográfico dentro do espectro de cores previamente escolhido pelo sistema.

Foram analisadas duas amostras, uma com grãos muito grandes e outra com grãos menores, obtendo-se os padrões de Kikuchi representados pelas figuras 4.19 a 4.24. É possível diferenciar cada grão e identificar cada plano cristalográfico diretamente pela comparação entre a figura 3.2 e as figuras obtidas experimentalmente. Os pontos de cores de diferentes tonalidades, aglomerados, são, provavelmente, fruto de imperfeições na superfície da amostra, que podem ter sido causadas por tratamento metalográfico inadequado ou mesmo pelas marcas de dureza feitas com intuito de referenciar o local de varredura.

O tempo de varredura é importante para dar definição à imagem. Quanto maior o tempo de varredura, melhor será a definição do padrão de Kikuchi, o que é facilmente observado nas figuras 4.23 (com tempo de varredura menor) e 4.24 (com tempo de varredura maior).

O sistema fornece um relatório para cada varredura, identificando os possíveis planos cristalográficos de cada grão, com base na direção de laminação e nas coordenadas fornecidas pelo operador. Neste trabalho não é apresentado nenhum dos relatórios em razão, de, como já foi dito, seu objetivo é o conhecimento da técnica.

Os planos cristalográficos estão identificados em cada uma das figuras 4.19 a 4.24, grão a grão, como se segue.



Fig. 4.19 – Padrão de Kikuchi para amostra de Fe-3%Si (superfície) com compressão a quente (02 passes) utilizando MIO (1ª varredura).

Fig. 4.20 – Padrão de Kikuchi para amostra de Fe-3%Si(superfície) com compressão a quente (02 passes) utilizando MIO (2ª varredura).

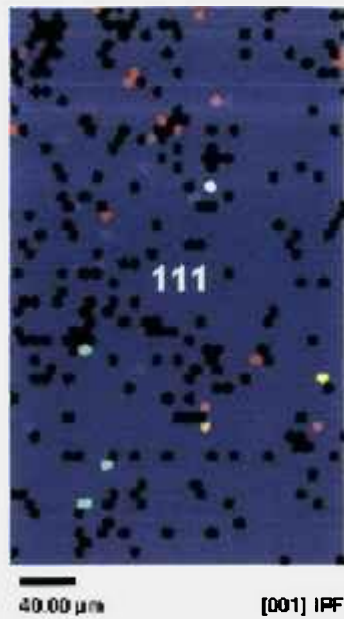


Fig. 4.21 – Padrão de Kikuchi para amostra de Fe-3%Si (superfície) com compressão a quente (02 passes) utilizando MIO (1ª varredura).



Fig. 4.22 – Padrão de Kikuchi para amostra de Fe-3%Si (superfície) com compressão a quente (02 passes) utilizando MIO (2ª varredura no mesmo grão da figura 4.21).

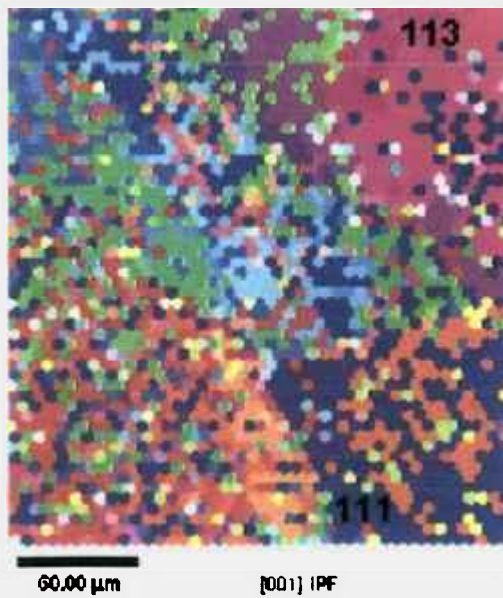


Fig. 4.23 – Padrão de Kikuchi para amostra de Fe-3%Si como recebida da ACESITA (1ª varredura), utilizando MIO.

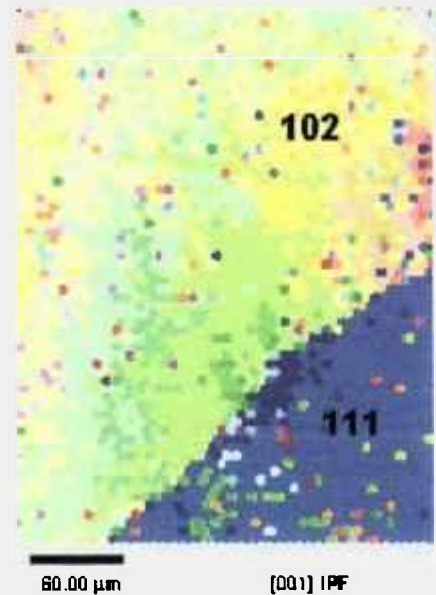


Fig. 4.24 – Padrão de Kikuchi para amostra de Fe-3%Si como recebida da ACESITA (2ª varredura), utilizando MIO.

4.4 Análise da relação entre número médio de grãos e a orientação cristalográfica

Com as amostras de Fe-3%Si preparadas pelo método *etch pit*, foram feitas análises quanto ao número médio de grãos e sua relação com a orientação cristalográfica. Os resultados obtidos encontram-se na tabela 4.3 e os gráficos 4.25 a 4.38 mostram a relação entre a orientação cristalográfica e a porcentagem de grãos com dada orientação.

Na confecção dos gráficos, é estabelecida uma diferenciação entre os planos (100) e (100)*, (111) e (111)* e (110) e 110)* em razão de apresentarem direções cristalográficas diferentes. Apesar de não ser possível afirmar a direção de laminação, que impossibilita a identificação cristalográfica para cada um dos casos, ainda assim é possível afirmar visualmente que possuem direções diferentes.

Tabela 4.3. Contagem do número médio de grãos

AMOSTRA (temperatura/tempo de encharque/nº de passes/região de análise)	QUANTIDADE DE GRÃOS	ÁREA (mm ²)	ORIENTAÇÃO CRISTALOGRÁFICA (% em grãos)
Como recebida da ACESITA	67	120	(100) 20.9, (100)* 17.91, (111) 11.94, (111)* 11.94, (110) 23.88, (110)*13.43
1000/32/1/S	21	210	(100) 9.52, (100)* 28.57, (111) 38.10, (111)* 14.29, (110) 4.76, (110)* 4.76
1100/32/1/S	75	120	(100) 20.00, (100)* 28.75, (111) 15.00, (111)* 13.75, (110) 13.75, (110)* 8.75
1100/470/1/S	184	225	(100) 29.89, (100)* 38.04, (111) 16.85, (111)* 6.52, (110) 7.61, (110)* 1.09
900/470/1/EI	60	78	(100) 13.33, (100)* 30.00, (111) 33.33, (111)* 13.33, (110) 8.33, (110)* 1.67
1000/130/1/EI	42	195	(100) 14.29, (100)* 20.63, (111) 17.46, (111)* 20.63, (110) 20.63, (110)* 6.35
1000/470/1/EI	63	208	(100) 3.33, (100)* 3.33, (111) 30.00, (111)* 16.67, (110) 40.00, (110)* 6.67
1100/470/1/EI	337	225	(100) 19.58, (100)* 23.15, (111) 18.69, (111)* 12.76, (110) 14.24, (110)* 11.57
900/60+23/2/S	98	208	(100) 4.69, (100)* 1.56, (111) 40.63, (111)* 6.25, (110) 31.25, (110)* 15.63
900/60+338/2/S	36	289	(100) 20.9, (100)* 17.91, (111) 11.94, (111)* 11.94, (110) 23.88, (110)* 13.43
1000/60+30/2/S	35	304	(100) 2.86 (100)* 2.86, (111) 62.86, (111)* 28.57, (110) 2.86, (110)* 0
900/60+60/2/EI	73	180	(100) 8.22, (100)* 23.29, (111) 17.81, (111)* 21.92, (110) 17.81, (110)* 10.96
900/60+338/2/EI	86	224	(100) 20.00, (100)* 41.00, (111) 9.00, (111)* 0 (110) 20.00, (110)* 10.00
1000/60+338/2/EI	46	143	(100) 4.44, (100)* 13.33, (111) 53.33, (111)* 11.11, (110) 13.33, (110)* 4.44

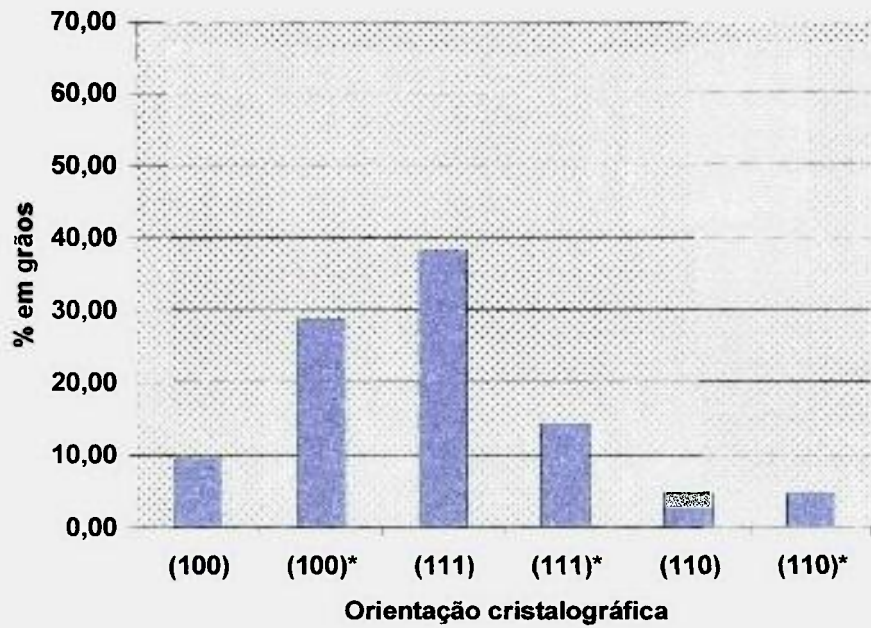


Fig. 4.25 - Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra 1100/32/S/1.

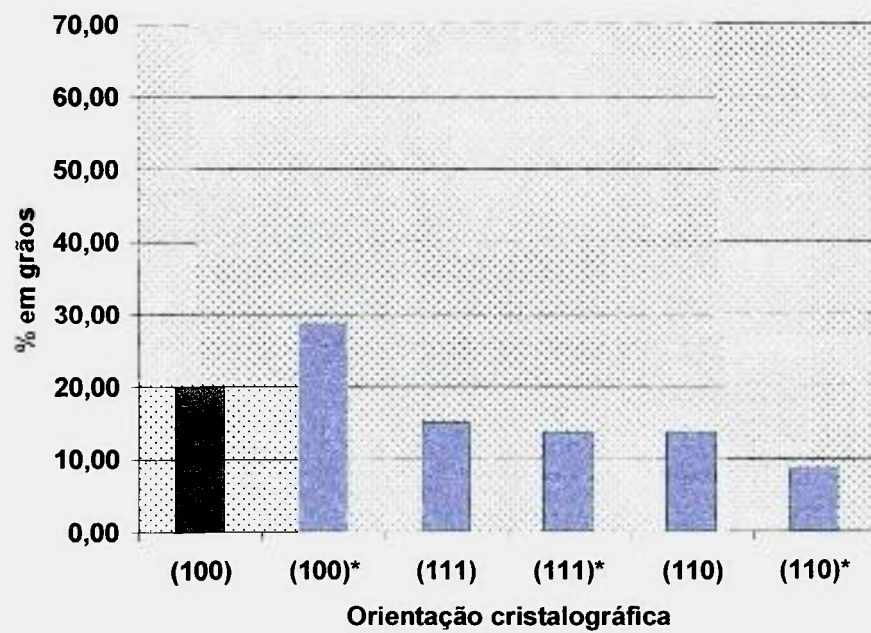


Fig. 4.26 - Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra 1100/470/S/1.

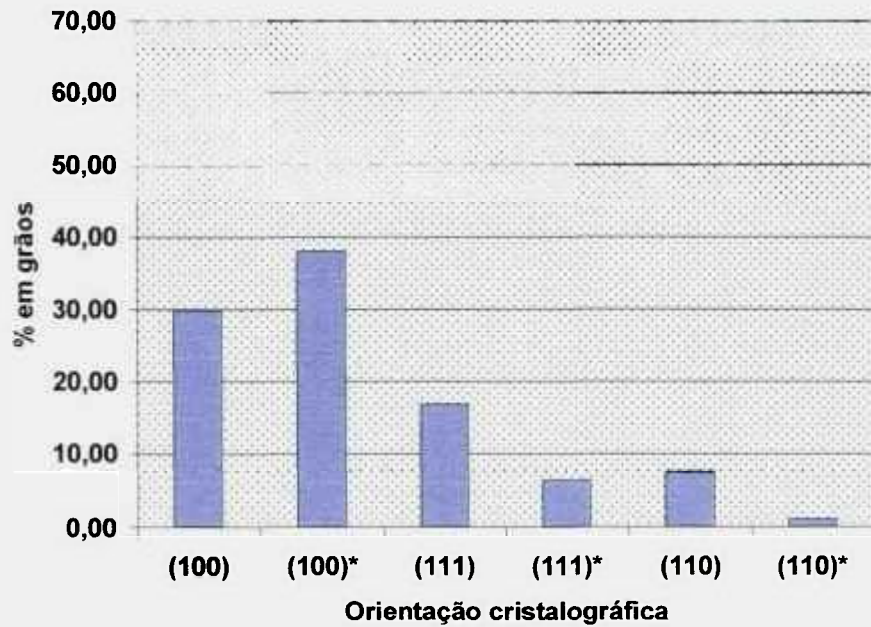


Fig. 4.27 - Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra 1100/470/S/1.

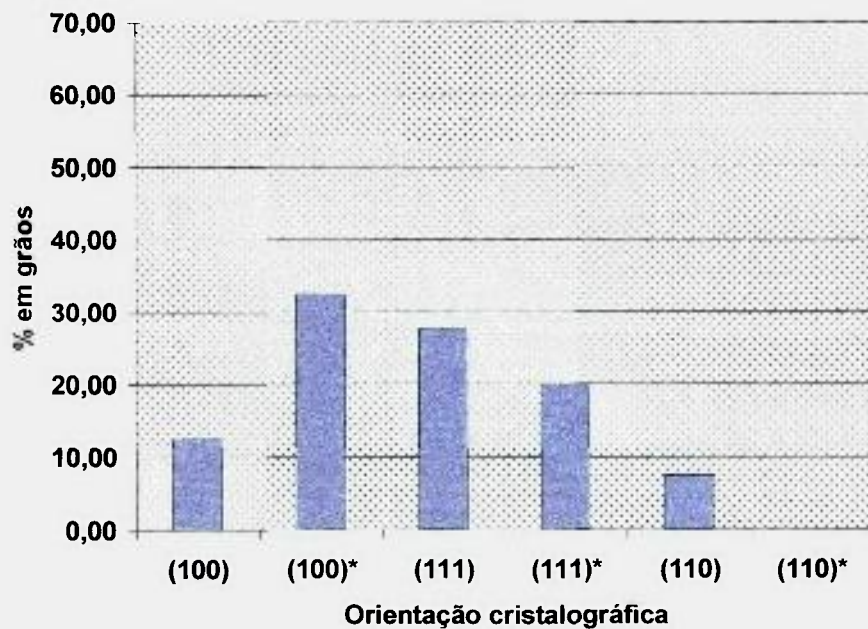


Fig. 4.28 - Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra 900/470/EI/1.

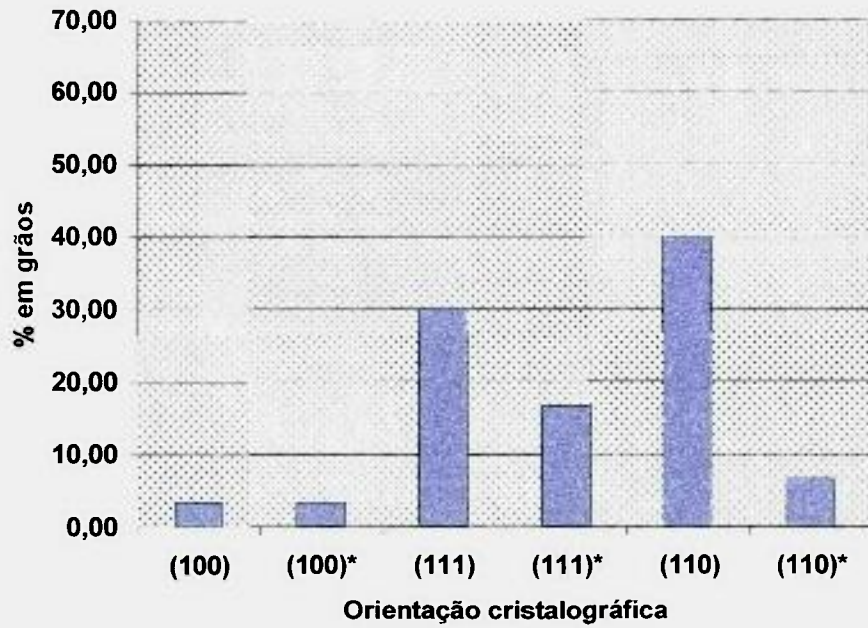


Fig. 4.29 - Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra 1000/130/EI/1.

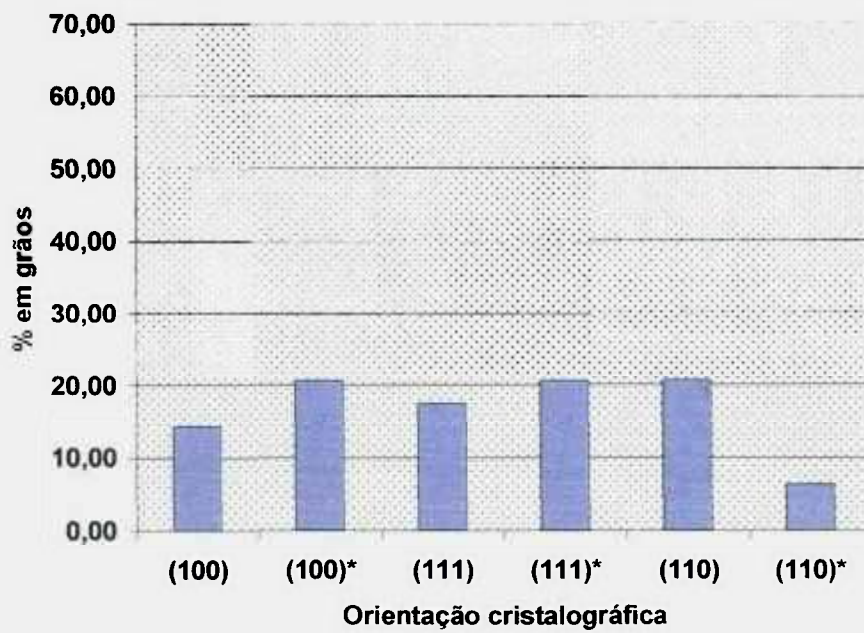


Fig. 4.30 - Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra 1000/470/EI/1.

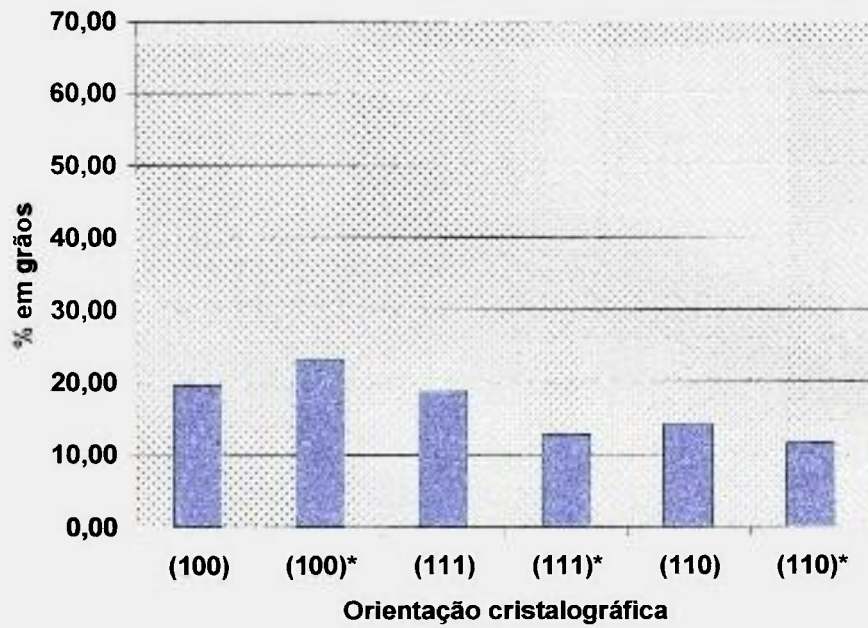


Fig. 4.31 - Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra 1100/470/EI/1.

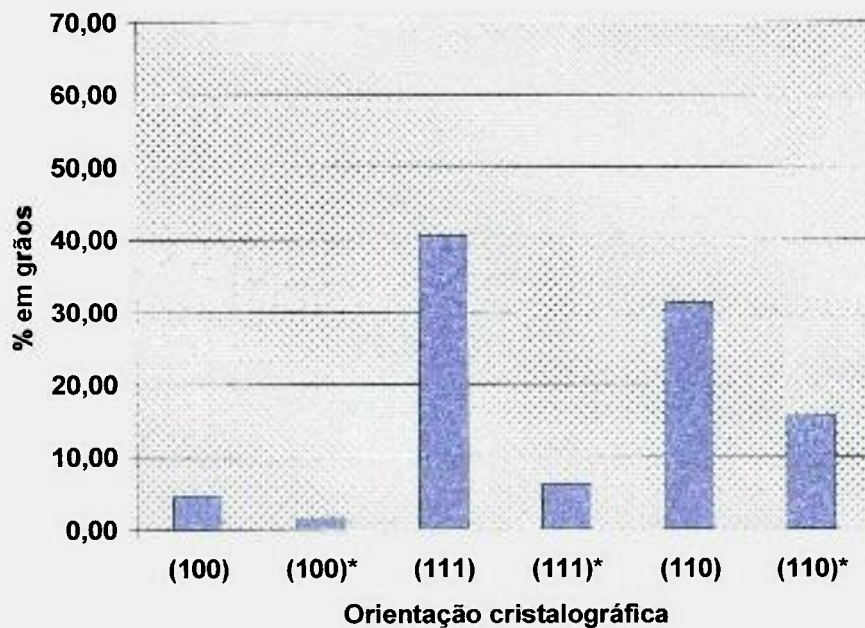


Fig. 4.32 - Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra 900/60+23/S/2.

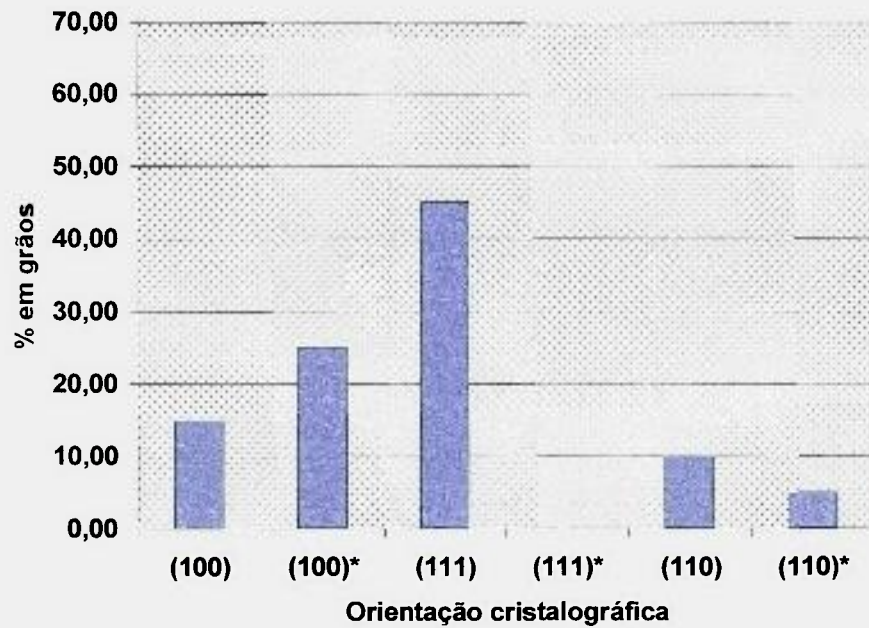


Fig. 4.33 - Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra 900/60+338/S/2.

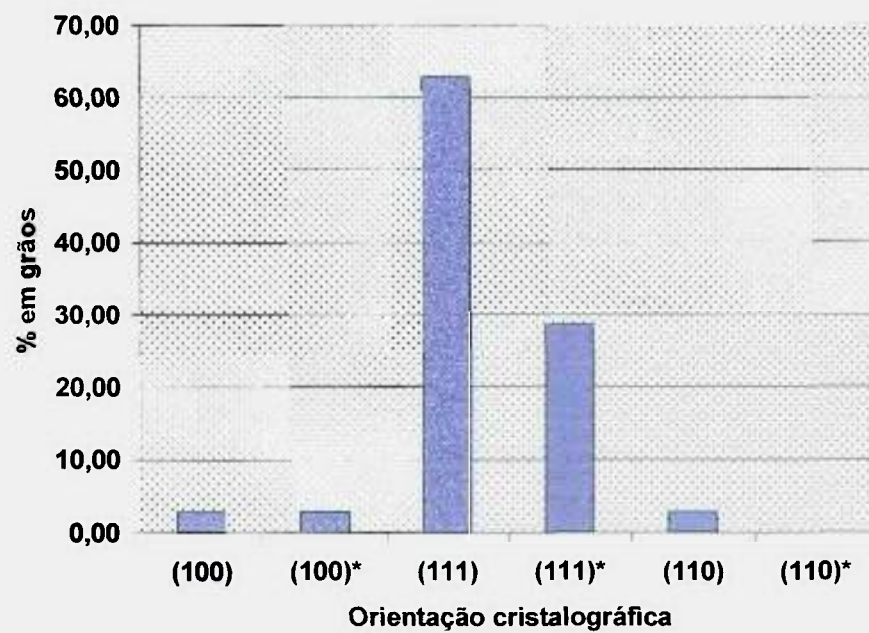


Fig. 4.34 - Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra 1000/60+30/S/2.

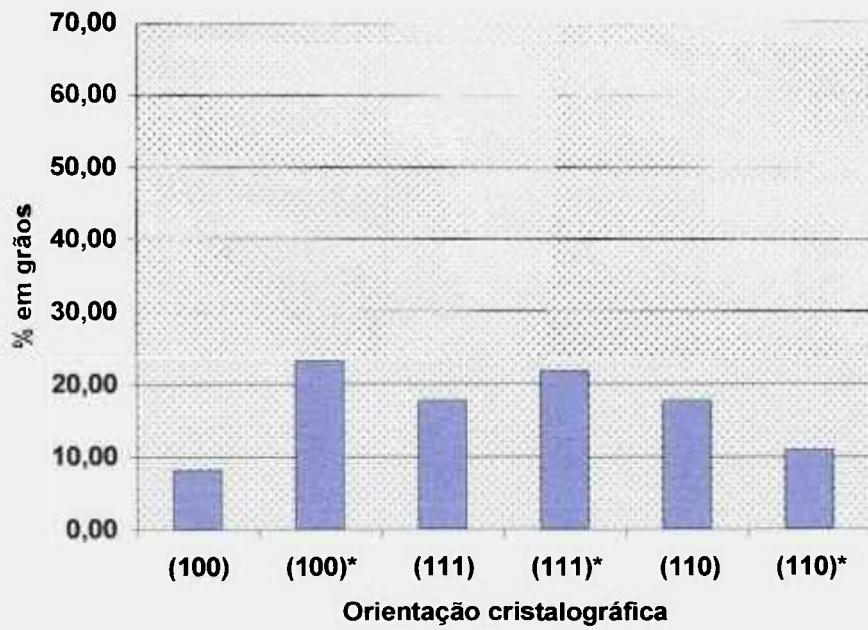


Fig. 4.35 - Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra 900/60+60/EI/2.

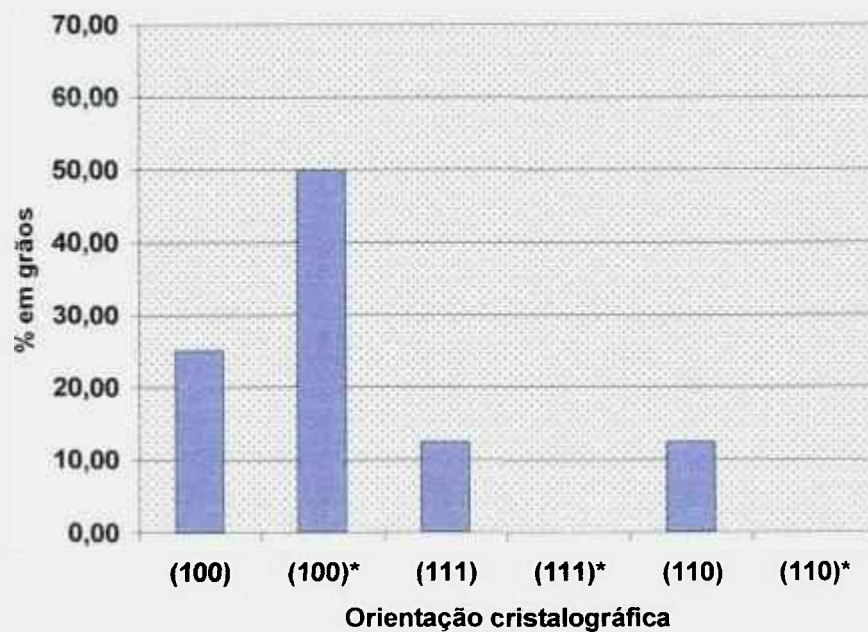


Fig. 4.36 - Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra 900/60+338/EI/2.

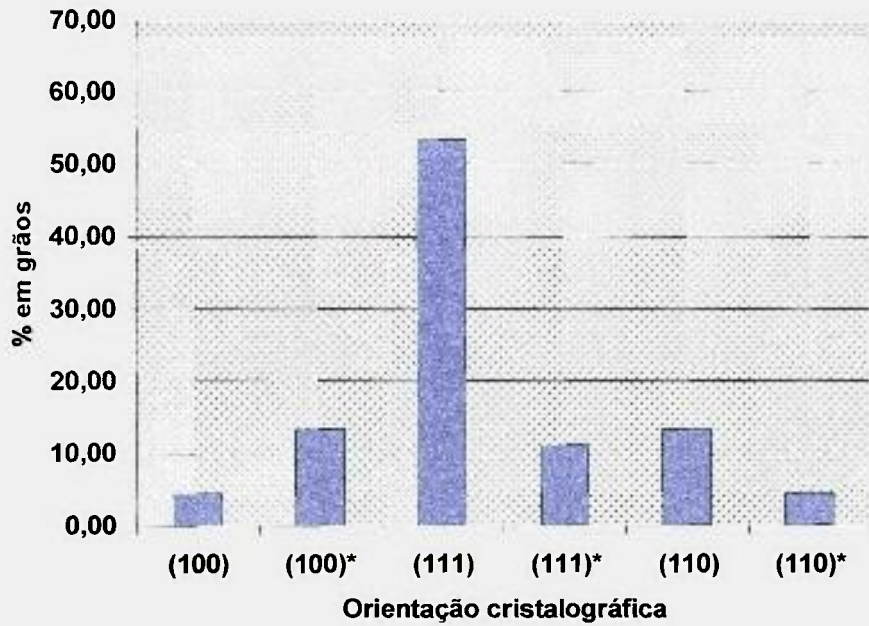


Fig. 4.37- Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra 1000/60+338/EI/2.

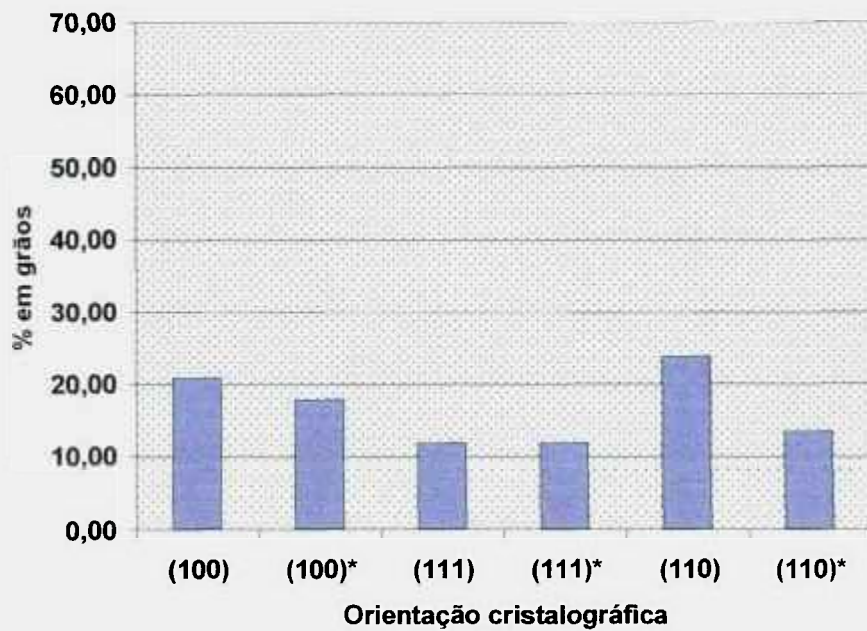


Fig. 4.38 - Gráfico da orientação cristalográfica x % em grãos para amostra como recebida da ACESITA.

5 CONCLUSÕES

1) O método de *etch pit* continua sendo uma boa técnica para análise de materiais policristalinos. O ataque químico seletivo é simples e as micrografias proporcionam uma visualização rápida da orientação do material, sendo possível, inclusive, dizer por simples observação a orientação cristalográfica. O desconhecimento da direção de laminação dos materiais foi o principal motivo que impossibilitou a determinação de maneira exata da orientação dos grãos pelo método *etch pit*.

2) Para a Microscopia de Imagem Orientada (MIO) o conhecimento da direção de laminação é imprescindível, porque o sistema utiliza esta informação para estabelecer um padrão de cores, e, conseqüentemente, as direções cristalográficas. Os padrões apresentados no presente trabalho são meramente ilustrativos, visto que admitimos uma direção de laminação apenas para testar a funcionalidade do método.

3) O método de Laue não é a técnica melhor indicada para observar a orientação cristalográfica de amostras policristalinas em razão das dificuldades encontradas para atingir cada grão com o feixe de raios X.

4) As amostras deste estudo foram lixadas, polidas e atacadas quimicamente inúmeras vezes, e devem apresentar muitas deformações superficiais. Além disso, em razão dos tratamentos a que foram submetidas, devem apresentar maclas, subgrãos e outras defeitos inerentes ao material, o que certamente acarreta dificuldades para análise microestrutural. Pelos padrões obtidos em MIO podemos afirmar também que a superfície da amostra a ser analisada deve ser muito bem polida e não apresentar quaisquer deformações.

6 PROPOSTA PARA TRABALHOS FUTUROS

Apesar do Fe-3%Si ser um material já bastante conhecido no mercado, em razão de sua importância econômica, há necessidades constantes de continuar sua pesquisa no sentido de melhorar cada vez mais sua eficiência e baixar o custo de sua produção. Não foi encontrado na literatura nenhum trabalho com este aço utilizando a técnica de MIO. Como é uma técnica moderna e muito pouco utilizada no Brasil, seria interessante um trabalho de caracterização deste aço utilizando MIO, onde se estudaria também o melhor método para preparação das amostras quanto ao lixamento, polimento e ataque químico.

O Método *etch pit* deveria ser usado em outros tipos de materiais, a fim de testar a eficiência de cada ataque químico. Poderia ser feito um estudo acerca de materiais com estrutura hexagonal e também, procurar estabelecer diferenças de fase ou de orientação em diversas etapas do processo de produção de um dado material, mesmo o aço ao silício.

Num trabalho mais elaborado, poderia ser estudado via MIO ou Método *etch pit* as mudanças sutis quanto ao aumento ou diminuição na quantidade de silício no aço ao silício de grão orientado e de grão não orientado, as mudanças na matriz quanto ao aumento ou diminuição de MnS e outros elementos de liga, tendo como objetivo a exata determinação da quantidade destes elementos na produção de um aço que apresente um máximo de eficiência nas propriedades que se deseja obter.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (01) AÇO SILÍCIO DE GRÃO ORIENTADO TIPO E004. *Relatório Interno*. ACESITA, 12p.
- (02) AÇO SILÍCIO COMO FATOR DE CONVERSÃO DE ENERGIA. *Relatório Interno*. ACESITA, 11p.
- (03) AÇO SILÍCIO PARA NÚCLEOS MAGNÉTICOS. *Relatório Interno*. ACESITA, 20p.
- (04) AÇO AO SILÍCIO DE GRÃO ORIENTADO. AÇOS AO SILÍCIO DE GRÃO NÃO ORIENTADO. *Relatório Interno*. ACESITA, 27p.
- (05) LANDGRAF, F.J.G.; SCOZ, L.C. A separação de perdas elétricas como critério de avaliação de processamento de aços elétricos. In: IV SEMINÁRIO SOBRE MATERIAIS MAGNÉTICOS E ELÉTRICOS/ABM, Rio de Janeiro: ABM, 1994, 3p.
- (06) AÇO AO SILÍCIO DE GRÃO ORIENTADO (GO). *Catálogo Interno*. ACESITA, 11p.
- (07) ARAI, K.I.; SATOH, H.; AGATSUMA, S. ISHIYAMA, K. Tertiary recrystallization and iron loss of ultra thin silicon steels. *IEEE Trans. Mag.*, v. 26, n. 05, p. 1969, 1990.
- (08) CAMP, J.M.; FRANCIS, C.B. *The making, shaping and treating of steel*. 6. ed. USA: United States Steel Company, Dec., 1970.
- (09) LITTMANN, M.F. Iron and Silicon - Iron Alloys, *IEEE Trans. Mag.*, v. 01, p. 48-60, 1971.
- (10) Mc QUEEN, H.J.; JONAS, J.J. *Recovery and recrystallization during high temperature deformation*. Academic Press., 1975.
- (11) MAY, J.E.; TURNBULL, D. Secondary recrystallization in silicon. *Trans. Metall. AIME*, v. 212, p. 769-781, 1958.
- (12) SUN, W.P.; MILITZER, M.; JONAS, J.J. Diffusion – controlled growth and coarsening of MnS during hot deformation. *Metall. Trans. A*, v. 23, p. 3013 –3023, 1992.
- (13) REED-HILL, R.E. *Princípios de metalurgia física*. 2.ed. Rio de Janeiro: Guanabara, 1982.

- (14) RODRIGUES, V.A. **Estudo da precipitação de partículas de MnS no aço Fe -3% Si após ensaio de compressão a quente**. São Paulo:1995. Tese (Doutoramento)– Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.
- (15) BARRET, C.S.; MASSALSKI, T.B. **Structure of metals**. 3. ed. USA: McGraw-Hill, 1966.
- (16) HARASE, J.; SHIMIZU, R.; TAKAHASHI, N. Coincidence grain boundary and (100)[001] secondary recrystallization in Fe-3% Si. **Acta Metall. Mater.**, v. 38, n. 10, p. 1849-1856, 1990.
- (17) MONTEIRO, W.A.; RODRIGUES, V.A.; LIMA, N.; SILVA, A.S. Relação entre a orientação cristalográfica e a precipitação de Mn na liga Fe-3%Si. In: CBECIMAT, 1994. p. 487-490.
- (18) RODRIGUES, V.A.; MONTEIRO, W.A.; FERREIRA, N.A.M.; SILVA, L.C.E.; SALIBA, A.M.S.; CUNHA, M.A. Estudo do crescimento de grão e da precipitação de MnS em aços FE-3%Si durante deformação a quente. In: 50 CONGRESSO ANUAL DA ABM. São Pedro, 1995. 11p.
- (19) USHIGAMI, Y.; KUROSAWA, F.; MASUI, H.; SUGA, Y.; TAKAHASHI, N. Precipitation behaviors of injected nitride inhibitors during secondary recrystallization annealing in grain oriented silicon steel. **Mater. Sci. Forum**, v. 204-206, p. 593-598, 1996.
- (20) ARAI, S.; USHIGAMI, Y.; TAKAHASHI, N. Effect of cold rolling reduction on secondary recrystallization of 3% Si-Fe, **Mater. Sci. Forum**, v. 204-206, p. 617-622, 1996.
- (21) WOO, J.S.; HAN, C.H.; HONG, B.D.; HARASE, J. The onset temperature of secondary recrystallization and sharpness of goss secondary recrystallization texture in the nitrated Fe-3%Si alloy. **Acta Mater.**, v.46, n. 14, p. 4905-4909, 1998.
- (22) SCHWARTZ, A.J.; KING, W.E. The potential engineering of grain boundaries through thermomechanical processing. **J. Met.**, p. 50-55, Feb., 1998.
- (23) TAKANOHASHI, R.; LANDGRAF, F.J.G.; GONÇALVES, M.; EMURA, M.; ALVES, G.S.; CAMPOS M.F.; PÁSSARO, A.M.P.; LIMA, N.B.; ZWIRMAN, N.S.; WOLGIEN, V. Avaliação da microestrutura após

- laminação a frio em aços elétricos. In: 53 CONGRESSO ANUAL DA ABM. Belo Horizonte, 1998. 14p.
- (24)DAHLEM-KLEIN, E. WEILAND, H.; FISZER, A. BUNGE, H.J. Orientation distribution of grain size classes in a grain growth texture. *Scr. Metall.*, v.22, p. 317-322, 1988.
- (25)FORTUNATI, S.; ABBRUZZESE, G. Texture selection by secondary recrystallization in grain oriented silicon iron: competitive texture components for goss grains. *Mater. Sci. Forum*, v. 204-206, p. 565-574, 1996.
- (26)CHEN, C. *Magnetism and metallurgy of soft magnetic materials* New York: Dover, 1986.
- (27)BARYATINSKII, V.P.; SOSNIN, V.V.; POLYAKHOV, M. Yu; CHERVONENKOV, V.A. Very thin electric tape with high initial and maximum magnetic permeability. *Termicheskaya Obrabotka Metallov*, n.4, p. 58-59, April, 1971.
- (28)LANDGRAF, F.J.G.; EMURA, M.; TEIXEIRA, J.C. Efeito do tamanho de grão, direção e frequência na curva de magnetização de aços elétricos. In: CBMAG'98, 1998, 4 p.
- (29)CULLITY, B. D. *Elements of X-ray diffraction*, 2. ed. London: Adison-Wesley, 1959.
- (30)WOOD, E.A. *Crystal orientation manual*. London: Columbia University Press, 1963.
- (31)SCHWARTZ, L.H.; COHEN, J.B. *Diffraction from materials*. 2. Ed. New York: Springer-Verlag, 1987.
- (32)LORETTO, M.H. *Electron beam analysis of materials*. New York: Chapman and Hall, 1984.
- (33)HALL, C.E. *Introduction to electron microscopy*. 2. ed. New York: McGraw-Hill, 1966.
- (34)FONSECA, A.J.F. *Influência da pré-laminação nas microestruturas e propriedades magnéticas do aço silício de grão orientado via laminação steckel*. Minas Gerais: 1988. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Minas Gerais.

- (35) HIBARD, W.R.Jr.; DUNN, C.G. A study of $\langle 112 \rangle$ edge dislocations in bent silicon-iron single crystals. *Acta Metall.* v.4, p. 306-315, May, 1956.
- (36) YANG, L.; ZHEIN-CHIN, W.; WEN-CHEN, L. Forming conditions and geometric variety of etch pits Part 1. Square etch pits. *Prakt. Met.*, v. 20, p. 194-200, 1983.
- (37) EDINGTON, J.W., *The operation and calibration of the electron microscope*. Philips Technical Library, Monographs In: Practical Electron Microscopy in Materials Science, Dep. of Metallurgy and Materials Science, University of Cambridge, England.
- (38) HORN, E.; LOTTER, U.; PRAK, T. Determining the grain orientation on the surfaces of electrical sheets by means of etch pits – Part. 1: Systematic approach to interpret SEM micrographs of etch pits for accurate orientation determination and introduction of a macroetching technique for the simple estimation of the orientation. *Met.*, v. 22, p. 397-406, 1985.
- (39) HORN, E.; LOTTER, U.; PRAK, T. Determining the grain orientation on the surfaces of electrical sheets by means of etch pits – Part. 2: Matemathical basis for analysing. *Met.*, v. 22, p. 439-453, 1985.
- (40) BÖTTCHER, A.; GERBER, T. & LÜCKE, K. Determination of microtexture of initial stages of secondary recrystallization in Fe-3 wt-%Si by etch pitting *Mater. Sci. Technol.*, v.8, p. 16-22, 1992.
- (41) FORTUNATI, S.; ABBRUZZESE, G., NUNZIO, P.E.D. An etch-pitting technique for statistical analysis of grain size distributions as a function of orientation in Fe-Si alloys, *Mater. Sci. Forum*, v. 94-96, p. 431-436, 1992.
- (42) CRUZ, F.; CALEYO, F.; BAUDIN, T.; ESTEVEZ E.; PENELLE, R. Semiautomatic Measurement of individual orientation of crystals by using etched pits and digitized images. *Mater. Charac.* v. 34, p. 189-194, 1995.
- (43) LEE, K.T.; deWIT, G.; MORAWIEC, A. & SZPUNAR The application of the etch-pit method to quantitative texture analysis. *J. Mater. Sci.* v. 30, p. 1327-1332, 1995.

- (44)GOGLIO, J.P.; CHEHIKIAN, A., WAECKERLÉ & CORNUT, B. An automatic method of measuring the crystallographic orientations of Fe-Si alloys using electron scan microscope image processing and etch pitting *J. Phys IV.*, v.8, p. 677-680, 1998.
- (45)SANTOS, H.O.S.; MONTEIRO, W.A.; RODRIGUES, V.C., LIMA, N.B. The study of the goss orientation in a Fe-3%Si alloy. In: SBF, Caxambu/MG, 1998, 4p.
- (46)SANTOS, H.O.; MONTEIRO, W.A.; RODRIGUES V.A., LIMA, N.B. Scanning electron microscopy studies of Fe-3% Si texture obtained by etch-pit method. In: ICEM14, Cancun/Mexico, p.245-246, Sept., 1998.
- (47)SANTOS, H.O.; MONTEIRO, W.A.; RODRIGUES V.A., Etch method for identification of preferential directions in electric steel. In: MICROMAT 98, p 345-348, 1998.
- (48)SANTOS, H.O.; MONTEIRO, W.A.; LIMA, N.B. Estudo da orientação cristalográfica de uma liga de Fe-3%Si por meio de ataque químico seletivo. In: CONGRESSO DA ABQ, São Luís/MA, 1998.
- (49)FLEWITT, P.E.J.; WILD, R.K. **Physical method for materials characterization.** Ins
- (50)WRIGHT, S.I. A review of automated orientation imaging microscopy (OIM). *Journal of Computer-Assisted Microscopy*, v. 5, n. 3, p. 207-221, 1993.
- (51)WEILAND, H. Microtexture determination and its application to materials science. *Appl. Technol.*, p. 37-41.
- (52)MASON, T.A.; ADAMS, B.L. The application of orientation imaging microscopy. *J. Met.*, p. 43-45, Oct., 1994.
- (53)ADAMS, B.L. Orientation Imaging microscopy: applications to the characterization of the grain-boundary network. *Mater. Sci. Forum*, v. 207-209, p. 13-22, 1996.
- (54)SCHWARZER, R.A. The study of crystal texture by electron diffraction on a grain-specific scale. *European Microscopy and Analysis*, p. 13-15, Jan., 1997.
- (55)DINGLEY, D.J.; FIELD, D.P. Electron backscatter diffraction and orientation imaging microscopy. *Mater. Sci. Technol.*, v. 13, p. 69-78, Jan., 1997.

- (56)KATRAKOVA, D.; MAAS, C.; HOHNERLEIN, D.; M:UCKLICH, F.
Experiences on contrasting microstructure using orientation imaging
microscopy. *Prackt. Metallogr.*, v. 35, p. 4-20, 1998.
- (57)LASSEN, N.C.K. A new procedure for automatic high precision
measurements of the position and with of bands in backscatter Kikuchi
patterns. *Mater. Sci. Forum*, v. 273-275, p. 201-208, 1998.

APÊNDICE I

**PROGRAMA PARA FAZER COMPARAÇÃO ENTRE ÂNGULOS
MEDIDOS ATRAVÉS DO MÉTODO DE LAUE E TABELAS DE
DISTÂNCIAS INTERPLANARES PARA DETERMINAÇÃO DE
PLANOS CRISTALOGRAFÍCOS (LINGUAGEM CLIPPER).**

```

FUNCTION CADASTRO(li,ci,lf,cf,prname,limpa,vet,cr,inicio)
STATIC linha,coluna,i,tm,la,ca,cor,tela
LOCAL
B_QD:=CHR(201)+CHR(205)+CHR(187)+CHR(186)+CHR(188)+CHR(205)+CHR(200)
+CHR(186)

if pcount() < 8
** tela:=limpa[5]
  restscreen(limpa[1],limpa[2],limpa[3],limpa[4],LIMPA[5])
** RELEASE &TELA
  return
endif

tm:=LEN(vet[1])
FOR I:= 2 TO LEN(vet)
  tm:=IF(tm > LEN(vet[i]),tm,LEN(vet[i]))
NEXT

IF inicio && la=NIL .OR. linha=NIL
  linha:=la:=li
  coluna:=ca:=ci
ELSEIF LEN(LIMPA) != 0
  linha:=la:=limpa[1]
  coluna:=ca:=limpa[2]
ELSE
  linha+=2
  coluna+=5
ENDIF

linha:=IF(linha+LEN(vet)+2-lf >=0,li,linha)
coluna:=IF(coluna+tm+5-cf >=0,ci,coluna)

IF LEN(LIMPA) = 0
  limpa:={linha,coluna,linha+len(vet)+2,coluna+tm+2,"t"+prname}
  LIMPA[5]:=SAVESCREEN(limpa[1],limpa[2],limpa[3],limpa[4])
ENDIF
cor:=setcolor()
setcolor(cr)
**cor:=SETCOLOR()
SETCOLOR(LEFT(cr,AT(cr,"/")+1)+"/N")
@linha+1,coluna+1,linha+LEN(VET)+2,coluna+tm+2 BOX chr(176)
SETCOLOR(cr)
@linha,coluna CLEAR TO linha+LEN(VET)+1,coluna+tm+1
@linha,coluna,linha+LEN(VET)+1,coluna+tm+1 BOX B_QD

FOR I=1 TO LEN(VET)

```

```

    @linha+i,coluna+1 prompt vet[i]
next
menu to i
setcolor(cor)
return i

*****
FUNCTION MONTA_MENU(li,lf,ci,cf,vetr,vetv)
local tm:=tme:=pos:=div:=i:=saida:=lt:=espaco:=vet:=0
local retangulo:=chr(201)+chr(205)+chr(187)+chr(186)+chr(188);
                +chr(205)+chr(200)+chr(186)
local vertical:="íË°Éí "

vet:=vetr

if type("vet")!="A"
    vet:={}
    aadd(vet,vetr)
endif
vetsay:={}
FOR I=1 TO LEN(VET)
    tm+=len(vet[i])
NEXT

div:=len(vet)+1
IF LF-LI=0 .OR. CF-CI+1 < TM+DIV
    ? "NAO HA ESPACO"
    inkey(0)
    RETURN""
ELSEIF LF-LI+1 < 3
    FOR I=1 TO LEN(VET)
        @LI,CI SAY VET[I]+" "
    NEXT
    inkey(0)
ENDIF

@li,ci clear to lf,cf
@LI,CI,LF,CF BOX RETANGULO

LT:=li+INT((LF-LI)/2)
ESPACO:=CF-CI-DIV
SAIDA:=CI

FOR I:=1 TO div-2 && elementos -1

    TME:=LEN(VET[I])/TM
    TME:=INT(TME*ESPACO)
    POS:=INT((TME-LEN(VET[I]))/2)
    SAIDA:=SAIDA+POS+1
    AADD(VETSAY,SAIDA)
    @LT,SAIDA SAY VET[I]
    SAIDA:=SAIDA+TME-pos
    @LI,SAIDA-1,LF,SAIDA BOX VERTICAL
NEXT

```

```
SAIDA:=INT((cf-saida-LEN(VET[div-1]))/2)+SAIDA
AADD(VETSAY,SAIDA)
@LT,SAIDA SAY VET[div-1]
vetv:=if(vetv!=NIL,vetsay,NIL)
RETURN""
```

```
*****
```

```
*****
```

```
FUNCTION CENTRAL(texto,cor,limpa,volta,freg,tempo)
local pos,cores,vetpic,vetval:={}
local vetget:=vetsay:={}
cores:=setcolor()
texto:=alltrim(texto)+";"
pos:=at(";",texto)
do while pos !=0
  aadd(vetsay,NIL)
  aadd(vetval,NIL)
  afill(vetsay,left(texto,pos-1),len(vetsay),1)
  texto:=right(texto,len(texto)-pos)
  pos=at(";",texto)
enddo
vetget:=vetpic:=vetval
ler_prm(10,05,10+len(vetsay)+3,65,cor,procname(),@limpa,@vetsay,@vetget,@vetpic
,@vetval)
tone(freg,6.5)
if volta != nil
  DO WHILE POS !=78 .AND. POS !=83
    POS:=ASC(UPPER(CHR(INKEY(0))))
  ENDDO
  POS:=IF(POS=83,.T.,.F.)
ENDIF
***setcolor(cores) 24/11/94
```

```
pos:=if(volta!=NIL,pos,if(tempo!=nil,inkey(tempo),pos))
if tempo != nil .or. volta != nil
  ler_prm(00,00,00,00,cor,procname(),@limpa,@vetsay)
endif
setcolor(cores) && 22/11/94
return pos
```

```
*****
```

```
local limpa1:={}
local limpa:={}
local ler:={}
local vetsay:={"Combinacao dos Possiveis Planos";
" ";
"Numero Da Tabela";
"% Erro";
"Se a Listagem For em Aqr. Dig. o Nome";
>Listados"}
local vetpic:={,"999","@E 99.99","@!","9999"}
local vetval:={,"acha(vetget[3],"DISTANCI",1,.F.,TEXTO),'VETGET[4] >= 0',,}
vetget:={,0,0,space(12),0}
```

```
texto:="Tabela Nao Existe"
```

```
do while .t.
```

```
  ler:={f.,f.,t.,t.,t.,f.}
```

```
LER_PRM(11,12,20,70,"NW,W+/N,,,NW",PROCNAME(),@LIMPA,@VETSAY,@VET  
GET,@VETPIC,@VETVAL,@ler)
```

```
  IF LASTKEY()=27
```

```
    LER_PRM(00,00,00,00,,PROCNAME(),@LIMPA,@vetsay)
```

```
    SET PRINTER TO
```

```
    RETURN
```

```
  ENDIF
```

```
  txt:=vetget[5]
```

```
  limpa1:={}
```

```
  IF EMPTY(txt)
```

```
    IF !impressora()
```

```
      LOOP
```

```
    ENDIF
```

```
    SET DEVICE TO PRINT
```

```
  ELSE
```

```
    SET DEVICE TO PRINT
```

```
    SET PRINTER TO &(txt+".txt")
```

```
  ENDIF
```

```
SELECT DISTANCI
```

```
SET ORDER TO 2
```

```
GO TOP
```

```
GUARDA:={}
```

```
PT:={}
```

```
DT:={}
```

```
VL:={}
```

```
VER:={}
```

```
MIN:=(1-VETGET[4]/100)
```

```
MAX:=(1+VETGET[4]/100)
```

```
aux:=0
```

```
pg:=0
```

```
SEEK STR(VETGET[3])
```

```
IF FOUND()
```

```
  DO WHILE TABELA=VETGET[3]
```

```
    VDISTAN:=DISTAN
```

```
    VPONTOS:=PONTOS
```

```
  SELECT PLANOS
```

```
  set order to 1
```

```
  GO TOP
```

```
  DO WHILE !EOF()
```

```
    IF VALOR >= VDISTAN*MIN .AND. VALOR <= VDISTAN*MAX
```

```
      AADD(PT,VPONTOS)
```

```
      AADD(DT,VDISTAN)
```

```
      AADD(GUARDA,TABELA)
```

```
      AADD(VL,VALOR)
```

```
    ENDIF
```

```

        SKIP 1
        ENDDO
        set order to 2
        SELECT DISTANCI
        SKIP 1
        ENDDO
    ENDIF
    CHECA:=PT[1]
    FOR KK=1 TO LEN(GUARDA)
        if inkey()=27
            set device to screen
            if central("Abandona Impressao","W+/R+",@limpa1,0,600,0)
                exit
            endif
        endif
    endif

    IF pg=0 .or. prow() > 50
        pg++
        @00,00 SAY " "
        @PROW() ,00 say "Relatorio da Combinacao de Planos"+"
"+tran(date(),"99/99/99")+ " "+tran(time(),"99:99:99")+ " "+Pag.: "+str(pg,3)
        @prow()+1,26 say "Tabela Utilizada: "+str(vetget[3],3)+ " "+Percentual de Erro:
"+tran(vetget[4],"99.99")
        @PROW()+2,01 SAY "Ponto"
        @PROW() ,09 SAY PT[KK] PICT "@R 999-999"
        @PROW() ,19 SAY "Distancia"
        @PROW() ,30 SAY DT[KK] PICT "@E 99.99"
        @PROW()+1,37 SAY "Plano"
        @prow() ,47 say "Distancia"
        @prow()+1,01 SAY " "
    endif
    IF PT[KK] != CHECA
        @PROW()+2,01 SAY "Ponto"
        @PROW() ,09 SAY PT[KK] PICT "@R 999-999"
        @PROW() ,19 SAY "Distancia"
        @PROW() ,30 SAY DT[KK] PICT "@E 99.99"
        @PROW()+1,37 SAY "Plano"
        @prow() ,47 say "Distancia"
        CHECA:=PT[KK]
    ENDIF

    SELECT PONTO
    SET ORDER TO 1
    GO TOP
    SEEK VETGET[3]

    IF FOUND()
        ES:=LEFT(PT[KK],3)
        DI:=RIGHT(PT[KK],3)
        UM:=""
        DOIS:=""

        DO WHILE vetget[3]=TABELA
            IF ES=PONTOS

```

```

        UM:=IF(EIXO="S","E",IF(DIAG="S","D",""))
    ENDIF

    IF DI=PONTOS
        DOIS:=IF(EIXO="S","E",IF(DIAG="S","D",""))
    ENDIF
    SKIP 1
ENDDO
IF logica(UM,DOIS,GUARDA[KK])

    IF AUX >= 30
        ler={.F.,.F.,.F.,.F.,.F.,.F.}
        SET DEVICE TO SCREEN
        VETGET[6]:=VETGET[6]+AUX

LER_PRM(11,12,20,70,"NW,W+/N,,NW",PROCNAME(),@LIMPA,@VETSAY,@VET
GET,@VETPIC,@VETVAL,@ler)
        AUX:=0
        SET DEVICE TO PRINT
    ENDIF
    AUX++
    @PROW()+1,37 SAY GUARDA[KK] PICT "@R 999-999"
    @PROW() ,49 SAY VL[KK] PICT "@E 99.99"
    ENDIF
    ENDIF
    NEXT
    SET DEVICE TO SCREEN

enddo

FUNCTION LOGICA(PRI,SEG,CAD)
local combinacao:={"ED","EQ","EE","DE","DQ","DD","QE","QD","QQ"}
local serie:={,,,,,,,,}
local numero:=0
esq:=left(cad,3)
drt:=right(cad,3)

SERIE[01]:="IF(EIXOS(esq)+diagonal(drt)=2 .OR. EIXOS(drt)+diagonal(esq)=2,.T.,.F.)"
SERIE[02]:="IF(EIXOS(esq)=1 .OR. EIXOS(drt)=1,.T.,.F.)"
SERIE[03]:="IF(EIXOS(esq)=1 .AND. EIXOS(drt)=1,.T.,.F.)"
SERIE[04]:="IF(diagonal(esq)+EIXOS(drt)=2 .OR. diagonal(drt)+EIXOS(esq)=2,.T.,.F.)"
SERIE[05]:="IF(diagonal(esq)=1 .OR. diagonal(drt)=1,.T.,.F.)"
SERIE[06]:="IF(diagonal(esq)=1 .AND. diagonal(drt)=1,.T.,.F.)"
SERIE[07]:="IF(EIXOS(esq)=1 .OR. EIXOS(drt)=1,.T.,.F.)"
SERIE[08]:="IF(diagonal(esq)=1 .OR. diagonal(drt)=1,.T.,.F.)"
SERIE[09]:="IF(!EMPTY(CAD),.T.,.F.)"

numero:=ascan(combinacao,pri+seg)

if numero != 0
    numero=serie[numero]
    return &numero
endif
return .f.

```

```
function diagonal(dgl)
local u:=h:=0
local separa:={}
local ver:=.f.
FOR U=1 TO 3
  AADD(SEPARA,SUBSTR(dgl,U,1))
NEXT

FOR U=1 TO LEN(SEPARA)
  FOR H=U+1 TO LEN(SEPARA)
    IF SEPARA[U]=SEPARA[H]
      VER:=.t.
    ENDIF
  NEXT
NEXT
return if(ver,1,0)

function eixos(exs)
return if(at("0",exs) != 0,1,0)
*****

function abertura()

local mais:={}

local limpa:={}

USE ABRIR shared new

if neterr()

  central("Atencao !!!;Problemas na Abertura dos Arquivos"+;
    ";O Sistema esta c/ uso Exclusivo","W+/R+",@limpa,,600,0)

  close all

  set color to w/n
  cls
  quit
endif
if !file("IABRBNC.NTX")
  central("Atencao !!!;Esta faltando o Indice IABRBNC"+;
    "; Aguarde a Reindexacao","W+/R+",@limpa,,600,)

  INDEXA()
  CLOSE ALL
  CLS
  QUIT
ENDIF
set index to IABRBNC
go top
set color to "w/n"
do while !eof()
```

```

vbanco:=ABRBNC
if abrabr="N"
  do while vbanco=abrbnc
    skip 1
  enddo
loop
endif
mais:={}
do while vbanco=ABRBNC
  aadd(mais,rtrim(abrind))
  if !empty(abrind) .and. !file(alltrim(mais[len(mais)]+".ntx")
    limpa:={}
    central("Atencao !!!;Esta faltando o arquivo de Indice; "+
      mais[len(mais)]+"; Apos a Reindexacao, entre novamente
", "W+/R+",@limpa,,600,0)
    indexa()
    close all
    quit
  endif
  skip 1
enddo
if !file(alltrim(vbanco)+".dbf")
  central("Atencao !!!;Esta faltando o arquivos "+vbanco,"W+/R+",@limpa,,600,)
  close all
  quit
endif
use (vbanco) shared new
do case
  case len(mais)=1
    set index to (mais[1])
  case len(mais)=2
    set index to (mais[1]),(mais[2])
  case len(mais)=3
    set index to (mais[1]),(mais[2]),(mais[3])
  case len(mais)=4
    set index to (mais[1]),(mais[2]),(mais[3]),(mais[4])
endcase
select abrir
enddo
return

```

FUNCTION GRAVA(mantem)

```

LOCAL i,ant,dep
local aux,ar,or,ali:=limpa:={}
**ar:=select()
**or:=indexord()
**ali:=alias()
**rec:=recno()
FOR i=1 TO FCOUNT()

  aux:="V"+FIELD(i)

```

```

ant:=fieldget(i)
dep:=conteudo(aux)
if ant != dep
  FIELDPUT(i,dep)
endif
NEXT
UNLOCK
RETURN""

```

```

*****
FUNCTION DELETAR()
*****

```

```

IF !RLOCK()
  if !bloqreg(10)
    return .f.
  endif
ENDIF
delete
return .t.

```

```

*****

```

```

FUNCTION IMPRESSORA()
local limpa:={}
local volta:=.T.

```

```

IF !ISPRINTER()
  CENTRAL("Atencao; ;A impressora nao esta em linha";
    "W+/R+",@limpa,,600,0)
  volta:=.F.
ENDIF
RETURN VOLTA

```

```

*****

```

```

** esta funcao foi desenvolvida p/
** localizacao de registros, atraves dos
** indices JOSE LUIZ
*****

```

```

FUNCTION ACHA(cp,area,ordem,cond,texto)
local ar,or,cd,limpas:={} ; cd:=.T.; ar:=select(); or:=indexord()
select(area)
set order to (ordem)
seek cp
if found() = cond
  CENTRAL(texto,"W+/R+",@LIMPAS,,600,0)
  cd:=.F.
endif
select(ar)
set order to (or)
return cd

```

```

*****

```

```

FUNCTION ABREARQ(texto,modo,vezes)
local sempre,pos,i,nao:={}
local vetor:={}

```

```

local limpa:={}
local mais:={}
sempre:=(vezes=0)
texto:=alltrim(texto)+";"
pos:=at(";",texto)
do while pos !=0
    aadd(vetor,NIL)
    afill(vetor,left(texto,pos-1),len(vetor),1)
    texto:=right(texto,len(texto)-pos)
    pos=at(";",texto)
enddo

**pos:=vezes
central("Aguarde !!!; ; Abrindo Arquivos","W+/RB",@limpa,,0,)

for i=1 to len(vetor)
    nao:=.t.
    pos:=vezes
    select abrir
    seek vetor[i]
    ** if !found()
    ** exit
    ** endif
    DO WHILE (sempre .or. vezes > 0) .and. lastkey() <> 27

    if select(vetor[i]) != 0
        select(vetor[i])
        if modo
            if rlock()
                nao:=.f.
                unlock
            endif

            else
                use
                use (vetor[i]) exclusive new
                nao:=neterr()

            endif

        else
            if modo
                use (vetor[i]) shared new
            else
                use (vetor[i]) exclusive new
            endif
            nao:=neterr()
        endif
        if !nao
            exit
        elseif pos = vezes
            central(" ; ;","W+/RB",@limpa,,0,.5)
            limpa:={}
            central("Atencao !!!;Voce esta tentando uma operacao que necessita de;";

```

```

    +"Uso exclusivo.:";
    +"Entretanto, outro usuario da rede ja bloqueou o sistema;";
    +"; ;O acesso sera tentado por mais Algum tempo;";
    +"Ou ate que voce interrompa","W+/R+",@limpa,,600,)
endif
inkey(1)
vezes--
enddo
if nao
    ** nao foi aberto arquivo
    central("","W+/RB",@limpa,,0,.5)
    return .F.
endif
mais:={}
select abrir
seek vetor[i]
if found()
    do while vetor[i]=RTRIM(ABRBNC) .AND. !EOF()
        if !empty(abrind)
            aadd(mais,rtrim(abrind))
        endif
        skip 1
    enddo
    select (vetor[i])
    do case
        case len(mais)=1
            set index to (mais[1])
        case len(mais)=2
            set index to (mais[1]),(mais[2])
        case len(mais)=3
            set index to (mais[1]),(mais[2]),(mais[3])
        case len(mais)=4
            set index to (mais[1]),(mais[2]),(mais[3]),(mais[4])
    endcase
endif
next
select (vetor[len(vetor)])
central(" ; ;","W+/RB",@limpa,,0,.5)
return .T.

FUNCTION libera(texto)
local pos,i
local vetor:={}
texto:=alltrim(texto)+";"
pos:=at(";",texto)
do while pos !=0
    aadd(vetor,NIL)
    afill(vetor,left(texto,pos-1),len(vetor),1)
    texto:=right(texto,len(texto)-pos)
    pos:=at(";",texto)
enddo

for i:=1 to len(vetor)
    if select(vetor[i]) != 0

```

```

    select(vetor[i])
    unlock all
    use
  endif
next
return

```

```

FUNCTION BLOQREG(vezes)

```

```

  local sempre:={}
  local limpa:={}
  IF rlock()
    RETURN (.T.)
  ENDIF
  sempre:=(vezes=0)

```

```

  central("Atencao !!!;Outro usuario da Rede bloqueou Este Registro;";
    +"Sera tentado o acesso por mais Algum tempo;";
    +"Ou ate que voce interrompa","W+/R+",@limpa,,600,)
  DO WHILE (sempre .or. vezes > 0) .and. lastkey() <> 27
    if rlock()
      central(" ; ; ; ","W+/RB",@limpa,,0,.5)
      return (.T.)
    endif
    inkey(1)
    vezes--
  ENDDO
  central(" ; ; ; ","W/N",@limpa,,0,.5)
  return .F.

```

```

FUNCTION BLOQARQ(texto,vezes)

```

```

  local pos,i,sempre
  local vetor:={}
  local limpa:={}
  texto:=alltrim(texto)+";"
  pos:=at(";",texto)
  do while pos !=0
    aadd(vetor,NIL)
    afill(vetor,left(texto,pos-1),len(vetor),1)
    texto:=right(texto,len(texto)-pos)
    pos=at(";",texto)
  enddo
  sempre:=(vezes=0)
  for i:=1 to len(vetor)
    pos=.f.
    if select(vetor[i]) != 0
      select(vetor[i])
      IF FLOCK()
        pos=.t.
        loop
      endif
      central("Atencao !!!;Nao foi bloqueado o arquivo;O sistema continuara tentado por
        mais Algum tempo;";
        +"Ou ate que voce interrompa","W/N",@limpa,,600,)
    endif
  endfor

```

```

DO WHILE (sempre .or. vezes > 0) .and. lastkey() <> 27
  if Flock()
    central(" ; ; ; ", "W/N", @limpa,,0,.5)
    pos:=.t.
    exit
  endif
  inkey(1)
  vezes--
ENDDO
endif
if !pos
  exit
endif
next
central(" ; ; ; ", "W+/RB", @limpa,,0,.5)
return pos

FUNCTION ADIREG(vezes)
local sempre
local limpa:={}
APPEND BLANK
IF !NETERR()
  RETURN (.T.)
ENDIF
sempre:=(vezes=0)

central("Atencao !!!;Problemas no acesso;O sistema continuara tentado por mais
Algun tempo;";
      +"Ou ate que voce interrompa", "W+/R+", @limpa,,600,)
DO WHILE (sempre .or. vezes > 0) .and. lastkey() <> 27
  APPEND BLANK
  if !NETERR()
    central(" ; ; ; ", "W+/RB", @limpa,,0,.5)
    return (.T.)
  endif
  inkey(1)
  vezes--
ENDDO
central(" ; ; ; ", "W+/RB", @limpa,,0,.5)
return .F.

function conteudo(contem)
return &contem.

*****
local limpa1:={}
local limpa:={}
local ler:={}
local vetsay:={"Preenchimento de Tabela",;
              " " .
              " "
              "Nun. da Tabela a Criar",;
              "Num. de Pontos"}
local vetpic:={,,"999", "99"}
local vetval:={,,"vetget[4] > 0'}

```

```

**local vetval:={,,'vetget[3] > 0 .and. ACHA(VETGET[3],"PONTO",1,.T.,texto)',vetget[4]
> 0'}
texto:="Tabela J Existe"
vetget:={,0,0}

do while .t.
  ler:={f.,f.,t.,.T.}

LER_PRM(06,12,22,77,"NW,W/N,,NW",PROCNAME(),@LIMPA,@VETSAY,@VETG
ET,@VETPIC,@VETVAL,@ler)
  IF LASTKEY()=27
    LER_PRM(00,00,00,00,,PROCNAME(),@LIMPA,@vetsay)
    RETURN
  ENDIF
  select ponto
  SET ORDER TO 2
  for i=1 to vetget[4]
    SEEK STR(vetget[3])+strzero(i,3)
    IF !FOUND() .and. adireg(10)
      vtabela:=vetget[3]
      vpontos:=strzero(i,3)
      veixo:="N"
      vdiag:="N"
      grava()
    endif
  next
  SELECT DISTANCI
  set order to 2

  for i=1 to vetget[4]
    for j=i+1 to vetget[4]
      SEEK STR(vetget[3])+strzero(i,3)+strzero(j,3)
      if !found() .and. adireg(10)
        vtabela:=vetget[3]
        vpontos:=strzero(i,3)+strzero(j,3)
        vdistan:=0
        grava()
      endif
    next
  next
enddo

```