MARIA DO CARMO AMORIM DA SILVA

**AVALIAÇÃO DA TEXTURA E DA MICROESTRUTURA DE DEFORMAÇÃO DE
UM AÇO ELÉTRICO GNO COM 1,25% DE Si LAMINADO A FRIO**

Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para obtenção
do título de Doutor em Engenharia.

SÃO PAULO

2007

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

FICHA CATALOGRÁFICA

Silva, Maria do Carmo Amorim da

Avaliação da textura e da microestrutura de deformação de um aço elétrico GNO com 1,25% de Si laminado a frio/M.C.A da Silva.—Edição Revisada—São Paulo, 2007.

210 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1. Aço elétrico GNO 2. Deformação a frio 3. Textura 4. EBSD 5. Fragmentação de grãos I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

MARIA DO CARMO AMORIM DA SILVA

**AVALIAÇÃO DA TEXTURA E DA MICROESTRUTURA DE DEFORMAÇÃO DE
UM AÇO ELÉTRICO GNO COM 1,25% DE Si LAMINADO A FRIO**

Tese apresentada à Escola Politécnica
da Universidade de São Paulo para
obtenção do título de Doutor em
Engenharia.

Área de concentração:
Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Orientador:
Prof. Titular
Dr. Ivan Gilberto Sandoval Falleiros

SÃO PAULO

2007

***Se enxerguei mais longe foi porque me
apoiei em ombros de gigantes.***

(autor desconhecido)

DEDICATÓRIA

A minha família: Meus pais que sonharam e lutaram junto comigo em todos os instantes. Meus seis irmãos, verdadeiros sobreviventes do sertão nordestino, que me proporcionaram uma infância muito feliz e me ensinaram o sentido de família.

Aos meus sobrinhos lindos.

Ao meu amor, Chico, a quem expresso a minha admiração e agradecimento por acreditar em mim e estar sempre ao meu lado. Utilizo-me da sabedoria do Tom Jobim para dizer-te: “Ao encontrar você eu conheci, o que é felicidade meu amor”.

AGRADECIMENTOS

Este trabalho deve muito a algumas pessoas e instituições, por diferentes razões e eu gostaria de agradecer especialmente:

À Deus, por me oferecer tantas graças e ser tão bondoso comigo. Em todos os momentos a fé em Deus foi meu maior suporte.

Ao CNPq pela bolsa e pelo auxílio financeiro para a realização deste trabalho.

Ao Dr. Ivan Gilberto Sandoval Falleiros, o meu orientador, por ter me ensinado a pensar como pesquisadora e por ter me dado a oportunidade de estudar na Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Pela compreensão silenciosa dos momentos difíceis pelos quais passei permitindo que meu tempo interno fluísse, respeitosamente. Agradeço também a confiança e o aprendizado.

À Dra. Neusa Alonso-Falleiros pela amizade e pela acolhida em seu laboratório.

Ao Dr. Fernando J.G. Landgraf, por ter me brindado a inesquecível oportunidade de trabalhar com o Professor Roger Doherty, na Universidade de Drexel, USA e pelas excelentes sugestões apresentadas nesta pesquisa. Agradeço também pela confiança e, sobretudo pela amizade e apoio moral.

À Judith Doherty e ao seu esposo Professor Roger Doherty da universidade de Drexel USA, pelas sugestões e por ter me acolhido em sua casa durante a minha estada na Philadelphia.

Ao amigo Dejan Stajakovic, da universidade de Drexel, pela cooperação e amizade.

Ao Marcos Flávio de Campos, por partilhar comigo toda a produção da tese, sempre com ânimo. Pela amizade e pelos exaustivos momentos de pura produção científica.

Ao professor Leo Kestens pelas sugestões e cooperação.

Ao Professor Nelson Batista de lima pelas excelentes sugestões na banca de qualificação e pela amizade.

Aos Professores do PMT, em especial ao professor Dr. André Paulo Tschipschin (deve ser assim que se escreve) e ao Prof. Dr. Hélio Goldenstein, pelas sugestões e pelos momentos de descontração no laboratório.

Aos meus colegas de pós Graduação: Carlos Augusto Serna Giraldo, Claudia Patrícia Ossa Orozco, Mário Fernando Gonzáles Ramires, Leonardo Villabon, Abel André Cândido Recco, Carlos Mário Garzón, Clara Inês Herrera, Hector

Velásquez, Ana Maria Arteaga Vasquez, Fábio Fabosi, Dairo Mesa, Wanderson Santana, Giba, Josiani Riani, Gustavo Patiño e tantos outros que foram tão importantes durante estes cinco anos de trabalho, pelo convívio e pelas horas gastas sob a desculpa de um café, mas que na realidade era uma parada para se deleitar na verdadeira filosofia do besteiro.

Ao pessoal do departamento de Metalurgia e Materiais Ivo de Macedo Gomes, Vinícius Freire, Clarice Terui Kunioshi, Regina, Rubens e em especial ao Cláudio Roberto dos santos e Antônio Lívio da Silva Nunes.

Ao pessoal da biblioteca Clélia de Loudes Lara Merguerditchian e ao Gilberto Martins pela ajuda na procura de informação e pela boa conversa.

À Ana Cristina Ribeiro Veloso, minha querida amiga e confidente paraibana que compartilhou junto comigo momentos de muita alegria e também de muita angústia. Obrigada pelo carinho.

Aos meus amigos da velha guarda de Campina Grande, por manter uma amizade forte apesar da distância, e pelo exercício da cultura popular paraibana através de repentes, poesia, piadas e muita filosofia sempre regada à cerveja gelada, quando nos reunimos durante as férias de frente ao açude velho. Um abraço especial ao Francinaldo de Freitas, Paulo (bode) de Tarso e Agostinho Nunes da Costa Lira.

As minhas companheiras de apartamento: Maria Nogueira, Lucieth, Mônica D'amelio e Tânia Cristina.

A minha família na Paraíba. Vocês não têm idéia da saudade que eu senti durante todo esse tempo e agradeço pela força para terminar meu doutorado.

Um agradecimento especial à amiga Diana Maria López Uchoa. Sempre presente nos meus melhores momentos durante o doutorado, nas viagens inesquecíveis. Mas imprescindível, quando eu mais precisei: Por me escutar nos momentos de tristeza e de enfermidade, nos momentos de solidão e angústia. E também por sua participação na tese.

A todos Vocês vale as sabias palavras do Vinícius:

“Eu poderia suportar, embora não sem dor, que tivessem morrido todos os meus amores, mas enlouqueceria se morressem todos os meus amigos! Até mesmo aqueles que não percebem o quanto são meus amigos e o quanto minha vida depende de suas existências...”

A alguns deles não procuro, basta-me saber que eles existem. Esta mera condição me encoraja a seguir em frente pela vida. Mas, porque não os procuro com assiduidade, não posso lhes dizer o quanto gosto deles. Eles não iriam acreditar. Muitos deles estão lendo esta crônica e não sabem que estão incluídos na sagrada relação de meus amigos. Mas é delicioso que eu saiba e sinta que os adoro, embora não declare”

ÍNDICE

Lista de Tabelas

Lista de Figuras

Lista de Símbolos

Lista de Símbolos-Textura

Resumo

Abstract

1	INTRODUÇÃO.....	1
1.2	JUSTIFICATIVA.....	4
1.3	OBJETIVO GERAL.....	5
1.3.1	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	5
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	7
2.1	Aços elétricos (Aços ao silício).....	7
2.1.1	A textura ideal para os aços elétricos GNO.....	10
2.1.2	Fatores que afetam as propriedades magnéticas.....	12
2.2	Deformação plástica.....	13
2.2.1	Encruamento.....	14
2.2.2	Planos e direções de escorregamento.....	16
2.2.3	Tensão de cisalhamento crítica projetada para escorregamento	18
2.2.4	Rotação do reticulado com escorregamento simples.....	22
2.2.5	Heterogeneidades de deformação.....	25
2.2.6	Fragmentação de grãos.....	28
2.3	Textura Cristalográfica.....	32
2.3.1	Textura de deformação.....	36

2.3.2	Textura de Recristalização.....	42
2.3.3	Métodos de representação de textura.....	44
2.3.3.1	Difração de raios-X.....	45
2.3.3.2	Difratograma.....	45
2.3.3.3	Figura de pólo.....	46
2.3.3.4	Figura de polo inversa.....	47
2.3.3.5	Função distribuição de orientação (ODF).....	48
2.3.4	Difração de Elétrons retroespalhados (EBSD).....	52
2.3.4.1	Obtenção dos dados de textura.....	55
2.3.4.2	Microscopia por imagem de orientação (OIM).....	56
3	Materiais e métodos.....	58
3.1	Material.....	58
3.2	Laminação.....	58
3.3	Preparação metalográfica.....	59
3.3.1	Metalografia e análise de textura.....	59
3.3.2	Preparação metalográfica para acompanhamento de textura na mesma área.....	61
3.4	Microscopia.....	62
3.4.1	Microscopia Óptica.....	62
3.4.2	Microscopia Eletrônica de Varredura.....	62
3.4.3	Difração de elétrons retroespalhados (EBSD).....	63
3.4.3.1	Mapas de EBSD.....	64
3.4.3.2	Qualidade de Imagem (IQ).....	67
3.4.3.3	Mapa de auto-grão.....	69
3.4.3.4	Perfil de diferença de orientação.....	70

3.4.3.5	Espalhamento de orientações.....	72
3.5	Medidas de tamanho de grão.....	72
3.5.1	Medidas de tamanho de grão pela norma ASTM E-112	72
3.5.2	Medidas de tamanho de grão pelo software TSL®	73
3.6	Medidas de Micro- durezas.....	73
3.7	Medidas de Nano-dureza.....	74
3.8	Microscopia de força atômica.....	74
4	Resultados e discussão.....	76
4.1	Análise metalográfica.....	76
4.2	Medidas de Microdurezas.....	85
4.3	Medidas de Nanodurezas.....	86
4.4	Avaliação pelos mapas de qualidade de imagem (IQ).....	87
4.5	Avaliação superficial por microscopia de força atômica.....	106
4.6	Avaliação de textura de deformação por EBSD.....	107
4.7	Característica microestrutural observado por OIM.....	116
4.8	Evolução da textura e da microestrutura em função da deformação.....	118
4.9	Fragmentação de grãos.....	131
4.10	Medidas de tamanho de grão.....	136
4.11	Espalhamentos de orientações.....	138
4.12	Perfis de diferença de orientação.....	141
5	Conclusões.....	145
6	Referências Bibliográficas.....	149
Apêndice A	Mapas de EBSD e mapas de auto-grão de 0 a 90% de deformação por laminação a frio.....	161

Apêndice B	Identificação da orientação de cada grão individual com relação ao grau de deformação do ábaco da figura 4.24.....	166
Apêndice C	Grãos individuais do ábaco da figura 4.24 e suas respectivas ODF's.....	168

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1	Cristalografia do escorregamento em metais cúbicos....	17
Tabela 2.2	Diferentes nomenclaturas para as estruturas 1 e 2 apresentadas na figura 2.10 [Landgraf et al., 2001].....	26
Tabela 2.3	Componentes de textura típica dos metais CCC laminados (Viana,2003).....	37
Tabela 3.1	Composição química do aço. A diferença corresponde ao teor de ferro.....	58
Tabela 4.3	Medidas de nanodurezas Vickers em grãos com e sem bandas de cisalhamento intra-granular de um aço elétrico deformado com 40% de deformação por laminação a frio.....	87
Tabela Apêndice B	Identificação da orientação de cada grão individual com relação ao grau de deformação.....	166

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1	Representação da textura GOSS numa chapa.....	9
Figura 2.2	Curvas de magnetização para um monocristal de ferro (Cullity, 1972).....	11
Figura 2.3	Desenho esquemático de uma textura $\{100\}<001>$	12
Figura 2.4	Movimento de planos cristalográficos [Barrett, 1952].....	16
Figura 2.5	Relações geométricas entre o eixo de tração, plano de escorregamento e direção de escorregamento usadas para calcular a tensão de cisalhamento projetada para um monocristal.....	19
Figura 2.6	Encruamento em alumínio em amostras comprimidas (+) e amostras tracionadas (o) (Taylor, 1938).....	22
Figura 2.7	Deformação de um cristal por escorregamento sem restrição [Barrett, 1952].....	23
Figura 2.8	Rotação e dobramento em um monocristal alongado em uma máquina de teste. Rotação homogênea da região abaixo do pescoço termina por escorregar para dobrar a região perto das garras. A direção de escorregamento se aproxima do eixo de tração [Barrett, 1952].....	23
Figura 2.9	Rotação homogênea do reticulado por compressão. A rotação ocorre ao redor do eixo Ar. O plano de escorregamento se aproxima do plano de compressão [Barrett, 1952].....	23
Figura 2.10	Subestruturas formadas durante deformação plástica de aço [Gorelik, 1981]. (1 – banda de deformação, 2 – microbandas, 3 – regiões de contorno de grão, 4 – regiões em torno de inclusão).....	26
Figura 2.11	Representação esquemática da fragmentação de grãos. Diferentes condições de deslizamento dividem o grão à esquerda em vários blocos. Durante a deformação, blocos sofrem rotações diferentes, gerando contornos de discordâncias entre eles no grão à direita, apesar de uma estrutura celular aparentemente uniforme. (Kestenback-2003)...	30
Figura 2.12	Subestrutura de um grão de uma chapa de Fe-Si laminada a 45%. Imagem obtida por EBSD, com cores representando diferença de aproximadamente 10 graus em relação à região vizinha.....	31

Figura 2.13	Chapa com orientação dos cristais ao acaso (Viana 2003).....	33
Figura 2.14	Textura {001}<110> em chapa. Reed-Hill(1973).....	34
Figura 2.15	Diagrama esquemático ilustrando as relações entre macrotextura, microtextura e mesotextura. Randle & Engler (2000).....	36
Figura 2.16	Função distribuição de orientação mostrando uma forte componente de fibras α e γ de uma liga Fe-Si com 90% de deformação. Cortes em $\varphi_2=45^\circ$ a) 0° e b) 45°	37
Figura 2.17	Mapas de coeficiente de Taylor para materiais CCC [Ray et al., 1994]. a) Seção $\varphi_2 = 45^\circ$. b) Seção $\varphi_2 = 0$. Notação de Bunge....	40
Figura 2.18	Componentes de laminação e recristalização em materiais. Kesten et al (1996).....	44
Figura 2.19	Projeção estereográfica mostrando a distribuição de pólos de um plano cristalino (TSL [®] Software).....	46
Figura 2.20	Figura de polo (110) incompleta. B) Figura de polo (110) completa apresentada em (a).....	47
Figura 2.21	Figura de polo inversa típica b) Projeção padrão do sistema cúbico (viana, 2001).....	48
Figura 2.22	Definição dos ângulos de Euler (φ_1 , Φ , φ_2) conforme notação de Bunge (Bunge 1969).....	49
Figura 2.23	Comparação entre ODFs desenhadas segundo as notações de Bunge e de Roe [Ray et al., 1994]. Figura 2.23a Alguns componentes de textura, no corte $\Phi=45^\circ$ (notação de Roe). Figura 2.23b Componentes de textura, no corte $\varphi_2=45^\circ$ (notação de Bunge). 2.23c Uma ODF representada segundo a notação de Roe (corte $\Phi=45^\circ$). Figura 2.23d A mesma ODF da figura 2.23c, desenhada seguindo a notação de Bunge (corte $\varphi_2=45^\circ$).....	50
Figura 2.24	Corte $\varphi_2=45$ Apontando as principais texturas de um aço.....	51
Figura 2.25	Localização dos diferentes componentes de textura para os cortes $\varphi_2=0^\circ$ (a) e $\varphi_2=45^\circ$ (b) notação de Bunge (1965) apud Campos (2002).....	52
Figura 2.26	Arranjo experimental normalmente utilizado para análises de EBSD.....	53

Figura 2.27	Representação esquemática da geometria do sistema de difração de elétrons retroespalhados (EBSD).....	54
Figura 2.28	Representação esquemática do processamento de sinal detectado pelo equipamento de EBSD a) padrões de Kikuchi b) Transformada de Hough c) Bandas detectadas, d) padrões indexados e) orientação cristalográfica.....	54
Figura 2.29	a) Representação esquemática de uma varredura de ebsd, b) ODF correspondente, C) Figura de pólo correspondente.....	56
Figura 2.30	(a) mapa de orientação de uma liga Fe-Si recristalizada (b) Triângulo unitário de referência das cores utilizadas.....	57
Figura 3.1	Desenho esquemático ilustrando as superfícies analisadas.....	60
Figura 3.2	Microdureza Vickers utilizada para demarcar uma área. Foto obtida por MEV.....	61
Figura 3.3	Gráfico do índice de confiança de uma amostra cfc (TSL® Software).....	65
Figura 3.4	Desenho esquemático da correlação de pontos não indexados ou indexados com índices muito baixo com os seus vizinhos mais próximos (TSL® Software).....	66
Figura 3.5	Mapa de índice de qualidade (IQ) (TSL® Software).....	68
Figura 3.6	Mapa de Auto-grão. a) Mapa de EBSD, cada cor representa uma orientação. B) Mapa de autogrão. Cada cor representa um grão	70
Figura 3.7	a) mapa de EBSD com linha teste b) Perfil de diferença de orientação referente à linha teste.....	71
Figura 3.8	Código de cores para a interpretação das imagens de espalhamento de orientações. (TSL/OIM analysis).....	72
Figura 4.1	Microestrutura ferrítica da liga Fe-Si no estado como recebido plano normal à direção de laminação. Ataque metalográfico: Nital 3%.....	76
Figura 4.2	Microscopia óptica. Amostras a, c, e g e i correspondem à seção longitudinal. As amostras b, d, f, h e j correspondem à seção transversal.....	82
Figura 4.3	Linhas de deformação para a liga FeSi laminada a 70% de deformação. Seção transversal.....	83

Figura 4.4	Microscopia eletrônica de varredura (seção longitudinal) para uma amostra de Fe-Si laminada a frio com 70% de deformação apresentando diferença microestrutural grão a grão.....	84
Figura 4.5	Encruamento versus porcentagem de laminação a frio de Fe-1,25%Si.....	85
Figura 4.6	Medidas de nanodureza Vickers em grãos com bandas de cisalhamento e sem bandas de cisalhamento em aço elétrico com 1,25% Si com 40% de laminação a frio.....	86
Figura 4.7	a) Mapa de EBSD/OIM para amostra de aço elétrico com 1,25% de si sem deformação, b) Mapa de qualidade de imagem com auto-contorno obtida a partir de mapa de EBSD/OIM da figura 4.7a, c) Dados relativo ao mapa de IQ da figura 4.7b.....	89
Figura 4.8	(a) Mapa de EBSD/OIM para amostra de aço elétrico com 1,25% de si com 10% de deformação a frio, medida na espessura. (b) Mapa de qualidade de imagem obtida a partir de mapa de EBSD/OIM da figura 4.8a.....	90
Figura 4.9	a) Mapa de qualidade de Imagem(IQ) para uma chapa de Fe-1,25%Si laminada a frio com 10% de redução na espessura. B) Dados da escala de cores do mapa da figura 4.9 a)	91
Figura 4.10	(a) Mapa de EBSD/OIM para amostra de aço elétrico com 1,25% de si com 30% de deformação a frio medida na espessura. (b) Mapa de qualidade de imagem obtida a partir de mapa de EBSD/OIM da figura 4.10a (C) Dados relativos ao mapa de IQ da figura 4.10(b).....	93
Figura 4.11	a) Mapa EBSD/OIM para 50% de deformação, b) mapa de qualidade de imagem da figura 4.11(a), c) ODF do mapa de EBSD/OIM Completa para 50% de deformação, d) Mapa de auto contorno para mapa da figura 4.11(a), e) Grãos destacados do mapa de auto-contorno da figura 4.11d), f) ODF para os grãos destacados.....	95
Figura 4.12	(a) Mapa de EBSD/OIM, (b) Mapa de qualidade de imagem, (c) mapa de auto-contorno, (d) mapa de grãos “destacados”, (e) Dados do mapa de qualidade de imagem. Para um aço elétrico 1,25% Si com 60% de laminação a frio.....	97
Figura 4.13	(a) Mapa de EBSD/OIM, (b) Mapa de qualidade de imagem, (c) mapa de auto contorno, (d) mapa de grãos “destacados”, (e)	

	Dados do mapa de qualidade de imagem. Para um aço elétrico 1,25% Si com 70% de laminação a frio.....	98
Figura 4.14	a) Mapa de EBSD/OIM, (b) Mapa de qualidade de imagem, (c) mapa de auto contorno, (d) mapa de grãos “destacado”, (e) Dados do mapa de qualidade de imagem. Para um aço elétrico 1,25% Si com 80% de laminação a frio.....	99
Figura 4.15	(a), (c) e (e) ODFs referentes a OIM completa das amostras de aço elétrico com 1,25% de Si com 60, 70 e 80% de deformação respectivamente. (b), (d) e (f) ODFs referentes aos grãos “destacados” destas mesmas amostras.....	101
Figura 4.16	Mapas de EBSD para aço elétrico com 60% de deformação (seção longitudinal); b) mapa de IQ figura 4.16 (a)	103
Figura 4.17	Mapa de EBSD para aço elétrico com 60% de deformação a) para grãos com alto índice de qualidade; b) Perfil de diferença de orientação para a linha teste em 4.16 a ; c) mapa de alto grão com linha teste em grão com baixo índice de qualidade; d) perfil de diferença de orientação para a linha da figura 4.16c.....	103
Figura 4.18	Medida de textura. a) mapa de EBSD/OIM para grãos com alto índice de qualidade; b) OFD relativo à figura 4.9a.....	105
Figura 4.19	Microscopia de força atômica. a) do plano da amostra de aço elétrico b) Perfil de rugosidade para a linha traçada na figura 4.18 a; c) Vista em três dimensões para a figura 4.18 a; d) escala de rugosidade.....	106
Figura 4.20	Função distribuição de orientação (ODF'S) para as seções paralelas ao plano de laminação e suas respectivas linhas de intensidades.....	108
Figura 4.21	Função distribuição de orientação (ODF'S) para as seções longitudinal em relação ao plano de laminação e suas respectivas linhas de intensidades.....	111
Figura 4.22	Função distribuição de orientação (ODF'S) para as seções transversais ao plano de laminação e suas respectivas linhas de intensidades.....	113
Figura 4.23	Grão de uma amostra de Fe-Si Com 45% de deformação a frio. As setas indicam linha de cisalhamento intragranular.....	117
Figura 4.24	Mapas de EBSD/OIM de uma amostra de Fe-Si laminada na espessura à: a) 10 b) 20 c) 45 e d) 55% de deformação.....	119

Figura 4.25	Mapa de EBSD com 10% de deformação para uma área previamente demarcada com microindentações.....	121
Figura 4.26	ODFs para a área demarcada por microindentações a)10%, b) 20%, c)45% e d)55% de deformação.....	122
Figura 4.27	Rotação do grão 6 do ábaco da figura 5.16 a)10%, b)20%, c)45%, d)55%.....	124
Figura 4.28	Representação esquemática das ODFs referentes aos 38 grãos do ábaco da figura 4.24 sendo a) grãos pertencentes ao grupo 1; b) Grãos pertencentes ao grupo 2; c) Grãos pertencentes ao grupo 3 e d) grãos pertencentes ao grupo 4.....	126
Figura 4.29	Subestrutura de uma amostra de Fe-Si com 45% de deformação. Contornos pretos representam contornos de alto ângulo > que 15°. Linhas vermelhas representam os contorno de baixo ângulo entre 2 e 10.....	132
Figura 4.30	Representação da orientação cristalográfica dentro de um mesmo grão a-d) grão 1, a-f) grão 26 do ábaco da figura 4.26....	134
Figura 4.31	Medidas de tamanho de grão. a) Segundo a norma ASTM E-112; b) Medidas de tamanho de grão segundo o software da TSL OIM/analysis.....	136
Figura 4.32	Medidas de espalhamento de orientação.....	139
Figura 4.33	a) Figura de pólo representando um grão pertencente a fibra γ com orientação (111)<1-12> b) Espalhamento de orientação representado na figura de pólo para o grão com a orientação da figura a); c) Figura de pólo representando um grão pertencente a fibra α e γ com orientação (111)<1-10> d) Espalhamento de orientação representado na figura de pólo para o grão com a orientação da figura c).....	141
Figura 4.33	Perfis de diferença de orientação obtidos da seção longitudinal da amostra.....	142

LISTA DE ABREVIATURAS

CNPq	Conselho Nacional de Pesquisa
FAPESP	Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo
USP	Universidade de São Paulo
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas
GNO	Aço elétrico grão não-orientado
GO	Aço elétrico grão-orientado
DL	Direção de Laminação (em inglês: RD “Rolling direction”)
DT	Transversal a direção de laminação (em inglês TD “Transverse direction”)
DN	Direção normal a direção de laminação (em inglês ND, ou “Normal direction”)
CCC	Estrutura cúbica de corpo centrado
CFC	Estrutura cúbica de face centrada
BQ	Bobina a quente
ODF	(“Orientation distribution function”) ou função distribuição de orientações
MET	Microscópio eletrônico de transmissão
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
MFA	Microscópio de força atômica
EBSD	(“Electron back scattering diffraction”) difração de elétrons retroespalhados
EDE	Energia de defeito de empilhamento
FC	“Full constraint model” (modelo de restrição total)
RC	“Relaxed constraint model” (modelo com relaxamento de restrição)
IF	(“Interstitial-free”) aços livres de intersticiais

LISTA DE SÍMBOLOS

α	Fe de estrutura CCC, ou ferrita.
γ	Fe de estrutura CFC, ou austenita.
hkl	Índices de Miller
(hkl)	Plano hkl
$\{hkl\}$	Família de planos hkl
$[uvw]$	Direção uvw
$\langle uvw \rangle$	Família de direções uvw
H	Campo Magnético (A/M)
J	Polarização Magnética
B	Indução Magnética
B_{max}	Indução magnética máxima
μ	Permeabilidade
μ_0	Permeabilidade no vácuo
μ_{max}	Permeabilidade máxima
μ_i	Permeabilidade inicial
μ_r	Permeabilidade relativa
H_C	Coercividade (A/M)
ρ	Resistividade elétrica ($\mu\Omega/ m$)
T	Temperatura ($^{\circ}C$)
μ_{15}	(Permeabilidade a 1,5T)
B_{50}	(B para H aplicado de 5000 A M)
E	Energia (J/ m^3)
E_A	Energia de anisotropia (J/m^3)
TG	Tamanho (médio) de grão
ε	deformação
HV	Dureza Vickers
d	Densidade (Kg/ m^3)
f	Frequência (HZ)
P_t	Perdas totais
P_h	Perdas histeréticas
P_t	Perdas Totais (w /kg)
P_p	Perdas parasíticas
P_a	Perdas anômalas
I	corrente
μm	Microns (10^{-6})

LISTA DE SÍMBOLOS-TEXTURA

λ	Comprimento de onda
θ	Ângulo de Bragg
ψ	Ângulo de inclinação
ϕ	Ângulo azimutal
d_p	Distância interplanar
$E_{(hkl)}$	Energia (de deformação) armazenada no plano hkl
M	Coefficiente de Taylor
σ	Tensão aplicada
ε	Deformação verdadeira ou real
n	Número de sistemas de escorregamento
T_c^s	Tensão de cisalhamento crítica para escorregamento ou CRSS ("Critical resolved shear stress") no sistema S
P_d	Densidade de discordâncias
θ_{sb}	Ângulo de subcontornos
b	Vetor de burgers
g	Uma orientação (hkl)[uvw] ou $\{\varphi_1, \varphi_2\}$
$(\psi, \theta,)$	Ângulos de Euler
C_i^v	Coefficientes da ODF
Fibra α	Faixa de textura ao longo da orientação $\{100\}<011>$, representado na ODF.
Fibra γ	Faixa de textura ao longo da orientação $\{100\}<011>$, representado na ODF.

RESUMO

Os aços elétricos apresentam uma enorme relevância para o mundo moderno, pois estão presentes na maioria das máquinas e aparelhos que funcionam a partir de energia elétrica. Existem duas classes de aços elétricos: Os aços elétricos de grão orientado (GO) e os aços elétricos de grão-não-orientado (GNO). Aços elétricos GNO são utilizados em motores elétricos. O rendimento energético dessas máquinas depende da permeabilidade e das perdas magnéticas. Durante a laminação a frio as propriedades magnéticas dos aços se modificam em consequência de mudanças estruturais e de textura que acompanham a deformação plástica. A evolução da textura e da microestrutura de deformação do aço elétrico de grão não orientado com 1,25% Si é descrita para graus de deformação entre 10 e 90%. A principal técnica de caracterização empregada foi à difração de elétrons retroespalhados (EBSD), acoplado ao microscópio eletrônico de varredura, que se mostrou bastante eficaz na caracterização da textura e da microestrutura de deformação, mesmo para altas taxas de deformação por laminação a frio. Uma mesma área selecionada também foi analisada, grão a grão, pela técnica de EBSD com vários graus de deformação. A distribuição de deformação na microestrutura em função do nível de deformação foi analisada qualitativamente. Regiões dos contornos de grãos apresentam altos níveis de deformação devido a suas altas densidades de discordâncias. Os grãos não rotacionam uniformemente quando submetidos à deformação. Subestruturas de deformação caracterizadas pela heterogeneidade de cores dentro dos grãos

mostram a fragmentação do grão como resultado da operação de diferentes sistemas de deslizamento. Avaliou-se que possíveis efeitos da vizinhança não foram significativos e que orientação inicial do grão pode ser determinante na escolha da trajetória de rotação durante a deformação.

ABSTRACT

Electric steels are used in most of the machine and equipment using electrical energy. There are two classes of electric steels: Oriented grain electric steel (GO) and non-oriented electric steels (GNO). GNO electric steels are utilized in electrical motors. The energetic yield of these machines depends on magnetic permeability of the steels. This is a consequence of structural and textural changes which results from plastic deformation during manufacturing. Deformation texture and microstructure evolution for Fe-1,25% Si non oriented grain electric steel is presented for deformation levels between 10 and 90%. The main characterization technique utilized was Electron Backscattering Diffraction (EBSD) in a Scanning Electron Microscopy (SEM) which was very efficient in the characterization of deformation microstructure and texture, even for high deformation levels in cold rolling. A selected area was also analyzed, observing individual grains, by EBSD technique with different deformation levels. Grain boundaries show high deformation level due to these high deformation densities. Grains do not rotate uniformly when deformed. Deformation substructures characterized as different colors inside the grains show grain fragmentation due to the activation of different slip system. Possible neighborhood effects were evaluated, but they seemed to be not significant and the initial grain orientation was the main ground for the choice of the rotation trajectory during deformation.

1- Introdução

Este trabalho é parte de um subprojeto denominado “*Controle de textura nos aços elétricos*” que por sua vez, faz parte de uma linha de pesquisa conduzida dentro de um projeto temático denominado “*Otimização da microestrutura, da microtextura e da mesotextura de materiais ferrosos avançados*” (Processo FAPESP 99/10796-8). O Objetivo geral da linha de pesquisa é contribuir no aperfeiçoamento dos aços elétricos produzidos no Brasil.

Aços para fins eletromagnéticos ou aços elétricos são materiais de grande relevância para a indústria mundial. No Brasil, 300.000 t de aços elétricos foram consumidas no Brasil em 1999 (Landgraf-2001).

Existem duas grandes famílias de aços para fins elétricos: os aços de grão orientado (GO) e os de grão não orientado (GNO). O principal uso dos aços de grãos orientados é em transformadores. São aços com percentual de silício a partir de 3%, produzidos de maneira a induzir uma forte textura cristalográfica do tipo $\{110\}<001>$. Nesta condição, suas propriedades magnéticas são excelentes em apenas uma direção. Nos transformadores, que são máquinas estáticas, o circuito magnético pode ser montado alinhando o fluxo magnético na direção de melhor propriedade magnética (direção longitudinal da chapa).

Neste trabalho serão discutidos os aços elétricos grão-não-orientados, utilizados em motores elétricos. O rendimento energético dessas máquinas elétricas depende da permeabilidade magnética e das “perdas magnéticas.”

A textura cristalográfica do aço elétrico de grão-não-orientado após o recozimento final irá influenciar nas propriedades de permeabilidade e perdas magnéticas. Existe uma textura cristalográfica teórica ideal que geraria maior permeabilidade e menores perdas magnéticas. Essa textura cristalográfica é a $\{100\}\langle 0vw \rangle$, ou seja, todos os grãos com o plano (100) paralelo à superfície da chapa e a direção [001] distribuída aleatoriamente em todas as direções no plano da chapa. A vantagem desta textura se deve ao fato de que os eixos [100] são os eixos de fácil magnetização no ferro α . Estes eixos devem estar distribuídos aleatoriamente paralelos à superfície da chapa, pois, num motor elétrico, o campo é aplicado nesse plano e em todas as direções. O único plano que contém duas direções $\langle 100 \rangle$ é o plano $\{100\}$. Assim define-se a melhor condição, ou seja, textura fibra $\{100\} \langle 0vw \rangle$. A textura final vai depender do processo de manufatura, que em materiais policristalinos frequentemente envolvem deformação plástica.

O estado deformado é caracterizado por acúmulo de discordâncias. Durante a deformação plástica discordâncias são geradas, discordâncias se movem e interagem com estruturas pré-existentes, interage uma com outra e parcialmente se aniquilam ou se acumulam no contorno de grão. Um mecanismo detalhado para o acúmulo de discordâncias nos contornos de grãos ainda não é conhecido (Sevillano 1993)

A deformação plástica de monocristais é determinada primeiramente pela disponibilidade de sistemas de escorregamento. Em agregados policristalinos, contudo, deve ser considerada a distribuição das orientações cristalográficas dos grãos individuais e a necessidade de compatibilizar a deformação de um grão com a deformação da vizinhança (Rajan e Petkie-1998, Hutchinson 1999).

Durante o processo de deformação de metais os grãos mudam a sua orientação em relação a um sistema de coordenadas fixo no produto e tendem a uma orientação preferencial, chamada de textura de deformação. O grau de deformação é importante no desenvolvimento de textura (Hutchinson 1999). A partir de 40% de deformação inicia-se o processo de fragmentação nos aços elétricos laminado a frio (Da Silva et al 2006). Fragmentação de grãos é um termo muito recente na metalurgia e talvez por isso, ainda seja usado com muita cautela pela comunidade científica. Há poucos registros na literatura sobre este assunto e mesmo onde o termo é empregado, poucos autores se arriscam em defini-lo. Kestenbach (2003) define fragmentação como sendo uma subdivisão de cada grão em regiões onde um número reduzido de sistemas (diferentes) de deslizamento opera, causando diferença de rotação para cada região e a formação de paredes de discordâncias entre elas. A deformação plástica produz distribuição heterogênea de deformação (Hansen-1985), como consequência, tem papel na determinação da textura do produto final. As subestruturas de deformação, em especial as heterogeneidades do estado encruado ainda são objetos de pesquisa: Os mecanismos envolvidos e até a nomenclatura não são totalmente estabelecidos.

Os avanços no controle da textura ainda são feitos por métodos essencialmente empíricos (Landgraf et al; 2003). Os conhecimentos científicos sobre os efeitos da

heterogeneidade de deformação ainda são bastante limitados, o que torna um obstáculo nos modelamentos que tentam prever a evolução na textura de recristalização.

Recentes técnicas de caracterização microestrutural têm contribuído no melhor entendimento das microestruturas de deformação. Dentre estas novas técnicas, a técnica de EBSD (“Electron Back Scatter Diffraction”) tem se tornado uma importante ferramenta na caracterização de grãos individuais. A técnica de EBSD veio suprir a lacuna entre a técnica de difração de raios-X e a microscopia eletrônica de transmissão (MET). Através do EBSD é possível conhecer a “microtextura” população de orientações individuais relacionadas a detalhes da microestrutura e a “mesotextura” textura entre grãos ou geometria dos contornos de grãos.

Este trabalho objetivou-se no entendimento da evolução da microtextura e da textura com o grau de deformação a frio em aço elétrico. Foram caracterizadas textura em aços elétricos GNO com reduções de 10 a 90%. Por meio da técnica de EBSD foi possível mapear uma região específica e observar como rotaciona um grão individual em decorrência da laminação a frio, bem como estudar as heterogeneidades de deformação na escala inter e intragranular.

1.2 Justificativa

Economicamente os números que envolvem o mercado de aços elétricos por si só justificariam qualquer projeto de pesquisa. Os aços para fins elétricos são os materiais magnéticos utilizados em maior volume no país e no mundo. O Brasil tem participação destacada neste mercado, tanto como produtor de aços elétricos

(principalmente Acesita, CSN, Usiminas) como também de motores e equipamentos (por exemplo, Weg, Tecumseh, Embraco, Arno) que utilizam esses aços. Como destacado anteriormente, o Brasil produz anualmente 335.000t (em 1998) de aços para fins elétricos e movimenta milhões de dólares por ano. Encontrar um processo de fabricação, que possibilite aproximar-se da textura cristalográfica teórica ideal, nos aços elétricos grão-não-orientado, que geraria maior permeabilidade e menores perdas magnéticas é o objetivo de vários pesquisadores.

Além disso, caracterizar a microestrutura de deformação é um passo necessário no desenvolvimento de novos materiais e processos.

1.3 Objetivo Geral

Caracterizar a textura de deformação, para altas taxas de laminação a frio por EBSD, inicialmente era um desafio e o grande objetivo do trabalho. A técnica de EBSD tem algumas limitações para altas taxas de deformação, pois qualquer distorção no reticulado cristalino diminui a intensidade das bandas de kikuchi, responsável pela indexação das orientações, diminuindo assim a confiabilidade dos dados. Informações estatisticamente representativas sobre orientação, até recentemente, eram obtidas quase que exclusivamente com o auxílio de difração de Raios-X ou de Nêutrons. Com o avanço do trabalho e a percepção da capacidade da técnica, novos objetivos foram traçados.

1.3.1 Objetivos específicos

- a) Caracterizar a textura de deformação utilizando EBSD para altas taxas de deformação;
- b) Caracterizar cada grão individualmente a cada passe de deformação;
- c) Observar como cada grão, ou conjunto de grãos, se comporta sob deformação por laminação a frio e como a deformação a frio influencia na rotação dos grãos;
- d) Estudar os aspectos da fragmentação de grãos com a deformação por laminação a frio.

2. Revisão bibliográfica

2.1 Aços elétricos (aços ao silício)

Os aços elétricos são materiais de grande importância para a indústria mundial, embora sua produção seja somente 1% do total de aço produzido no mundo (Landgraf, 2001). As aplicações dos aços elétricos devem-se à capacidade de amplificar um campo magnético externamente aplicado. Esta propriedade designada de **permeabilidade magnética** torna viável a utilização do aço elétrico na maioria de máquinas elétricas: motores, geradores, transformadores etc.

No início do Século XX, Hadfield (Catálogo Acesita 2002) e colaboradores estudaram as propriedades eletromagnéticas das ligas Fe-Si e verificaram que a resistividade elétrica da liga aumentava consideravelmente com a presença do silício. Esse aumento na resistividade contribuía para a redução das perdas causadas por correntes parasitas (Catálogo Acesita 2002). A resistividade elétrica (ρ) é uma característica intrínseca dos materiais e equivale ao valor da resistência elétrica entre duas faces opostas de um cubo de dimensões unitárias (Fonseca, 1999). A partir do estudo de Hadfield, iniciou-se o processo de evolução, desenvolvimento e aperfeiçoamento da tecnologia de fabricação e utilização dos aços silício, nisto inclui o percentual de silício utilizado. Este percentual de silício em aços elétricos depende da aplicação, já que a presença do silício tem o inconveniente de encarecer o ferro e torná-lo frágil, sendo este o fato que limita a

percentagem de silício empregada. Nos transformadores, que são máquinas estáticas, usam-se as percentagens mais altas e nos motores e geradores, máquinas rotativas, valores mais baixos.

Há duas classes de aços elétricos:

- Aços ao silício grão orientado (GO)
- Aços ao silício de grão não orientado (GNO)

Os aços GO são aplicados em transformadores, enquanto que os aços GNO são usados em motores elétricos comerciais. A principal diferença entre os aços **GO** e **GNO** está na textura. O aço ao silício **GO** apresenta uma textura pronunciada, cujos cristais apresentam a direção de mais fácil magnetização (direção [001] - aresta do cubo) paralela à direção de laminação e o plano diagonal do cubo (110) paralelo ao plano da chapa, isto é a textura **(110)[001]**, também chamada de **textura Goss** (Fig. 2.1). Esta característica do GO lhe confere excelentes propriedades magnéticas na direção de laminação da chapa e o torna adequado para uso em núcleos estáticos onde o fluxo magnético coincide com a direção de laminação, como no caso dos transformadores (Godec et al. 2001; Landgraf et al. 2001) Por outro lado, muitas aplicações exigem isotropia de propriedades no plano da chapa e para este caso, os aços de grão não orientado são mais adequados, como é o caso dos motores elétricos, que é o principal segmento consumidor de aços elétricos. Neste trabalho vamos nos ater aos aços grão não orientado (GNO).

Figura 2.1 Representação da textura GOSS-(110)[001] numa chapa- (Landgraf-2001a)

Os aços GNO subdividem-se em duas categorias principais: i) totalmente processado e semiprocessado (Landgraf et al. 2001a e 2001b)

Os **aços elétricos semiprocessados** são produzidos sem tratamento térmico para desenvolvimento das propriedades magnéticas finais. Tais propriedades magnéticas são obtidas após um tratamento térmico a ser realizado pelo usuário final. Por outro lado, nos **aços elétricos totalmente processados** as propriedades magnéticas são totalmente desenvolvidas pela usina siderúrgica. Tais aços apresentam algum tipo de revestimento isolante, sendo fornecidos prontos para serem utilizados pelos usuários, sem a necessidade da realização de qualquer tratamento térmico adicional para o desenvolvimento das propriedades magnéticas (Landgraf et al. 2001a).

2.1.1 A textura ideal para os aços elétricos GNO

Dentro de uma chapa, que tem um número imenso de grãos, é possível identificar a orientação de cada grão em relação a um referencial da chapa. Dois bons referenciais espaciais da chapa são: o plano da superfície e a direção de laminação da chapa ou direção do comprimento da bobina. A textura cristalina é descrita em relação a estes referencias. O processo de fabricação das chapas leva a um componente de textura, e como os aços elétricos exibem uma forte anisotropia se considerarmos as propriedades magnéticas, o ideal seria encontrar um processo no qual se obtenha a textura ideal.

É mais fácil magnetizar o ferro na direção $\langle 100 \rangle$ do que em qualquer outra direção, pois o eixo de magnetização espontânea nos cristais de $\text{Fe-}\alpha$ é o $\langle 001 \rangle$. A pior direção de magnetização é a $\langle 111 \rangle$. A figura 2.2 mostra a curva de magnetização para um monocristal de ferro. Nos motores elétricos o campo é aplicado paralelamente à chapa. Portanto, resulta que a condição ideal são grãos com direção $\langle 100 \rangle$ paralela a superfície da chapa. Os únicos planos que contêm duas direções $\langle 100 \rangle$ são da família $\{100\}$

Figura 2.2 Curvas de magnetização para um monocristal de ferro (Cullity, 1972)

A melhor condição para um aço elétrico seria uma chapa isotrópica, ou seja, uma placa em que à medida que o rotor de um motor gire a permeabilidade não varie em função da direção do campo aplicado. Portanto a textura ideal em aços para motores elétricos deverá ter grãos $\{100\}$ paralelos à superfície da chapa, mas com as direções $\langle 100 \rangle$ dos grãos dispostos aleatoriamente. É possível descrever esta textura ideal como sendo a textura fibra $\{100\}\langle 0vw \rangle$. Outra maneira de representar essa textura é a fibra $\langle 100 \rangle // DN$, ou seja, direções $\langle 100 \rangle$ perpendiculares (normais) ao plano que contém a superfície da chapa. Por outro lado, a presença de planos como $\{111\}$ e $\{211\}$ é indesejável nos aços elétricos, pois eles não contêm direções $\langle 100 \rangle$. (Bavay; Verdun, 1993).

A figura 2.3 Mostra um exemplo cuja face $\{100\}$ do cubo é paralela à superfície da chapa e a direção $\langle 100 \rangle$ é paralela à direção de laminação.

Figura 2.3. Desenho esquemático de uma textura $\{100\}\langle 001 \rangle$.

Na figura 2.3 o sistema de coordenadas de referência é o da chapa, ou seja, a direção de laminação da chapa (DL), a direção transversal à direção de laminação (DT) e a direção normal ao plano da chapa (DN). Para o exemplo da componente $\{100\}\langle 100 \rangle$ as direções do sistema de coordenadas do cubo coincidem com as direções do sistema de referência.

2.1.2 Fatores que afetam as propriedades magnéticas

Existem alguns fatores que podem influenciar as propriedades magnéticas dos aços de grão não orientado, tais como: Composição química, espessura final da tira, tamanho de grão final, tensões residuais, textura cristalográfica, precipitados e defeitos superficiais. Ainda que estes fatores estejam mais ou menos correlacionados, este trabalho preocupou-se em se ater ao estudo da

textura cristalográfica, mais especificamente na microestrutura de deformação por laminação a frio.

2.2. Deformação Plástica

Considera-se como deformação plástica a introdução de deformações permanente no material, com as conseqüentes mudanças de forma e de orientação de seus cristais, causadas pela movimentação de discordâncias ou ocorrência de maclas de deformação.

Durante a deformação a frio de metais a maior parte da energia armazenada é perdida na forma de calor, porém uma pequena parte dessa energia (cerca de 2 a 10%) é armazenada na forma de defeitos cristalinos (Hull, Bacon, 1984; Hansen, 1990). Esta energia armazenada é o potencial termodinâmico dos processos subseqüentes como a recuperação e a recristalização.

Durante a deformação plástica a frio a estrutura do metal sofre diversas mudanças. Os cristais dos metais e ligas deformam-se por deslizamentos e maclação e, com isso, transmite a mudança de forma ao cristal.

Segundo Sevillano et al (1981 p.135) a estrutura deformada pode ser considerada de dois níveis: O primeiro nível corresponde às características comumente observadas por microscopia ótica, tais como: contornos de grãos, maclas, segunda fase - e o segundo nível refere-se à presença e distribuições de defeitos do reticulado, isto é o nível tipicamente observado por microscopia eletrônica, às vezes denominada como subestrutura. Além das mudanças estruturais, ocorrem mudanças nas propriedades dos metais deformados, como

por exemplo: aumento de dureza, aumento na resistência mecânica, diminuição na permeabilidade magnética entre outras.

2.2.1 Encruamento

Quando um sólido cristalino é deformado plasticamente, torna-se mais resistente à deformação e uma tensão cada vez maior é necessária para uma deformação adicional. A este mecanismo chamamos de encruamento. O encruamento ocorre em um material cristalino porque esses materiais se deformam plasticamente pelo movimento de discordâncias e estas interagem entre si e com outras imperfeições, o que leva a uma redução na mobilidade média das discordâncias. Em policristais a deformação plástica é inerentemente heterogênea, ou seja, varia de grão para grão e mesmo em um único grão, devido entre outros fatores, à diferença de orientação cristalina e restrição da vizinhança. Esta questão será mais bem detalhada na sessão adiante, onde será abordada a teoria de Taylor.

O estado encruado dos aços baixo teor de carbono é muito similar ao estado encruado do ferro puro. Por apresentar numerosos sistemas de escorregamento (estrutura cristalina CCC) e alta energia de defeito de empilhamento, o ferro puro tem grande propensão à formação de arranjo celular de discordâncias após deformação plástica (Keh, Weissman 1963). O arranjo celular de discordâncias dificulta a movimentação dos domínios magnéticos, de maneira similar às inclusões.

Do ponto de vista de deformação plástica, as principais diferenças entre o ferro puro e os aços de baixo teor de carbono são as presenças de soluto em

solução sólida e de partículas de inclusões não metálicas. Os campos de tensão elástica dos elementos em solução sólida interagem com os campos de tensão de discordâncias diminuindo a sua mobilidade. Por esta razão, existe uma tendência para que as soluções sólidas apresentem densidades de discordâncias mais altas e mais homogeneamente distribuídas, em comparação com os respectivos metais puros.

A deformação por laminação pode ser descrita de diversas formas, tais como: Redução da espessura, porcentagem de alongamento, deformação real. A seguir serão indicados os diversos tipos de deformações:

$$\text{redução_de_espessura} = \frac{e_i - e_f}{e_i} \quad \text{equação 2.1}$$

onde e_i e e_f são a espessura inicial e a espessura final, respectivamente.

$$\%_de_alongamento = \frac{(l_f - l_i) \cdot 100}{l_i} \quad \text{equação 2.2}$$

onde l_i e l_f são o comprimento inicial e o comprimento final, respectivamente.

$$\text{Deformação real } (\varepsilon) = \ln (1 + \text{alongamento}) \quad \text{equação 2.3}$$

Neste trabalho a redução da espessura foi utilizada como parâmetro de deformação

As heterogeneidades de deformação tendem a ocorrer com maior frequência em metais com estrutura de grãos grosseiros. A deformação heterogênea é causada

em parte pela subdivisão de um grão em regiões, ocupando uma grande fração do grão; dentro de cada região a deformação é igualmente homogênea, mas difere dos padrões das regiões vizinhas (Hansen,1990). Consequentemente, estas regiões são locais preferenciais para a nucleação da recristalização.

2.2.2. Planos e direções de escorregamento

A deformação plástica em um cristal ocorre por meio de um mecanismo de escorregamento no quais os planos atômicos mais densamente compactados se movem uns sobre os outros. Para um determinado conjunto de planos onde a tensão de cisalhamento é máxima, o que corresponde a 45 graus do eixo de aplicação de tração. O deslocamento se dá ao longo de um plano cristalográfico, o plano de escorregamento, e em uma direção cristalográfica, a direção de escorregamento. Um plano e uma direção de escorregamento contida neste plano constituem um sistema de escorregamento. A figura 2.4 ilustra este mecanismo.

Figura 2.4 Movimento de planos cristalográficos [Barrett, 1952].

A tabela 2.1 mostra a direção e o plano de escorregamento para as estruturas CCC e CFC.

Tabela 2.1 Cristalografia do escorregamento em metais cúbicos.

Estrutura	Sistema de escorregamento	
	Plano	Direção
CFC	{111}	<110>
CCC	{110}	<111>
	{112}	<111>
	{123}	<111>

Nos metais o escorregamento acontece nos planos mais densos e nas direções mais densas. No caso de metais CFC, o sistema de escorregamento é o {111}<110>.

Em metais CCC o escorregamento ocorre nas direções densas <111> mas o plano de escorregamento pode ser qualquer um dos planos {110}, {112} ou {123}, que são os mais densos; cada um desses planos contém a direção densa <111>. O ferro CCC tem quatro direções [111] a que pertencem 12 planos de escorregamento tendo a direção de escorregamento como seus eixos de zona, assim possuindo 48 sistemas de escorregamento. À temperatura ambiente o ferro sofre escorregamento em todos os 3 planos com uma direção <111> comum, e o termo “pencil glide” é usado para descrever a natureza do processo de

escorregamento neste caso. “Pencil glide” é o escorregamento ao longo de uma única direção, para vários planos deferentes, que no caso do Fe-CCC é a direção $\langle 111 \rangle$. Uma consequência de tal escorregamento é a natureza ondulada das linhas de escorregamento vistas em superfícies pré-polidas de amostras deformadas [Humphreys et al., 1996].

Os planos e direções associados com o escorregamento correspondem ao sistema com a maior tensão de cisalhamento projetada e são diferentemente orientados de um grão para outro em metais policristalinos. Em geral o processo de escorregamento iniciado em um grão está confinado a aquele grão e pode ser prontamente distinguido daqueles que ocorrem nos grãos da vizinhança. Não se deve pensar, no entanto, que a deformação é homogênea em qualquer grão no agregado.

2.2.3. Tensão de cisalhamento crítica projetada para escorregamento

A explicação do fenômeno de escorregamento pode ser simplificada se tomarmos como exemplo os monocristais, efetuando-se em seguida a extrapolação apropriada para materiais policristalinos. Conforme mencionado no item anterior as discordâncias se movem em resposta a tensões de cisalhamento aplicadas ao longo de um plano de escorregamento e uma direção de escorregamento. Apesar de uma tensão aplicada poder ser puramente de tração (ou compressão), existem componentes de cisalhamento em todo o alinhamento, à exceção daqueles paralelo e perpendicular à direção da tensão. Esses componentes são conhecidos por *tensões de cisalhamento resolvidas* e suas

magnitudes não dependem apenas das tensões aplicadas, mas também da orientação tanto do plano de escorregamento como da direção dentro daquele plano. Se ϕ representa o ângulo entre a normal ao plano de escorregamento e a direção da tensão aplicada e se λ representa o ângulo entre as direções de escorregamento e da tensão, como indicado na figura 2.5.

Figura 2.5 Relações geométricas entre o eixo de tração, plano de escorregamento e direção de escorregamento usado para calcular a tensão de cisalhamento projetada para um monocristal.

Então se pode mostrar que para a tensão de cisalhamento projetada τ_R é dada por:

$$\tau_R = \sigma \cos \phi \cos \lambda \quad \text{equação 2.4}$$

Onde σ representa a tensão aplicada. Em geral, $\phi + \lambda \neq 90^\circ$, uma vez que não existe a necessidade de o eixo de tração, a normal ao plano de escorregamento e a direção do escorregamento se encontrem sobre o mesmo plano.

Um monocristal metálico possui uma quantidade de sistemas de escorregamento diferentes capazes de operar. A tensão de cisalhamento resolvida difere normalmente para cada um, pois a orientação de cada um em relação ao eixo de tensão também é diferente. Contudo um sistema de escorregamento está em geral, orientado de maneira mais favorável, isto é, possui a maior tensão de cisalhamento projetada, $\tau_R(\text{máx})$

$$\tau_R(\text{máx}) = \sigma (\cos \phi \cos \lambda)_{\text{máx}} \quad \text{equação 2.5}$$

Em resposta à aplicação de tensão de tração ou compressão, o escorregamento em um monocristal tem seu início no sistema de escorregamento mais favoravelmente orientado quando a tensão de cisalhamento resolvida atinge um dado valor crítico. Este valor é conhecido por tensão de cisalhamento resolvida crítica, τ_{trcr} ; ela representa a tensão de cisalhamento mínima exigida para iniciar o escorregamento e é uma propriedade do monocristal que determina quando o escoamento ocorre.

A tensão de cisalhamento projetada é:

$$\tau = \frac{F}{A} \cdot \cos \phi \cdot \cos \lambda \quad \text{equação 2.6}$$

O termo $(\cos\phi.\cos\lambda)$ é chamado de fator de Schmid. A tensão de cisalhamento projetada é simplesmente a tensão aplicada (F/A) vezes o fator de Schmid [Vernhoeven, 1975]. Portanto, a tensão de cisalhamento projetada de qualquer sistema de escorregamento é proporcional ao seu fator de Schmid e, conseqüentemente, é útil para reconhecer a faixa permissível desse fator. Para um valor qualquer de ϕ o máximo fator de Schmid ocorre para $\lambda = 90 - \phi$. Portanto, o máximo fator de Schmid ocorre no máximo da função $\cos(90-\phi).\cos\phi$, que é obtido com $\phi=45^\circ$. Isto mostra que a tensão de cisalhamento projetada ocorre próxima de um plano a 45° do eixo de tração e que o maior valor possível do fator de Schmid é $\frac{1}{2}$.

Experiências mostraram repetidamente que, quando existem vários sistemas de escorregamento cristalograficamente equivalentes em um cristal, o que tiver a maior tensão de cisalhamento projetada se tornará ativo; ou se dois estão tencionados igualmente, haverá escorregamento em ambos.

A tensão de cisalhamento necessária para causar escorregamento sempre aumenta com uma deformação prévia no cristal. De acordo com resultados de Taylor (figura 2.6), tanto os testes por tração como os testes por compressão seguiram a curva parabólica $\sigma = c.S^{1/2}$, onde σ é a tensão de cisalhamento projetada, S é a deformação por cisalhamento no plano de escorregamento e c é uma constante

Figura 2.6. Encruamento em alumínio em amostras comprimidas (+) e amostras tracionadas (o) (Taylor, 1938).

2.2.4. Rotação do reticulado com escorregamento simples

Quando um cristal escorrega em um único conjunto de planos como na figura 2.7, ele cisalha obliquamente sem alterar sua orientação, mas quando é deformado em uma máquina de tração, ele não está livre para deformar. As restrições das garras da máquina mantêm as pontas em linha, e o cristal é forçado a se deformar como na figura 2.8. A porção central abaixo do pescoço é, portanto, alterada para uma orientação na qual a direção de escorregamento se torne mais inclinada ao eixo de tração.

Figura 2.7. Deformação de um cristal por escorregamento sem restrição [Barrett, 1952].

Figura 2.8. Rotação e dobramento em um monocristal alongado em uma máquina de teste. Rotação homogênea da região abaixo do pescoço termina por escorregar para dobrar a região perto das garras. A direção de escorregamento se aproxima do eixo de tração [Barrett, 1952].

No teste de compressão, outro tipo de rotação ocorre (figura 2.9). Os planos de escorregamento, indicados pelas linhas diagonais, sofrem rotação em direção a uma posição paralela ao plano dos pratos de compressão. O eixo no qual esta rotação acontece é indicado por A_r e é obviamente paralelo à interseção dos planos de escorregamento com os pratos de compressão.

Figura 2.9. Rotação homogênea do reticulado por compressão. A rotação ocorre ao redor do eixo A_r . O plano de escorregamento se aproxima do plano de compressão [Barrett, 1952].

A quantidade de rotação aumenta à medida que a deformação prossegue e pode ser calculada por fórmulas simples. Para tração a relação é:

$$\text{sen } \chi_i = \frac{l_0}{l_1} \cdot \text{sen } \chi_0$$

Equação 2.7

Onde χ_0 e χ_i são os ângulos inicial e final entre o plano de escorregamento e o eixo de tração, enquanto que l_0 e l_1 são os comprimentos inicial e final da amostra.

Por determinação via difração de raios-X das orientações antes e depois da deformação é possível deduzir o tipo de rotação que um cristal sofreu e assim determinar os índices do sistema de escorregamento que operou.

Quando um monocristal é deformado, este pode se deformar livremente, exceto quando houver alguma restrição externa. Essa liberdade não existe para grãos de um agregado policristalino que estão sujeitos a restrições exercidas por cada um dos vários vizinhos que está se deformando de uma única maneira. A contigüidade deve ser mantida se a deformação continua e, portanto o processo de deformação será diferente em várias partes de um grão. Um metal policristalino se deforma com o desenvolvimento de orientações que são diferentes de grão para grão e diferentes de região para região dentro de um grão individual.

2.2.5 Heterogeneidades de deformação

A deformação plástica homogênea é dificilmente obtida na prática (Sandim, 2003). Observações macroscópicas de metais policristalinos deformados, como por exemplo: medida de dureza e medidas de deformação local sugere a existência de heterogeneidades intra e inter-granular. Algumas características encontradas em metais durante a recristalização podem ser explicadas pela distribuição heterogênea de estruturas de discordâncias dentro dos grãos, surge daí, a motivação nos estudos de subestruturas: entender melhor o comportamento da recristalização e evolução de texturas em chapas de aços laminadas a frio e recozidas.

Heterogeneidade da deformação foi reconhecida primeiramente por Barrett em 1939 (Barrett 1952) que argumentou que heterogeneidades desse tipo contribuíam para a inabilidade de prever o comportamento do encruamento e das mudanças de orientação durante a deformação.

A literatura neste assunto é bastante vasta, principalmente para materiais com estruturas cfc. No entanto, vale ressaltar que uma das grandes dificuldades encontradas ao se estudar as subestruturas de deformação plástica diz respeito à nomenclatura. Hansen e sua equipe do Risø National Laboratories desenvolveram alguns termos para as subestruturas de deformação observadas, tais como: bloco de células, paredes de altas densidades de discordâncias, microbandas de primeira e segunda geração, entre outros (Hatherly, 1992 p.1453). Porém não existe um consenso em relação aos termos encontrados na literatura.

A tabela 2.2 faz um resumo dos termos adotados por diversos autores, para a figura 2.10 a seguir que ilustra as diferentes estruturas formadas no interior dos grãos durante a deformação plástica.

Figura 2.10 Subestruturas formadas durante deformação plástica de aço [Gorelik, 1981]. (1 – banda de deformação, 2 – microbandas, 3 – regiões de contorno de grão, 4 – regiões em torno de inclusão).

Tabela 2.2. Diferentes nomenclaturas para as estruturas 1 e 2 apresentadas na figura 2.10 [Landgraf et al., 2001].

Autor	Região 1	Região 2
Walter e Koch	Banda de deformação	Banda de transição
Doherty	Banda matriz	Banda de deformação
Hu	Banda matriz	Microbanda
Hansen e Bay	Bloco de células	Microbandas de primeira
Dillamore, Morris, Smith,	Banda de deformação	Banda de transição
Barnett e Jonas	_____	Banda de cisalhamento
Gorelik	Banda de deformação	Microbanda

Estas heterogeneidades podem ser classificadas em duas categorias: Heterogeneidades dentro do limite de um grão e heterogeneidades envolvendo vários grãos.

(a) Heterogeneidades dentro do limite de um grão

Entre as décadas de 50 e 60, muitos estudos foram voltados na caracterização de linhas de deformação, especialmente em metais com estrutura cúbica de face centrada (Sevillano et al 1981 p.138). Nesses trabalhos, observaram uma rotação de partes do monocristal em relação à normal ao plano da chapa formando estruturas de discordância como bandas de transição, bandas de deformação e microbandas. De acordo com Walter e Koch (Walter et al, 1962), durante a deformação de monocristais $\{100\}\langle 001 \rangle$, partes do grão sofrem rotação no sentido horário e anti-horário, gerando na interface, uma região de acomodação dessas rotações chamada de banda de transição (figura 2.10). As regiões adjacentes, ou seja, que sofreram rotação, são chamadas de bandas de deformação. Dentro destas, existe uma única orientação. As bandas de transição apresentam sub-bandas, com contornos de baixo ângulo e diferenças de orientação da ordem de 2° . A mudança total na orientação de uma banda de deformação para outra é acumulada pelos contornos de baixo ângulo de uma banda de transição. Essas bandas de transição, separando as bandas de deformação, contêm regiões de diferentes orientações, fazendo a transição das duas bandas de deformação vizinhas, o que inclui a orientação do grão original. No experimento descrito por aqueles autores, a nucleação da recristalização ocorreu em bandas de transição.

Morii, Nakayama, (1981) apud Asaro, 1985 reportaram que bandas de cisalhamento pode ser o mecanismo de deformação dominante dentro do grão.

(b) Heterogeneidades fora do limite de grãos

Além das estruturas citadas anteriormente, existe a chamada banda de cisalhamento. Em materiais com baixa energia de defeito de empilhamento, a formação das bandas de cisalhamento é o modo de deformação predominante em uma determinada faixa de redução (Sevillano, 1993 P. 109) As bandas de cisalhamento não se limitam a um determinado grão, podendo atravessar vários deles (multi-grain scale). Ocorrem frequentemente em metais altamente deformados a frio e com grãos grosseiros.

2.2.6 Fragmentação de grãos

Durante muitos anos, subestruturas de discordâncias observadas no MET tinham pouco impacto sobre o estudo de textura. A situação mudou em meados dos anos 80, quando começaram as primeiras investigações de grandes deformações, acima de 50% de redução na espessura. Nestas condições novos conceitos microestruturais tinham que ser desenvolvidos para descrever a subestrutura de deformação. Termos como: gradientes de orientação intragranular, subdivisão de grãos e fragmentação de grãos surgiram a partir da década de 90.

Há poucos registros na literatura sobre fragmentação de grãos e mesmo onde o termo é empregado, poucos autores se arriscam em conceituá-lo. Um dos

motivos para este receio em dar um conceito sobre fragmentação seja talvez pela dificuldade em compreender em que escala termina a “misorientação” e começa a fragmentação. Por exemplo, Li et al (2004) estudando aços IF menciona que a deformação plástica leva a uma subdivisão nos grãos originais, o qual pode ocorrer em uma escala macroscópica e microscópica. Verliden et (1999) al investigou subdivisão de grãos ao longo da direção normal e concluiu que para reduções de 70% ou mais, cada grão de fibra α e fibra γ são na média dividido em 3 e 2 grãos respectivamente. Por sua vez, Réglé (2001) cita o termo “grãos fragmentados” se referindo ao aspecto “áspero” dos grãos de fibra γ de um aço ferrítico quando submetido à severa deformação plástica. Ele ainda menciona que grãos “fragmentados” ou grãos “mosaicos” são assim chamados, porque durante observação da microestrutura deformada usando ECC (Electron channeling contrast), uma estrutura celular bem definida e altamente contrastada é revelada.

No entanto, Kestenbach (2003) refere-se à fragmentação como sendo uma subdivisão de cada grão em regiões onde um número reduzido de sistemas (diferentes) de deslizamento opera, causando diferenças de rotação para cada região e a formação de paredes de discordância entre elas. Ele ressalta que o modelo de fragmentação supõe que um determinado conjunto de regiões, coletivamente, consegue cumprir o critério de Taylor, isto é deformar em conformidade ao agregado policristalino como um todo.

A fragmentação que os grãos sofrem durante a deformação é apresentada esquematicamente na figura 2.11

Figura 2.11 Representação esquemática da fragmentação de grãos. Diferentes condições de deslizamento dividem o grão à esquerda em vários blocos. Durante a deformação, blocos sofrem rotações diferentes, gerando contornos de discordâncias entre eles no grão à direita, apesar de uma estrutura celular aparentemente uniforme. (Kestenbach-2003)

Linhas de deslizamento foram utilizadas na figura 2.11 para indicar que diferentes sistemas de deslizamento foram ativados em diferentes regiões de um determinado grão. Estruturas celulares aparentemente uniformes se formaram em todas as regiões, conhecidas como CBs (“Cell Blocks”). Porém devido aos sistemas de deslizamento diferentes, blocos diferentes sofrem rotações diferentes durante a deformação. Esta diferença em rotação gera subcontornos, formados por discordâncias “geometricamente necessárias” que separam os blocos.

Basta pouca deformação plástica para a formação de subestruturas celulares. Esta subestrutura inicial caracteriza-se pela ausência de grandes variações em orientação entre as células. Isto porque a subestrutura inicialmente se forma apenas para baixar a sua energia armazenada.

Uma situação interessante surge no grão que, devido à influência dos grãos vizinhos, se dividiu em regiões distintas (CBs) onde sistemas de deslizamento estão operando. Isto gera rotações diferentes entre as regiões,

compensadas pelo acúmulo de discordâncias do mesmo sinal nos subcontornos. Estes subcontornos são denominados GNBs (“Geometrically Necessary Boundaries”)

Com o progresso da deformação plástica, GNBs surgem nas subestruturas iniciais, levando a subestruturas novas, com isto inicia-se o processo de fragmentação dos grãos. As primeiras GNBs aparecem geralmente em forma de DDWs (“Dense Dislocation Walls”) (Bay et al 1989). Forma-se então estrutura apresentada esquematicamente na figura 2.11.

A figura 2.12 apresenta uma subestrutura de deformação obtida por EBSD para um grão de uma chapa laminada a 45% de redução na espessura. Cada cor representa uma orientação de uma região dentro do grão com uma diferença de orientação de aproximadamente 10 graus da região vizinha. Pode-se observar que existe uma semelhança entre este grão e a representação esquemática apresentada na figura 2.11.

Figura 2.12. Subestrutura de um grão de uma chapa de Fe-Si laminada a 45%. Imagem obtida por EBSD, com cores representando diferença de aproximadamente 10 graus em relação à região vizinha.

Diversos modelos teóricos vêm sendo utilizados para simular textura. Em geral estes modelos baseiam-se em cálculos de rotação de grãos, levando em conta os efeitos da orientação cristalográfica e a compatibilidade sobre os sistemas de deslizamento ativados em cada grão, mas considerando que grãos

individuais deformam de maneira homogênea. Desta forma, nenhuns destes modelos estão de acordo com as observações microestruturais que demonstram fragmentação de grãos. Existem tentativas recentes que sugerem a incorporação da fragmentação em modelos teóricos (Hughes, Hansen 1997). No entanto a fragmentação dos grãos é geralmente citada de maneira qualitativa para justificar discrepância na comparação entre os resultados de simulação e texturas experimentais. Segundo Hansen (1995) as texturas reais têm sempre maior variação de orientações do que as texturas calculadas, a que o autor chama de fato compreensível em razão da evidência microestrutural (fragmentação dos grãos).

2.3.Textura Cristalográfica

O controle da textura é um importante meio para otimização de propriedades.

As propriedades dos policristais dependem da forma, do tamanho e da orientação dos grãos. Cada grão em um agregado policristalino tem orientação cristalográfica diferente da dos seus vizinhos. Isto significa que os planos e as direções cristalinas têm orientação espacial diferente de grão para grão. As diferenças de orientação são habitualmente da ordem de dezenas de graus. Consideradas de modo global, as orientações de todos os grãos podem estar concentradas, em maior ou menor escala, ao redor de alguma ou de algumas orientações particulares. Nesta condição, o agregado policristalino apresenta *orientação preferencial ou textura cristalográfica*.

O termo textura é essencialmente sinônimo de orientação preferencial, e é usado para descrever um alinhamento preferencial de uma quantidade de grãos no retículo cristalino em um agregado policristalino. Algumas vezes utiliza-se a expressão textura aleatória para significar ausência de orientação preferencial como pode ser visto na figura 2.13.

Figura 2.13 Chapa com orientação dos cristais ao acaso (Viana 2003).

A textura cristalográfica é importante porque muitas propriedades do material são dependentes dela, como Módulo de Young, resistividade, tenacidade, ductilidade, permeabilidade magnética, condutividade elétrica, expansão térmica e estampabilidade (Randle, Engler 2000). A orientação preferencial pode ser introduzida no material por diversos modos sendo que a deformação plástica é uma delas.

No caso de laminação de chapas, a textura normalmente é apresentada através do plano do reticulado cristalino paralelo ao plano da chapa e a direção paralela à direção de laminação. A notação de textura é geralmente através do par: {plano} <direção>, quando se trata de uma família de planos e direções ou

através do par (plano) [direção] quando se trata de uma orientação específica. Uma textura de chapa é representada por uma orientação cristalina ideal próxima da qual a maioria dos grãos estão orientados com um determinado plano cristalográfico (hkl) aproximadamente paralelo ao plano da superfície da chapa e com uma determinada direção de laminação [uvw] pertencente ao plano (hkl) aproximadamente paralelo ao plano de laminação (Ray at al,1994). No caso de tratar-se de uma tira laminada, a componente é representada pela família de planos {hkl}, paralelos ao plano da chapa, e pela família de direções <uvw>, pertencentes à família {hkl}, que é paralela à direção de laminação (DL). Isto fixa a posição do cristal em relação aos eixos DL (direção de laminação), DT (direção transversal) e DN (direção normal) da chapa. A figura 2.14 a seguir ilustra uma textura denominada e cubo rodado. {001}<110>, que pode ser encontrada em tiras laminadas de metais e ligas com estrutura CCC.

Figura 2.14 Textura {001}<110> em chapa. Reed-Hill(1973)

A unidade de textura cristalográfica geralmente utilizada é a intensidade relativa de x vezes o material aleatório. Uma determinada orientação de uma chapa processada pode apresentar, por exemplo, 10 vezes o material aleatório. Isso quer dizer que grãos com essa orientação aumentaram no material, à custa de uma outra orientação, que diminuiu. Podem por exemplo existir orientações com intensidade menor que a do material aleatório (menor que 1).

Ao se estudar textura, inicialmente deve-se, ter muito claro as diferenças entre macrotextura (textura), microtextura e mesotextura.

A macrotextura considera os grãos num policristal como uma população estatística simples sem levar em conta a localização espacial de qualquer grão ou a relação com seus vizinhos. A microtextura considera a orientação de cada grão da população, que está relacionada a uma ou mais características da microestrutura. A mesotextura trata das relações de orientação entre grãos, ou seja, a desorientação entre eles, ou geometria do contorno de grão. Cahn (1991) & Randle (1992)

A figura 2.15, em seguida, ilustra as principais diferenças entre medidas tradicionais de textura (macrotextura), as medidas de microtextura e as determinações de mesotextura.

Figura 2.15 Diagrama esquemático ilustrando as relações entre macrotextura, microtextura e mesotextura. Randle & Engler (2000)

2.3.1 Textura de deformação

Como já visto anteriormente, a deformação plástica é altamente heterogênea. Ocorrem rotações de grãos (ou de partes dos grãos), ocorrem variações de encruamentos entre grãos e desta forma muda a textura original.

O processamento típico de muitos aços envolve, normalmente, grandes reduções, no caso dos aços elétricos de grão não orientado, reduções da ordem de 90% são aplicadas (na bobina a quente com espessura de 3 mm, atingindo 0,5 mm após a laminação a frio). Segundo Inagaki, 1987, para graus de redução de 90% neste tipo de aço a textura inicial do material não tem muita influência na textura de deformação, pois para este grau de deformação ocorre a textura típica de deformação de materiais CCC.

Os principais componentes de textura resultante da deformação de Fe- α baixo carbono são $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ e $\langle 110 \rangle // \text{DL}$. Onde DN e DL são respectivamente direção

normal e direção longitudinal (figura 2.16). Estas texturas não favorecem a obtenção de boas propriedades magnéticas.

Figura 2.16 Função distribuição de orientação mostrando uma forte componente de fibras α e γ de uma liga Fe-Si com 90% de deformação. Cortes em $\varphi_2=45^\circ$ a) 0° e b) 45°

Na tabela 2.3 a seguir são apresentados os componentes de textura típicas de metais CCC laminados. Viana (2003)

Tabela 2.3 Componentes de textura típica dos metais CCC laminados (Viana,2003)

$\{hkl\}$	$\langle uvw \rangle$	φ_1	Φ	φ_2
001	110	0(90)	0	45
211	011	0	35	45
111	011	0(60)	55	45
111	112	30(90)	55	45
332	110	0	64	45
113	110	0	25	45
110	110	0	90	45

Inagaki (1994) apresenta através de seus estudos sobre formação de textura, em aços baixo carbono, dois caminhos de rotação pelo qual as diferentes orientações do material sofrem após deformação plástica de ferro policristalino. Foram encontrados os seguintes caminhos de rotação:

a) $\{001\}\langle 100 \rangle \rightarrow \{001\}\langle 110 \rangle \rightarrow \{112\}\langle 110 \rangle \rightarrow \{223\}\langle 110 \rangle$

b) $\{110\}\langle 001 \rangle \rightarrow \{554\}\langle 225 \rangle \rightarrow \{111\}\langle 112 \rangle \rightarrow \{111\}\langle 110 \rangle \rightarrow \{223\}\langle 110 \rangle$

Ele chamou a orientação $\{223\}\langle 110 \rangle$ de orientação estável. Da Silva et al (2005), através de estudo com aço elétrico, confirma a presença de uma orientação mais estável para alguns grãos de fibra alfa.

Van Houtte, 1996 tentou mostrar que é possível prever uma aproximação do comportamento dos materiais submetidos a deformação sem dar uma exata descrição. Para isso ele utilizou a teoria de plasticidade em materiais policristalinos de Sachs (limite inferior) e Taylor (limite superior).

Materiais CCC sempre deformam por escorregamento nos sistemas $\{110\}\langle 111 \rangle$, mas admite-se que outros sistemas de escorregamento (como o $\{112\}\langle 111 \rangle$ sejam ativados, em altas temperaturas e metais puros (Kocks, 1998). Esse modelo é conhecido como “pencil glide”.

A teoria de Sachs (1928) apud (Campos, 2000) supõe que cada cristal deforma-se independentemente de seus vizinhos. A deformação iria ocorrer no sistema de escorregamento que estiver submetido à maior tensão. Em geral, é necessário que vários sistemas operem ao mesmo tempo para que uma dada mudança de forma seja possível. O modelo de Sachs, contudo, fornece um valor limite inferior, válido para tensão de escoamento (Viana, 2001). Este modelo é chamado limite inferior de Sachs.

A teoria de Taylor (1938) assume que todos os cristais sofrem a mesma mudança de formato devido à deformação (os grãos sofrem a mesma deformação que a amostra policristalina). Para isso, Taylor (1938), trabalhou em alumínio. Cristais CFC têm 12 sistemas de escorregamento, mas somente cinco são necessários para satisfazer uma determinada deformação incremental imposta ao material. Taylor (1938) considerou que os cinco sistemas que operam são aqueles que produzem o mínimo trabalho interno (dw):

$$dw = \tau_c \cdot \sum_5 \delta\gamma_i = \text{mínimo} \quad \text{Equação 2.8}$$

Onde $\delta\gamma_i$ é a quantidade de escorregamento no sistema i e τ_c é a tensão de cisalhamento crítica. Isto equivale a achar os cinco $\delta\gamma$ - dentre os doze – possíveis cuja soma é mínima. Definidos os cinco sistemas de escorregamento operante em um dado grão, é possível calcular a rotação que nele ocorre. Para o caso de tração uniaxial tem-se que: $dw = \sigma_x \cdot d\epsilon_x$, o que conduz à definição do Fator M de Taylor como:

$$M = \frac{\sigma_x}{\tau_c} = \frac{\sum \delta\gamma}{\delta\epsilon_x} \quad \text{Equação 2.9}$$

onde $\sum \delta\gamma$ é a soma dos cisalhamentos nos sistemas de escorregamento cristalograficamente definidos, τ_c é a tensão cisalhamento crítica e σ_x e $\delta\epsilon_x$ é a tensão e a deformação de tração aplicada.

Quanto maior o valor do fator M de Taylor de um grão, em função de sua orientação, maior tende a ser a “taxa de armazenamento de discordâncias” (“*rate of dislocation storage*”) (densidade de discordâncias), maior tende a ser o ângulo de subcontornos de grão e menor tende a ser o tamanho de célula de discordância (Dillamore et al., 1972).

A figura 2.17 mostra os valores do fator M de Taylor para diferentes orientações representadas nos corte $\varphi_2 = 45^\circ$ e $\varphi_2 = 0$ do espaço de Euler, na notação de Bunge.

Figura 2.17 – Mapas de coeficiente de Taylor para materiais CCC [Ray et al., 1994]. a) Seção $\varphi_2 = 45^\circ$. b) Seção $\varphi_2 = 0$. Notação de Bunge

O Fator M de Taylor, assim como o Fator de Schmid, é função da orientação do cristal. Considerando uma distribuição uniforme de orientações, num material CFC, Taylor mostrou que o valor médio da tensão de escoamento é $\sigma_0 = 3,06 \tau_c$. Em trabalho posterior, Bishop e Hill (Bishop et al., 1951), usando o princípio do trabalho máximo, mostram que na realidade, ao impor uma dada deformação $d\varepsilon_{ij}$ em um policristal CFC, 6 ou 8 sistemas são ativados simultaneamente em cada cristal. Mostraram também que o trabalho máximo é obtido pela ação de um ou mais estados de tensão, escolhidos dentre 28 condições possíveis, calculadas por esses autores, sobre a mudança de forma $d\varepsilon_{ij}$ que se deseja impor (Viana, 2001).

A teoria de Taylor é um limite superior para o escoamento e permite a predição da evolução da textura de deformação de um policristal. Isto é possível porque as rotações da rede cristalina de cada grão podem ser calculadas a partir dos cisalhamentos ativados pela imposição do tensor deformação sobre o grão. A nova textura, após cada passe de deformação, é a coleção das novas orientações calculadas para os grãos.

Atualmente o uso de elementos finitos juntamente com o EBSD tem tentado prever a textura de deformação para policristais. (Kalidindi, S.R. et. al 2004)

2.3.2 Textura de Recristalização

As texturas de recozimento são aquelas que surgem durante um tratamento térmico devido à ocorrência de recristalização. A deformação plástica prévia proporciona o potencial termodinâmico para a recristalização. As texturas de recozimento são influenciadas pelo histórico anterior, como tamanho de grão inicial, velocidade e temperatura de deformação, textura inicial, quantidade e distribuição de inclusões e outros.

A natureza da textura de recristalização é determinada basicamente por dois fatores:

- As orientações dos novos grãos;
- As taxas de nucleação e crescimento relativas desses grãos.

Existem duas teorias para explicar a textura de recristalização: nucleação orientada e crescimento orientado.

Nucleação orientada: núcleos apresentam orientação definida (distribuição de orientação cristalográfica não é aleatória)

Crescimento orientado: distribuição de orientação cristalográfica de núcleos é aleatória, mas alguns núcleos crescem mais rapidamente que outros.

Portanto, na primeira, admite-se que a textura de recristalização seria determinada pela orientação dos núcleos de recristalização. Na segunda, a textura de recristalização seria determinada pelos núcleos que crescem mais rapidamente. A hipótese de crescimento orientado invoca, portanto, o conceito de contornos especiais, os quais são contornos que se moveriam com mais rapidez que outros. No caso de aços, ocorreria alta mobilidade se a relação de coincidência entre contornos corresponder a uma rotação de 27° às direções $\langle 110 \rangle$ (Urabe et al., 1994).

No trabalho de Ray et al (1994) com aços baixo carbono e extra baixo carbono, as fibras $\langle 110 \rangle // RD$ e $\langle 111 \rangle // ND$ desenvolvem com o aumento da redução a frio. Já com o recozimento, os materiais laminados a frio com altas reduções têm a intensidade da fibra $\{111\}$ intensificada e a da fibra $\langle 110 \rangle$ reduzida. Esta textura é boa para estampagem e péssima para aplicações elétricas. Ray et al (1994) ainda estuda a influência da composição química e menciona que o silício afeta a textura desde a laminação a quente sendo que, para um aço baixo carbono sem silício a textura do recozido centraliza-se principalmente na orientação $\{111\} \langle 110 \rangle$ mudando para a orientação $\{554\} \langle 225 \rangle$ num aço com 2% de Si, além disso baixas taxas de recozimento produzem texturas mais pronunciadas em um aço com 2% Si

As componentes mais importantes das texturas de laminação e de recristalização em materiais CCC, segundo Kesten et al (1996) são ilustradas na figura 2.18 (notação de Bunge). As componentes podem aparecer tanto em

materiais somente laminados quanto em materiais recozidos. O que normalmente muda são as intensidades das componentes.

Figura 2.18 Componentes de laminação e recristalização em materiais. Kesten et al (1996)

2.3.3 Métodos de representação de textura

Existem vários métodos para representação de textura, sendo que para tal, é necessário que as orientações sejam determinadas. Convencionalmente, textura é descrito por meio de figuras de pólo. O método mais tradicional é a difração de raios-X, que veremos com detalhe a seguir. Recentemente, o uso do SEM associado à Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD-“Electron back Scatter Diffraction”) tem ganhado importância porque permitem correlacionar microestruturas, relações com a vizinhança e textura de modo automático e com grande velocidade. O mais recente desenvolvimento tem sido o uso do EBSD em conjunto com Field Emission Gun Scanning Electron Microscopes (FEGSEM) (Humphreys, 2004). Mais detalhes de algumas técnicas especiais, podem ser

encontrados em Bung (1982). A seguir serão apresentadas as maneiras mais comuns de representar a textura do material.

2.3.3.1 Difração de raios-X

O método de difração de raios-X é particularmente muito útil quando se necessita de amostragem de uma grande quantidade de grãos (ou seja, uma larga área da superfície da amostra). Entre os diversos métodos baseados em difração de raios X, estão: difratograma figura de pólo de Shulz, figura de pólo inversa, função distribuição de orientação (ODF) e vetores de Rodrigues.

Difração de raios X foi primeiro empregado para análise de orientações em metais, mas só com a introdução do goniômetro de textura e uso do contador Geiger tornou-se um método quantitativo [U.F.Kocks et al].

2.3.3.2 Difratograma

A partir de um simples difratograma é possível obter informações de texturas. Considerando as intensidades dos picos medidos em um espectro, e suas intensidades segundo o cartão do Fe- α definido pelo International Center for Diffraction data (ICDD) é possível obter uma estimativa da intensidade relativa de alguns planos, tais como: {200}, {110}, {222}, {211} e {310}. A principal desvantagem é que não há informações sobre outros planos que podem ser importantes. Este método foi usado por Lyudkovsky; Rastogi (1984)

2.3.3.3 Figura de pólo

A figura de pólo é uma projeção estereográfica que mostra a distribuição de pólos, ou planos normais, de um plano cristalino específico, usando o eixo da amostra como eixo de referência. Por exemplo, em análises de amostras de aço, todas as direções no plano da chapa (direção de laminação) são projetadas como pontos na circunferência das figuras de pólos. Ver figura 2.19 adiante A direção de laminação é usualmente situada no topo, e a direção transversal na direita, da figura de pólo. O centro do círculo corresponde a direção normal do plano da chapa.

Fig.2.19 Projeção estereográfica mostrando a distribuição de pólos de um plano cristalino (TSL[®] Software)

Uma seleção conveniente de eixos coordenados para uma chapa é formada pela direção de laminação (DL), direção transversal (DT) e a direção normal à superfície da chapa (DN). Esses eixos são ortogonais entre si.

Pode ser obtida a partir da difração de raios X em um difratômetro com goniômetro de textura, sendo normalmente feita uma varredura de $0^\circ < \phi < 75^\circ$ e de $0^\circ < \psi < 360^\circ$ para os determinados ângulos θ , dependentes do material a ser analisado e da fonte de raios X. Obtém-se figuras de pólo incompletas, que podem ser convertidas em figuras de pólo completas através de cálculos matemáticos. A figura 2.20 ilustra uma figura de pólo incompleta e sua correspondente após processamento, gerando uma figura de pólo completa. A intensidade relativa dos pólos é apresentada de forma similar a “curvas de níveis”

Figura 2.20 (a) Figura de polo (110) incompleta. B) Figura de polo (110) completa apresentada em (a).

2.3.3.4 Figura de polo inversa

Na figura de polo inversa fig 2.21, registra-se a densidade dos polos dos planos $\{hkl\}$ paralelos a uma dada superfície da amostra, sobre um triângulo característico do sistema cristalino do material. Chama-se figura de polo inversa porque é a normal à superfície que varre o triângulo de orientações à procura daquelas que representam à textura (Viana, 2001).

Figura 2.21 a) Figura de polo inverse típica b) Projeção padrão do sistema cúbico (Viana, 2001).

2.3.3.5 Função distribuição de orientação (ODF)

A descrição de textura por figura de pólo é incompleta. As informações fornecidas referem-se só a distribuição estatística de uma única direção. Por exemplo, A figura de pólo (100) nos dá a distribuição estatística de um único volume de grãos com plano (100) paralelo a superfície da amostra (Godec, Jenco 2000). Para poder descrever plenamente texturas cristalográficas torna-se necessária uma representação tridimensional, que é proporcionada pelas ODFs (Campos, M.F 1999). O cálculo de uma ODF por difração de raios X requer várias figuras de polo de Schulz (Takanohashi, 2004). Para construir uma ODF de um material CCC (cúbico de corpo centrado) são necessárias pelo menos três diferentes figuras de pólo (referentes a três planos diferentes).

A representação tridimensional foi ressaltada na década de 60, quando foi desenvolvido a ODF. Nas ODF's, a orientação de um cristal é definida por três ângulos de Euler, os quais constituem três rotações consecutivas que aplicadas

aos eixos [100], [010] e [001] da célula do cristalina do cristal, tornam-se os mesmos coincidentes com os eixos DL, DT e DN, respectivamente, da chapa ou amostra do material.

A ODF é representada através de um cubo no quais as linhas de iso - intensidades representam diferentes componentes de textura. No caso da notação de Bunge (1965) apud Campos (2002), esse cubo é descrito através dos ângulos Φ , φ_1 e φ_2 . Cada um desses ângulos varia entre 0 e 90°. Fixando-se um dos ângulos (por exemplo, fazendo $\varphi_2 = \text{constante}$) obtém-se um corte bidimensional. A nomenclatura (Φ , φ_1 e φ_2) foi escolhida arbitrária de Bunge. ROE (1965) apud Campos (2002) usou os ângulos ψ , θ e ϕ (ângulos da notação Euler). A notação mais usada é a notação de Bunge, mostrados na figura 2.22 .

Figura 2.22 Definição dos ângulos de Euler (φ_1 , Φ , φ_2) conforme notação de Bunge (Bunge 1969).

A figura 2.23 apresenta uma comparação entre as notações de Roe e de bunge, para os cortes $\Phi=45^\circ$ e $\varphi_2=45^\circ$, respectivamente.

Figura 2.23 Comparação entre ODFs desenhadas segundo as notações de Bunge e de Roe [Ray et al., 1994]. Figura 2.23a Alguns componentes de textura, no corte $\Phi=45^\circ$ (notação de Roe). Figura 2.23b Componentes de textura, no corte $\varphi_2=45^\circ$ (notação de Bunge). 2.23c Uma ODF representada segundo a notação de Roe (corte $\Phi=45^\circ$). Figura 2.23d A mesma ODF da figura 2.23c, desenhada seguindo a notação de Bunge (corte $\varphi_2=45^\circ$).

Por convenção, em artigos sobre aços baixo carbono costuma ser apresentado apenas o corte $\varphi_2=45^\circ$, na notação de Bunge (ou o corte $\Phi=45^\circ$ -- notação de Roe). A figura 2.24 mostra a seção $\varphi_2=45^\circ$, onde são apontadas as orientações pertencentes às fibras DL e DN (Bunge 1969).

Figura 2.24 Corte $\varphi_2=45^\circ$ Apontando as principais texturas de um aço

O corte $\varphi_2=45^\circ$ é suficiente para uma boa visualização da textura de qualquer aço, de modo geral. Esse corte é ideal para representar e analisar a textura fibra $\{111\}\langle uvw \rangle$, que é a textura desejada no caso dos aços para conformação (como os aços IF-“intersticial-free”, por exemplo). Entretanto, nos aços para fins elétricos visam-se grãos que contenham a direção $\langle 100 \rangle$, que é o eixo de mais fácil magnetização nos cristais de Fe- α (CCC). Assim, para os aços elétricos é interessante apresentar um outro corte que permita observarem mais detalhadamente componentes de textura $\{0kl\}$, e neste caso o corte $\varphi_2=0^\circ$ é particularmente adequado (ver figura 2.25a e 2.25b)

Figura 2.25 a e 2.25b Localização dos diferentes componentes de textura para os cortes $\phi_2=0^\circ$ (a) e $\phi_2=45^\circ$ (b) notação de Bunge (1965) apud Campos (2002)

2.3.4 Difração de Elétrons retroespalhados (EBSD)

Embora a técnica de difração de raios x seja uma técnica consagrada, ela dá apenas informação global de textura, a sua resolução espacial é muito baixa e não permitindo determinar a orientação de um grão em particular. Por outro lado, o microscópio eletrônico de transmissão (MET) possui resolução espacial muito alta, da ordem de nanômetros adequada, portanto, a avaliações intragranulares. Com o advento da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD- Electron Back Scatter Diffraction) acoplada ao microscópio eletrônico de varredura, tornou-se possível conhecer a rede cristalina e determinar a orientação de domínios cristalinos com resolução espacial de até 50 nm (Field 1997,Isabell e Dravid 1997)

A figura 2.26 ilustra o sistema de difração de elétrons retroespalhados

Figura 2.26 Arranjo experimental normalmente utilizado para análises de EBSD

Uma importância particular no crescimento do EBSD como técnica metalográfica foi o desenvolvimento automatizado de padrões de análises muito rápido (Wright, Adams (1992) Adams et al (1993)). O sistema produz milhares de medidas de orientação em questão de minutos.

A amostra deve ser inclinada de forma que o ângulo de incidência do feixe de elétrons seja de cerca de 70° (75° no caso do equipamento da Escola Politécnica, devido a sua geometria) de modo a encurtar o percurso dos elétrons retroespalhados e diminuir a fração de elétrons absorvidos pela própria amostra (Randle, 1988). Os elétrons difratados incidem em uma tela de fósforo posicionada próxima a amostra, formando a imagem de difração compostas por linha de Kikuchi, como mostrado na figura 2.27. Essa imagem é captada por uma câmera de vídeo de alta sensibilidade, que permite a captação de imagem em baixo nível de iluminação. A indexação é feita por meio de uma transformação matemática da imagem capturada (Hough) e comparação da figura resultante com tabelas de

angulos teóricos entre os planos. Na figura 2.28 temos exemplos ilustrados destas indexações.

Figura 2.27 Representação esquemática da geometria do sistema de difração de elétrons retroespalhados (EBSD).

Fig 2.28 representação esquemática do processamento de sinal detectado pelo equipamento de EBSD a) padrões de Kikuchi b) Transformada de Hough c) Bandas detectadas, d) padrões indexados e) orientação cristalográfica

2.3.4.1. Obtenção dos dados de textura

Comumente, após a varredura por EBSD em uma determinada amostra, o primeiro parâmetro a ser analisado é geralmente a textura. Contudo é importante ressaltar que diferentemente da difração de raios-X, que como já descrita anteriormente, é uma técnica de medida que avalia a média das orientações sobre um “grande” volume do material, o EBSD é uma técnica de medida pontual da orientação. Desta forma, a textura avaliada por estas duas técnicas somente coincidirão se a região analisada por EBSD representar um volume considerável da amostra. (Engle et al, 1999) reportou em seus estudos que na presença de componentes fracas de textura (<10 vezes a intensidade de um material randômico), necessita-se de pelo menos 250 grãos para tornar os resultados comparáveis. A figura 2.29 é uma representação esquemática de uma varredura de EBSD com suas respectiva avaliação de textura.

Figura 2.29 a) representação esquemática de uma varredura de EBSD, b) ODF correspondente, C) Figura de pólo correspondente. (Continua)

Figura 2.29 a) representação esquemática de uma varredura de EBSD, b) ODF correspondente, C) Figura de pólo correspondente.

2.3.4.2. Microscopia por imagem de orientação (OIM)

O termo Microscopia de imagem de orientação ou “Orientation imaging microscopy” - OIM tem sido usado para descrever a área varrida de uma amostra (Wright, Adams 1992), embora o termo mapa de EBSD seja bem usado e será adotado nas discussões deste trabalho. Nestes mapas, uma cor é atribuída ao plano paralelo à área analisada e cada cor corresponde a uma orientação de acordo com um triângulo unitário de referência. A figura 2.30 é um exemplo ilustrativo de um mapa de EBSD e seu triângulo unitário de referência.

Figura 2.30 (a) mapa de orientação de uma liga Fe-Si recristalizada (b) Triângulo unitário de referência das cores utilizadas.

A mais recente inovação tem sido o uso do EBSD em conjunção com a microscopia de alta resolução Field Emission Gun Scanning Microscopy (FEGSEM) (Humphreys, 2001) e conseqüente aumento na resolução espacial têm estendido a faixa de aplicação do EBSD.

3- Materiais e métodos

Neste capítulo está descrito o material pesquisado, o processo de deformação por laminação e as técnicas de caracterização microestrutural. Dentre as técnicas empregadas na caracterização, destaca-se o uso do EBSD e do software de tratamento de dados da TSL[®],

3.1 Material

O material utilizado foi uma chapa de aço elétrico de grão não orientado, com espessura inicial de aproximadamente 2,8mm, produzido laboratorialmente no IPT, com composição química e tamanho de grão inicial (TG) dados na tabela 3.1

Tabela 3.1 Composição química do aço. A diferença corresponde ao teor de ferro

Identif.	%C	%Mn	%Si	%Al	%P	%S	ppmN	~TG(μm)
IPT								
BQ2-5	0,03%	0,30	1,25	0,27	<0,01	0,005	50	22

3.2 Laminação

No presente trabalho, selecionou-se dois tipos de análises, uma análise geral de textura e uma análise mais pontual, onde se estudou mais a fundo as

rotações de grãos individuais e as microestruturas de deformação. Por isso, dois tipos de laminadores foram utilizados no processo de laminação.

Para as análises de textura em geral, foi usado um laminador semi-industrial pertencente ao Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT). Foram cortadas “tiras” da chapa, estas tiras foram laminadas a frio em pequenos passes, até que se chegasse a reduções de 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 e 90%.

No caso das análises de microestrutura de mesma área, optou-se por um laminador de ourives, já que se tratava de amostras de dimensões muito pequenas, com aproximadamente 2cm^2 de área, e desta forma seria mais fácil manuseá-la durante o processo de laminação.

É importante ressaltar que em ambos os processos de laminação, tanto com o laminador de ourives como no laminador semi-industrial a textura final evoluiu de forma semelhante. No capítulo de resultados e discussões são apresentadas as ODFs para os dois processos.

Antes da laminação, o material estudado e os cilindros de laminação foram lubrificados com um óleo lubrificante apropriado.

3.3.Preparação Metalográfica

3.3.1 Metalografia e análise de textura

As amostras foram inicialmente cortadas com auxílio de um disco abrasivo, posteriormente embutidas em baquelita, de forma que uma das seções fosse observadas (longitudinal, transversal ou plano da chapa).

O desenho esquemático da figura 3.1 ilustra as seções da chapa.

Figura 3.1 Desenho esquemático ilustrando as superfícies analisadas

O lixamento foi realizado com lixas d'água mantendo a seguinte seqüência de desbaste: lixas 180; 220; 320; 400; 600; 1000 e 1500 mesh. Após o lixamento as amostras foram polidas com pasta de diamante de 6, 3 e 1 μm , respectivamente e finalizado com polimento em sílica coloidal de 0,25 μm por no mínimo 40 minutos.

Para utilização da técnica de EBSD, em geral, as amostras não precisam ser atacadas por reagentes metalográficos. Um bom polimento já é suficiente para um bom resultado. Para obtenção das micrografias utilizou-se o nital 2% como reagente de ataque.

3.3.2 Preparação metalográfica para acompanhamento de textura na mesma área

Para a observação da mesma área, a preparação para análise por EBSD é um pouco mais delicada.

Inicialmente uma amostra de aproximadamente 2 cm² de área, foi lixada e polida de acordo com os procedimentos citados no item anterior, na seção do plano da chapa. Com a ajuda de um equipamento de microdureza Vickers, foram feitas quatro marcas (carga de 1kg) , de modo a formar uma área quadrangular, a ser analisada, com o espaçamento inicial de 1 mm de uma marca para outra, como mostrado na figura 3.2, após 45% de laminacao.

Figura 3.2 Marcas de Microdurezas Vickers utilizadas para demarcar uma área. Foto obtida por MEV.

É importante ressaltar que a carga utilizada nas microindentações, embora muita alta, é necessária devido aos procedimentos posteriores.

Em seguida a amostra foi laminada a frio, num laminador de ourives, com passos de 10, 20, 45 e 55 % de deformação, medidas na espessura. Após cada

passo de laminação a amostra era remarcada no mesmo ponto e cuidadosamente polida, pois no polimento corria-se o risco de remover os grãos analisados no passo anterior (nesta etapa a amostra não podia ser lixada). Para cada etapa, o polimento demorava em média 72 horas. Depois de laminada e polida era feita uma nova varredura por EBSD. Feito isso foram mapeados 38 grãos no plano da chapa e acompanhadas as mudanças de orientações de cada grão após as laminações.

3.4 - Microscopia

3.4.1. Microscopia Óptica

As fotografias de microscopia óptica foram obtidas em um microscópio OLYMPUS. O ataque utilizado para a observação das amostras de aço baixo carbono foi Nital 2%.

3.4.2. Microscopia Eletrônica de Varredura

As imagens de varredura apresentadas neste trabalho foram obtidas em um microscópio eletrônico de varredura Philips XL 30, utilizando-se detector de elétrons secundários, operando a 20kV.

3.4.3 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

A técnica de EBSD foi o principal instrumento deste trabalho, tendo sido dada uma importância maior ao descrevê-la. A seguir são apresentadas peculiaridades da técnica, bem como das opções do “software” TSL[®].

Os resultados de textura por difração de elétrons retroespalhados foram obtidos utilizando um microscópio Philips XL 30 com filamento de tungstênio acoplado a um sistema de difração de elétrons retroespalhados da TexSEM Laboratories (TSL), instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade de São Paulo. As análises foram feitas utilizando 20 kV de voltagem de aceleração dos elétrons, inclinação de 75 graus devido à geometria do sistema, além de acionar o foco dinâmico.

Algumas medidas de textura foram realizadas na Universidade de Drexel, USA. Utilizou-se um equipamento semelhante, porém com sistema de alta resolução, Field emission Gun (FEFSEM). As amostras foram inclinadas a 70 graus e utilizou-se uma distância de trabalho de 22 mm.

As análises da função de distribuição de orientações adquiridas por EBSD foram tratadas no programa computacional “OIM Analysis” pelo método da série de expansão harmônica, com ordem do harmônico esférico (L) de 16 (default) e simetria da amostra ortotrópica.

3.4.3.1 Mapas de EBSD

Através dos mapas de EBSD, podemos ter uma avaliação superficial da distribuição de textura no plano analisado. Em amostras sem deformação é comum estes mapas apresentarem certa homogeneidade de cores num mesmo grão. Contudo para amostras deformadas, o padrão de qualidade das amostras é diminuído, à medida que se aumenta o percentual de deformação. Por isso, em todas as amostras analisadas medimos o índice de confiabilidade das amostras.

O índice de confiabilidade é determinado por:

$$CI = \frac{V_1 - V_2}{V_{ideal}} \quad \text{equação 3.1}$$

Onde:

V_1 = É o número de votos da solução mais votada;

V_2 = É o número de votos da segunda solução mais votada

V_{ideal} = É o número total de soluções encontradas

Este parâmetro é calculado durante a indexação dos padrões de difração. Para um dado padrão de difração, podem ser encontradas várias orientações possíveis que satisfaz a difração detectada pela “routine” do analisador de imagem. O software escolhe estas orientações ou (soluções) usando um esquema de votos. Este índice varia de 0 a 1. A TSL estudou um material fcc e verificou que para

padrões indexados com índice de confiança maiores que 0,1, estavam em 95% de vezes indexados corretamente, como é mostrado na figura 21 abaixo: (TSL[®] Software)

Figura 3.3 Gráfico do índice de confiabilidade de uma amostra CFC (TSL[®] Software)

O índice de confiabilidade pode gerar erros, por exemplo, um índice de confiabilidade pode ser considerado igual a zero se $V_1=V_2$, porém o padrão pode ainda estar indexado corretamente. (TSL[®] Software)

Segundo Humpheys, (2001, p 3839) os erros de indexação é um problema característico em cristais de baixa simetria, tais como em muitos minerais. O autor ainda menciona que em metais cúbicos, erro de indexação é raro para um sistema bem calibrado e os pontos “desindexados” geralmente aparecem como pixels isolados no mapa de orientação e como eles são altamente desorientados dos pixels vizinhos eles podem ser frequentemente reconhecidos.

O “software” da TSL permite melhorar o índice de confiabilidade através de um artifício onde se podem retirar os pontos com índices de confiabilidade baixos e recompletar com orientações médias dos pontos vizinhos. Este artifício é

chamado pelo software da TSL[®] de “clean up”. Há cinco tipos de limpeza de dados. Neste trabalho, foi utilizada a limpeza utilizando a correlação com o índice de confiabilidade do grão vizinho. Neste caso se um ponto particular tem um CI menor do que o valor mínimo, então os CI’s dos vizinhos mais próximos são checados para encontrar o vizinho com o CI mais alto. A orientação e o CI do ponto particular é mudado para ajustar-se a orientação e ao CI do vizinho com o índice máximo. No desenho esquemático da figura 3.4 as cores representam a orientação e os números em cada hexágono são os CI’s

Figura 3.4 Desenho esquemático da correlação de pontos não indexados ou indexados com índices muito baixo em relação os seus vizinhos mais próximos (TSL[®] Software)

É importante mencionar que tal operação foi realizada com muito cuidado, pois dados com índice de qualidade e confiança muito baixos podem levar a resultados completamente equivocados. Nas amostras apresentadas neste trabalho, mesmo para altos percentuais de deformações, o índice de confiabilidade antes de realizada a “limpeza” sempre estava maior que 0,1.

3.4.3.2 Qualidade de Imagem (IQ)

Os mapas de qualidade de imagem (IQ) descrevem a qualidade de um padrão de EBSD. alguma distorção no retículo cristalino no volume difratado produzirá um padrão de difração mais difuso.

Os seguintes critérios são usados nos mapas de IQ:

Primeiramente a imagem gerada pela câmera é submetida a uma transformação de Hough, de tal sorte que linhas retas presentes na imagem dêem origem a pontos únicos no espaço Hough. A transformada de Hough (TH) é um método padrão para detecção de formas, que são facilmente parametrizadas (linhas, círculos, elipses, etc) em imagens digitalizadas. A idéia é aplicar na imagem uma transformação tal que todos os pontos pertencentes a uma mesma curva sejam mapeados num único ponto de um novo espaço de parametrização da curva procurada.

De acordo com Keller et al (2004) no sistema de EBSD o parâmetro IQ é definido por:

$$IQ \equiv \sum_{hkl} (I_{\max})$$

Equação 3.2

Onde $I_{\max}$ é o máximo pico de intensidade de Hough para o plano (hkl). A soma é feita sobre diversos picos proeminentes no espaço Hough. Keller (2004) e colaboradores também notaram que:

$$I_{\max}(Hough) \propto \sum (I_{pix}(Kikuchi)) \quad \text{Equação 3.3}$$

onde $I_{\max}$ (Hough) é a intensidade máxima para um pico no espaço Hough e I_{pix} (Kikuchi) é a intensidade do pixel para a correspondente banda de Kikuchi nos padrões de difração, somado sobre todos os picos na banda. Daí a qualidade de imagem é uma medida direta da intensidade das bandas de kikuchi.

O IQ utiliza uma escala de cinza para relacionar a qualidade de cada ponto, sendo a cor branca para as melhores qualidades de imagem e a cor preta para as piores qualidades de imagem. Torna-se, portanto, uma ferramenta para o estudo qualitativo da distribuição de deformação em uma microestrutura. Porém, não pode ser usada para distinguir pequenas diferenças de orientação de grão a grão na deformação, pois o IQ tem alguma dependência com a orientação cristalográfica. Na figura 3.5 abaixo, tem-se um exemplo de um mapa de IQ.

Figura 3.5 Mapa de índice de qualidade (IQ) (TSL® Software)

Três interessantes parâmetros podem ser visto neste mapa anterior. O primeiro são precipitados no contorno de grão, depois o contorno de grão e por último, ondas com áreas cinza escura que são provavelmente áreas de mais altas densidades de discordâncias (TSL[®] Software). Neste trabalho utilizamos o gráfico de qualidade de imagem para identificar áreas de mais alta densidade de discordâncias provocadas pela laminação a frio.

3.4.3.3 Mapa de auto-grão

O mapa de auto-grão ou *Unique grain color* é uma ferramenta muito importante quando se quer estudar o perfil de diferença de orientação dentro dos grãos.

Para cada mapa de orientação adquirido, pode-se obter um mapa de autogrão, esta ferramenta permite que o mapa de orientação seja redesenhado, onde cada grão é sombreado com uma cor aleatória. Este mapa é usado para distinguir “spots” vizinhos que tenham grande diferença de orientação entre si, portanto permitindo diferenciar grãos distintos. As cores utilizadas para este mapa não tem nenhuma correspondência com a orientação cristalina da área varrida. Grãos menores que o tamanho de grão mínimo são marcado com pontos brancos, pontos não indexados são pintados de acordo com uma cor configurada no “software”. No nosso caso em particular estes pontos estão pintados de preto. Logo abaixo temos um exemplo ilustrativo (fig 3.6) de um mapa de autogrão.

a)

b)

Figura 3.6 Mapa de Auto-grão. a) Mapa de EBSD, cada cor representa uma orientação. B) Mapa de autogrão. Cada cor representa um grão

No presente trabalho o mapa de auto-grão foi muito útil para diferenciar grãos distintos. Com o aumento da deformação alguns grãos podem assumir uma orientação muito próxima à orientação do grão vizinho e muita vez é impossível identificar visivelmente onde termina um grão.

3.4.3.4 Perfil de diferença de orientação

O perfil de diferença de orientação mostra como o nome já diz, a diferença de orientação ao longo de uma linha teste da área varrida. A diferença de orientação pode ser analisada de duas formas: ponto-a-ponto e ponto-a-origem. Uma questão interessante que surge em amostras deformadas refere-se à definição de contorno de grão, pois o interior dos grãos tem sua estrutura submetida a uma curvatura contínua (exceção feita às heterogeneidades de deformação) e o contorno de grão somente pode ser definido através da diferença

de orientação com relação aos pontos vizinhos (Pinto e Lopes, 2003). Costuma-se então definir como contornos de baixo ângulo, aqueles com diferença de orientação inferior a 15° , e de alto ângulo aqueles com mais de 15° de diferença. Esta possibilidade de definir os contornos a partir de diferença de orientação permite observar a estrutura de contorno de grão de materiais de difícil ataque, ou até de contornos de subgrão. Esta ferramenta é usada por pesquisadores no estudo de regiões fragmentadas por deformação plástica, para distinguir bandas de deformação e maclas a partir dos ângulos de desorientação envolvidos, permitindo assim a distinção de estruturas antes confundidas no microscópio ótico. Um exemplo do perfil de diferença de orientação é mostrado na figura 3.7

Figura 3.7 a) mapa de EBSD com linha teste b) Perfil de diferença de orientação referente à linha teste.

3.4.3.5 Espalhamento de orientações

O espalhamento de orientação em um grão é determinado calculando o ângulo de “misorientação” entre todos os pontos em um grão. O espalhamento é a média do valor de “misorientação”.

O resultado do espalhamento pode ser numérico ou em forma de código de cores como mostrado na figura 3.8

Figura 3.8. Código de cores para a interpretação das imagens de espalhamento de orientações. (TSL/OIM analysis)

3.5 Medidas de tamanho de grão

As medidas de tamanho de grão foram obtidas por dois métodos para análise comparativa.

3.5.1 Medidas de tamanho de grão pela norma ASTM E-112

Esta medida, segundo a norma ASTM E112 (Standard test method for determining average grain size-American society for Testing and Materials) é chamada de método do intercepto médio.

O tamanho médio de grão L é obtido contando-se as interseções em uma linha teste. Para cada linha teste tem-se

$$L = L_t / N.A \quad \text{equação 3.4}$$

Onde L_t é o comprimento da linha teste, N é o número de intersecções e A é o aumento.

Como referência de medição utilizou-se um círculo de 10 cm de diâmetro. Foram feitas 20 medições em regiões diferentes.

3.5.2 Medidas de tamanho de grão pelo software TSL[®]

O tamanho de grão calculado pelo software TSL é especificado como o número de pontos contidos dentro do grão. Alternativamente o software permite a escolha de cálculo do tamanho de grão, por área ou por diâmetro. No nosso caso, foi medido por diâmetro. O Diâmetro de um grão particular é calculado por determinação da área de um grão assumindo que o grão é um círculo. O diâmetro é então igual a duas vezes a raiz quadrada da área dividida por π .

3.6 Medidas de micro- durezas

A dureza Vickers foi utilizada na caracterização das curvas de endurecimento por deformação nas três seções da chapa. Optou-se por uma carga de 300g devido à espessura da amostra, após severas deformações, ser

muito finas. Utilizou-se um microscópio digital da marca BÜELER, instalado no Departamento de Engenharia Mecânica da USP.

3.7 Medidas de nano-dureza

As medidas nanodurezas foram utilizadas para medir o encruamento em diferentes grãos, de acordo com aspecto físico do grão. Foram feitas 6 nano-indentações dentro de um mesmo grão, para seis grãos diferentes, sendo três grãos com aparente banda de deformação e Três grãos com ausência visível destas bandas. Utilizou-se um microscópio digital da marca FISCHER, instalado no Departamento de Engenharia Mecânica da USP.

3.8 Microscopia de força atômica

Na microscopia de força atômica, uma viga microfabricada varre a superfície da amostra, e sofre deflexão que é medida por um sistema de laser e diodos sensíveis à posição, que pode ter sensibilidade menor que 1nm.

O AFM pode operar em três regimes diferentes: contato, sem contato e contato intermitente.

No regime de contato, a viga é mantida a uma distância de décimos de nm da superfície da amostra, com a sonda essencialmente em contato físico com a mesma. A força atuante é fortemente repulsiva, e qualquer tentativa de alterar a distância sonda-átomo resulta em deflexão da viga, que mapeia a superfície (Mannheimer 2002)

Para medidas de microscopia de força atômica apresentadas neste trabalho, utilizou-se a modalidade de contato em um nanoscop III A da Digital instruments, Instalado no departamento de Engenharia Elétrica da USP.

4- Resultados e discussão

Neste capítulo, são apresentados os resultados de texturas e de microestruturas de deformação para as amostras apresentadas na seção 3.1. Os resultados podem ser classificados, em duas partes:

A primeira parte apresenta a microestrutura e o desenvolvimento da textura de deformação a frio. A segunda parte se concentra no processo de subdivisão e rotação de sub-grão como consequência da deformação plástica.

4.1 Análise metalográfica

O aço em estudo foi fornecido em forma de bobina laminado a quente com espessura nominal de 2,8 mm, e apresentou uma microestrutura com grão finos, com diâmetro médio 22 μm como pode ser visto na figura 4.1. Este tamanho de grão está de acordo com os valores habituais para esta classe de aços laminados a quente.

Figura 4.1: Microestrutura ferrítica da liga Fe-Si no estado como recebido plano normal à direção de laminação. Ataque metalográfico: Nital 3%.

Nos policristais a deformação plástica é complexa. Devido às orientações cristalográficas aleatórias do grande número de grãos, a direção do escorregamento varia de um grão para outro, como discutido na revisão. A deformação plástica de uma amostra policristalina corresponde à distorção comparável de grãos individuais devido ao escorregamento. Durante a deformação a coesão entre grãos é mantida ao longo dos contornos de grãos. Como consequência, cada grão individual está restrito, em determinado grau, a forma que ele pode assumir devido aos seus grãos vizinhos. Como podem ser observados na comparação da figura 4.1 com a figura 4.2 Antes da deformação, os grãos são equiaxiais, ou seja, possuem aproximadamente a mesma dimensão em todas as direções. Com uma deformação por laminação a frio os grãos se tornaram alongados ao longo da direção de laminação. Linhas de deformação a aproximadamente 40° são observadas por microscopia óptica nas seções longitudinais a partir de 50% de deformação (fig 4.2 e). Embora estas linhas de deformação sejam mais evidentes na seção longitudinal, elas também estão presentes nas outras seções. Na seção transversal, como os grãos encontram-se achatados, as linhas de deformação também se apresenta achatadas (figura 4.2 f). Decorre daí uma microestrutura aparentemente rugosa. Na microscopia de varredura apresentada na figura 4.3 adiante, esta característica de “rugosidade” é mais bem evidenciada.

Vale ressaltar que estas microestruturas apresentadas na figura 4.1, 4.2 e 4.3 são de amostras laminadas no laminador semi-industrial do IPT.

10% longitudinal

10% transversal

30% longitudinal

30% transversal

50% longitudinal

50% transversal

70% longitudinal

70% transversal

90% longitudinal

90% transversal

Figura 4.2 Microscopia óptica. Amostras (a), (c), (e), (g) e (i) correspondem à seção longitudinal. As amostras (b), (d), (f), (h) e (j) correspondem à seção transversal

Figura 4.3 Linhas de deformação para a liga FeSi laminada a 70% de deformação. Seção transversal

Estruturas semelhantes às linhas de deformação foram encontradas por diversos pesquisadores que estudaram as microestruturas de deformações. Barnett e Jonas (1999) reportaram a formação destas microestruturas em aços baixo carbono e aços livres de intersticiais laminados a morno. Eles chamaram estas estruturas de bandas de cisalhamento intra-granular.

Como foi destacado no item (2.2.5 da revisão bibliográfica) não existe um consenso para a nomenclatura destas linhas. Devido à falta de concordância dos diversos autores citados neste trabalho, foi utilizado o termo adotado por Barnett e Jonas e a partir deste ponto do trabalho as linhas de deformação serão chamadas de bandas de cisalhamento intra-granular.

Ainda segundo estes autores as bandas de cisalhamento intra-granular é a causa da subdivisão de grãos das estruturas laminadas a morno. Eles relacionaram este resultado a uma grande diferença de orientação dentro dos grãos individuais

através de um gráfico de perfil de diferença de orientação “misorientation profile”. Neste capítulo serão mostrados gráficos de perfil de diferença de orientação em função do grau de deformação nas três seções da chapa.

Hughes (1997) observou que a subdivisão dos grãos não ocorre com a mesma intensidade em todos os grãos, mesmo em policristais com grãos finos. Na microscopia eletrônica de varredura apresentada na figura 4.4 observa-se uma diferença microestrutural formada por grãos com bandas de cisalhamento intra-granular e sem bandas de cisalhamento intra granular.

Figura 4.4 Microscopia eletrônica de varredura (seção longitudinal) para uma amostra de Fe-Si laminada a frio com 70% de deformação apresentando diferença microestrutural grão a grão.

A intensidade destas bandas de cisalhamento intra-granular também é diferente dependendo da seção de estudo. Observa-se uma maior concentração de bandas quando observadas nas seções longitudinais e transversais. Nas análises de textura, mostradas adiante, observa-se características distintas para cada seção

observadas. Medidas de nanodureza confirmam propriedades diferentes de grão a grão.

4.2 Medidas de Microdurezas

Devido à variação nas microestruturas de deformação nas diferentes seções, foram realizadas medidas de microdureza, em cada uma das seções. A seguir tem-se a representação gráfica da variação de dureza HV (carga 300g), com o grau de deformação. Como esperado, há um aumento de encruamento com a deformação. Os valores de dureza para as três seções da chapa são aproximados. Observa-se um leve incremento de dureza para 30 e 60% de deformação na seção transversal. Este incremento coincide com os mínimos das curvas de tamanho de grão da seção transversal, para as medidas obtidas pelo software OIM/TSL. Figura 4.5

Figura 4.5 Encruamento versus porcentagem de laminação a frio de Fe-1,25%Si

4.3 Medidas de Nanodurezas

Conforme visto nas análises metalográficas (item 4.1), existem diversas estruturas tais como banda de cisalhamento intra-granular, que foram observadas por microscopia óptica e eletrônica de varredura. Estas microestruturas também estão presentes nos mapas de EBSD. As medidas de microdurezas não são satisfatórias para mostrar a diferença de encruamento entre grãos para amostras com tamanho de grão pequeno, há interferência de grãos vizinhos. Para minimizar os efeitos da influência dos contornos de grãos e dos grãos vizinhos, foram realizadas, medidas de nanodurezas em grãos com bandas de cisalhamento e sem bandas de cisalhamento intra-granular. As medidas foram realizadas em seis grãos, sendo três com bandas de cisalhamento intra-granular e três sem bandas de cisalhamento intra-granular. A figura 4.6 ilustra como foram realizadas as medidas de nanoindentações em diferentes grãos. A tabela 4.3 apresenta os resultados numéricos.

Figura 4.6 Medidas de nanodureza Vickers em grãos com bandas de cisalhamento e sem bandas de cisalhamento em aço elétrico com 1,25% Si com 40% de laminação a frio.

Tabela 4.3 Medidas de nanodurezas Vickers em grãos com e sem bandas de cisalhamento intra-granular de um aço elétrico deformado com 40% de deformação por laminação a frio.

	Dureza Grão com bandas (Gpa)	Grão sem bandas (Gpa)
1	3,31	2,91
2	3,66	2,89
3	3,29	2,90

A tabela mostra que para um grau de deformação de 40% há uma variação de dureza, para diferentes grãos dentro de uma mesma amostra. Os grãos com bandas de cisalhamento intra-granulare apresentam um nível de dureza mais elevado em cerca de 0,52 GPa indicando que há uma heterogeneidade de deformação. De Castro (2006) estudando o encruamento por laminação em aços elétricos semi-processados observou uma diferença de encruamento para grãos com orientações diferentes. Ele reportou que existe uma tendência de maiores valores de durezas para grãos com maiores fatores de Taylor. Uma medida qualitativa de encruamento pode ser obtida por mapas de qualidade de imagem através do software OIM/TSL[®].

4.4 Avaliação pelos mapas de qualidade de imagem (IQ)

Os mapas de qualidade de imagem ou mapas de IQ descrevem qualitativamente o mapa de EBSD/OIM. Assim qualquer alteração no reticulado

cristalino produzirá um efeito nas tonalidades de cinza (imagem variando de branco a preto). Quanto mais escura a tonalidade, maior a alteração do reticulado. Cinza claro mostrará as melhores qualidades dos pixels indexados e cinza escuro as piores qualidades destes pixels. Portanto, o parâmetro IQ pode ser utilizado na descrição qualitativa da distribuição de deformação na microestrutura. Em outras palavras, áreas com altas densidades de discordâncias, bandas de cisalhamento, contornos de grão, etc. aparecem mais escuras nos mapas de qualidade de imagem. No entanto, os mapas de IQ's têm sua aplicação limitada, pois além de ser um método qualitativo, requer uma boa preparação metalográfica para sua aplicação.

Na figura 4.7b é mostrado o mapa de qualidade de imagem obtido a partir do seu respectivo mapa de EBSD (Fig. 4.7 a) para amostra sem deformação. A figura 4.7c refere-se à fração de contornos existente no mapa de IQ.

Figura 4.7 a) Mapa de EBSD/OIM para amostra de aço elétrico com 1,25% de Si sem deformação, b) Mapa de qualidade de imagem com auto-contorno obtida a partir de mapa de EBSD/OIM da figura 5.7a, c) Dados relativo ao mapa de IQ da figura 4.7b(Continua)

Gray Scale Map Type: Image Quality
43.715...299.455 (43.715...299.455)

Color Coded Map Type: <none>

Boundaries: Rotation Angle			
	Min	Max	Fraction
—	1°	5°	0.168
—	5°	10°	0.025
—	10°	180°	0.807

*For statistics - any point pair with misorientation
exceeding 2° is considered a boundary

C)

Figura 4.7 a) Mapa de EBSD/OIM para amostra de aço elétrico com 1,25% de si sem deformação, b) Mapa de qualidade de imagem com auto-contorno obtida a partir de mapa de EBSD/OIM da figura 4.7a, c) Dados relativo ao mapa de IQ da figura 4.7b

Observa-se na figura 4.7b que todos os contornos de grãos têm ângulo acima de 10 graus. Contornos de baixo ângulo (1 a 5 graus) são vistos na cor vermelha. Alguns “riscos”, artefatos de preparação, são quase inevitáveis e podem ser vistos também na fig 4.7b. O IQ é alto, como pode ser visto pelo tom de cinza do mapa de IQ figura 4.7b (regiões escuras, como mencionado anteriormente, tem baixo IQ)

A situação não muda muito entre 0% de deformação e 10% de deformação (Fig 4.8). O Mapa de IQ aponta alta qualidade dos índices indexados. Como na amostra com 0% de deformação, todos os contornos de grão têm ângulo acima de 10 graus.

Figura 4.8 (a) Mapa de EBSD/OIM para amostra de aço elétrico com 1,25% de si com 10% de deformação a frio, medida na espessura. (b) Mapa de qualidade de imagem obtida a partir de mapa de EBSD/OIM da figura 4.8a

Como se pode observar nas figuras 4.8b as regiões de contornos de grão são regiões com tonalidades mais escuras, relacionado ao baixo índice de qualidade dos pixels indexados, correspondente a estas regiões. Vários estudos têm mostrado que em materiais laminados a frio, regiões próximas aos contornos de grão mostram subestruturas diferentes ao ser comparado com o interior dos grãos. Este fato é bastante aceitável, pois devido aos diferentes sistemas de deslizamento atuantes entre os diferentes grãos, formam-se inicialmente as discordâncias geometricamente necessárias (Delannay et al., 2001; Inagaki, 1987; Barlow et al., 1985; Hansen et al., 1985). Inagaki (1987) ainda mostrou que a região do contorno de grão (faixa de 2-5μm de largura) exibe um alto grau de variação de orientação e maiores densidades de discordâncias comparadas com o interior dos grãos, sendo regiões que concentram alta energia armazenada na

deformação. O exemplo da figura 4.9 a , contribui com as afirmações do Inagaki (1987). Este mapa de IQ, para uma amostra com 10% de deformação, foi obtido em escala de cores. Neste mapa de o índice de qualidade varia de azul a vermelho, sendo a cor azul relacionada ao mais baixo índice de IQ e a cor vermelho relacionada ao mais alto índice de qualidade dos pixels indexados (fig 4.9b).

a)

Gray Scale Map Type: <none>				
Color Coded Map Type: Image Quality				
	<u>Min</u>	<u>Max</u>	<u>Total Fraction</u>	<u>Partition Fraction</u>
33.6	162.541	1.000	1.000
Boundaries: Rotation Angle				
	<u>Min</u>	<u>Max</u>	<u>Fraction</u>
15°	180°	0.465	

*For statistics - any point pair with misorientation exceeding 2° is considered a boundary

b)

Figura 4.9 (a) Mapa de qualidade de Imagem(IQ) para uma chapa de Fe-1,25%Si laminada a frio com 10% de redução na espessura. B) Dados da escala de cores do mapa da figura 4.9 a)

Observa-se que a escala de cores, varia do azul ao vermelho, partindo do contorno para o centro do grão e mostrando que a região do contorno tem os menores Índices de IQ's. Esta região, ao longo do contorno, onde o IQ é menor, ou seja, onde a escala de cores varia de azul a verde foi determinada por meio do MEV e encontrou-se que a largura desta faixa varia de 1 a 5 μm , resultado que dão suporte as afirmações do inagaki (1987).

A situação começa a mudar para a amostra com 30% de deformação (figura 4.10).

Figura 4.10- (a) Mapa de EBSD/OIM para amostra de aço elétrico com 1,25% de si com 30% de deformação a frio medida na espessura. (b) Mapa de qualidade de imagem obtida a partir de mapa de EBSD/OIM da figura 4.10a (C) Dados relativos ao mapa de IQ da figura 4.10(b) (continua)

Gray Scale Map Type: Image Quality 37.828...314.761 (37.828...314.761)			
Color Coded Map Type: <none>			
Boundaries: Rotation Angle			
	Min	Max	Fraction
—	1°	5°	0.541
—	5°	10°	0.086
—	10°	180°	0.373
*For statistics - any point pair with misorientation exceeding 2° is considered a boundary			

c)

Figura 4.10- (a) Mapa de EBSD/OIM para amostra de aço elétrico com 1,25% de si com 30% de deformação a frio medida na espessura. (b) Mapa de qualidade de imagem obtida a partir de mapa de EBSD/OIM da figura 4.10a (C) Dados relativos ao mapa de IQ da figura 4.10(b)

Alguns riscos são vistos no mapa EBSD/OIM, figura 5.10b (cor vermelha) e não deverá ser confundido com a verdadeira microestrutura, uma vez que estes riscos podem ser visualmente separados. O mapa de qualidade de imagem da figura 4.10b é mais escuro do que aqueles da figura 4.7 e 4.8, indicando que os grãos das amostras com 30% de deformação são mais deformados do que outros com menos redução. Nota-se também que o número de contornos de baixo ângulo (figura 4.10b) com menos de 1° é maior que nas figuras 4.7 e 4.8.

A situação torna-se muito diferente para a amostra com 50% de deformação (fig 4.11). Nesta fase de deformação a heterogeneidade de cores dentro de cada grão no mapa de EBSD é bem nítida. O índice de confiabilidade

da varredura cai consideravelmente devido ao aumento de contornos de alto ângulo e severa deformação no reticulado. Dessa forma, optou-se por estudar cada região da mesma varredura separadamente. Obteve-se a partir do Mapa de EBSD/OIM (fig.4.11 a), o mapa de qualidade de Imagem (fig.4.11b) e a ODF para a varredura completa (fig.4.11c). Para separar cada grão, utilizou-se uma ferramenta do software TSL chamada “Highlighted” (fig. 4.11d), que neste caso foi feito a partir de um mapa de auto-contorno. No presente trabalho, utiliza-se a palavra “destacada”, quando se deseja falar “Highlighted”. Nesta ferramenta, os grãos são escolhidos e demarcados. O mapa de grãos “destacados” é mostrado na figura (4.11e) e a ODF dos grãos “destacados” é mostrado na figura (4.11f)

70.00 μm = 70 steps IPF [001]

a)

70.00 μm = 70 steps IQ 33.531...263.171

b)

0°

45°

c)

70.00 μm = 70 steps Boundary levels: 1° 5° 10° IQ 33.531...263.171

d)

70.00 μm = 70 steps IPF [001]

e)

0°

45°

f)

Figura 4.11a) Mapa EBSD/OIM para 50% de deformação, b) mapa de qualidade de imagem da figura 4.11(a), c) ODF do mapa de EBSD/OIM completa para 0% de deformação, d) Mapa de auto-contorno para mapa da figura 4.11(a), e) Grãos destacados do mapa de auto-contorno da figura 4.11d), f) ODF para os grãos destacados.

Vemos na figura 4.11d grande número de contornos de baixo ângulo (5 a 10 graus) dentro dos grãos deformados (mostrado em cor verde). O mapa de IQ é mais escuro (figura 4.11b) do que os mapas de deformação prévia (figuras 4.7, 4.8, 4.10) apontando uma continua tendência de mais deformação armazenada. Nesta fase de deformação, fica mais evidente que há mais deformação próxima ao contorno de grão, (a densidade de discordâncias são mais altas nestas regiões) de acordo com o mapa de auto-grão. Observa-se ainda um leve aumento no percentual de contornos de alto ângulo ($>10^\circ$ mostrado na figura (4.11 d) em cor azul).

Embora as ODFs mostradas na figura (4.11(c) e (f)) sejam similares, observamos que para os grãos “destacados” figura (4.11 (e)) tem uma alta intensidade de orientação próximo a $\{001\} \langle 110 \rangle$.

Os mapas de IQ's mostram também uma diferença de tonalidade na escala de cinza para os vários grãos, indicando níveis diferentes de deformação entre eles.

Para as deformações posteriores, 60, 70, e 80% de deformação, (veja figuras 4.12, 4.13, 4.14) , os mapas de IQs são mais escuros do que para 50% de deformação (fig 4.11).

Gray Scale Map Type: Image Quality
25.997...197.208 (25.997...197.208)

Color Coded Map Type: <none>

Boundaries: Rotation Angle			
	Min	Max	Fraction
—	1°	5°	0.581
—	5°	10°	0.212
—	10°	180°	0.207

*For statistics - any point pair with misorientation exceeding 2° is considered a boundary

(e)

Figura 4.12 (a) Mapa de EBSD/OIM, (b) Mapa de qualidade de imagem, (c) mapa de auto-contorno, (d) mapa de grãos “destacados”, (e) Dados do mapa de qualidade de imagem. Para um aço elétrico 1,25% Si com 60% de laminação a frio

Figura 4.13 a) Mapa de EBSD/OIM, (b) Mapa de qualidade de imagem, (c) mapa de auto contorno, (d) mapa de grãos “Highilited”, (e) Dados do mapa de qualidade de imagem. Para um aço elétrico 1,25% Si com 70% de laminação a frio

Gray Scale Map Type: Image Quality
21.063...176.014 (21.063...176.014)

Color Coded Map Type: <none>

Boundaries: Rotation Angle			
	Min	Max	Fraction
—	1°	5°	0.441
—	5°	10°	0.179
—	10°	180°	0.380

*For statistics - any point pair with misorientation
exceeding 2° is considered a boundary

(f)

Figura 4.14 a) Mapa de EBSD/OIM, (b) Mapa de qualidade de imagem, (c) mapa de auto-contorno, (d) mapa de grãos “destacado”, (e) Dados do mapa de qualidade de imagem. Para um aço elétrico 1,25% Si com 80% de laminação a frio.

Um dado relevante observado a partir dos mapas de alto-contorno (obtidos a partir dos mapas de IQ) para amostras com alto percentual de deformação é o aumento de contornos de alto ângulo $> 10^\circ$. A partir de 60% de deformação os contornos maiores que 1, 5 e 10 graus (cores vermelha, verde e azul, respectivamente) representam praticamente 100% da amostra. Como podem ser observados nos dados da figura 4.12(e), com 60% de deformação os contornos de alto ângulo maiores que 10° , em destaque na cor azul, equivale a 20% dos contornos existentes. Com 70% de deformação (fig. 4.13) o percentual de contorno de alto ângulo chega a aproximadamente 29% do total de contornos existentes, alcançando o nível de 38% para a amostra com 80% de deformação (figura 4.14 (a) e (e)), indicando dessa forma, o processo de fragmentação de grãos. Fragmentação de grãos é um assunto relativamente novo e será abordado adiante, ainda neste capítulo.

Como feito previamente para amostra com 50% de deformação (veja fig 4.11) para os graus de deformações posteriores (60,70 e 80%) os grãos com alto IQ foram novamente “destacados”. As ODFs para a região de OIM completa são mostrados na (fig. 4.15 (a),(c) e (e)) enquanto que para os grãos “destacados” são mostrados na (fig 4.15 (b), (d) e (f)).

Figura 4.15 (a), (c) e (e) ODFs referentes a OIM completa das amostra de aço elérico com 1,25% de Si com , 60, 70 e 80% de deformação respectivamente. (b), (d) e (f) ODFs referentes aos grãos “destacados” destas mesmas amostras

As ODFs para OIM completas apresentadas na figura 4.15 (a),(c) e (e) são típicas de textura de laminação de aços, (Ray et. al. (1994), Hutchinson,1999) e tem como componentes principais $\langle 110 \rangle // ND$ (direção normal) e $\langle 111 \rangle // RD$ (Direção de laminação). As ODFs para os grãos “destacados” (com melhores IQs, apresentam uma textura pronunciada do tipo cubo rodado com componente de fibra α $\{100\} \langle 011 \rangle$. Vanderschueren et al (1996) observou que grãos pertencentes a fibra γ ($\langle 111 \rangle // RD$) são circundados por estrutura de sub-grãos, sugerindo grande deformação dentro dos grãos, enquanto grãos com $\{100\} \langle 011 \rangle$ são mais “lisos”. Estes resultados obtidos confirmam os obtidos por Vanderschueren et al (1996) de outros autores tais como: Ray et. al. (1994), Hutchinson,1999 e Nave, 2004

Foi também medido o perfil de diferença de orientação para os grãos claros e escuros. Antes de realizar o perfil de diferença de orientação obteve-se um mapa de auto-grão (apêndice A) para garantir que o perfil de diferença de orientação estava sendo medido num único grão. Esta ferramenta permite que o mapa de orientação seja redesenhado onde cada grão é sombreado com uma cor aleatória. Este mapa de auto-grão é usado para distinguir “spots” vizinhos que tenham grande diferença de orientação entre si, permitindo assim, diferenciar grãos distintos. Desta forma certificou-se que os perfis foram traçados dentro de um único grão. A figura 4.17b mostra os perfis de diferença de orientação, traçado através de uma linha teste para um grão de uma amostra com 60% de deformação (seção longitudinal) (fig. 4.16a) que apresentou um tom mais claro no mapa de IQ (fig. 4.16 b). Na figura 4.17c foi utilizado o mapa de auto-grão para

traçar a linha teste de um grão escuro. O perfil de diferença de orientação para este grão, é mostrado na figura 4.17d

Figura 4.16 a) Mapas de EBSD para aço elétrico com 60% de deformação (seção longitudinal); b) mapa de IQ figura 4.16 (a)

Figura 4.17 Mapa de EBSD para aço elétrico com 60% de deformação a) para grãos com alto índice de qualidade; b) Perfil de diferença de orientação para a linha teste em 4.16 a ; c) mapa de alto grão com linha teste em grão com baixo índice de qualidade; d) perfil de diferença de orientação para a linha da figura 4.16c.

Conforme mostrado na figura 4.17b a diferença de orientação no interior do grão de melhor IQ (observado pelo perfil ponto-a-ponto) não excede 2 graus, mesmo numa amostra submetida à severa deformação. No entanto, para um grão mais escuro a diferença no interior do grão pode chegar a 30 graus, como mostrado na figura 4.17d.

Para os grãos mais escuros (com baixo IQ), nota-se uma “fragmentação” caracterizada pela brusca alteração de cores que representam diferença de orientação cristalina. Os grãos com melhores IQ (do tipo $110\langle 110 \rangle$) se mantêm uniforme. A textura correspondente aos grãos selecionados varia de $(001)\langle 110 \rangle$ à $(223)\langle 110 \rangle$ sendo a sua intensidade 12 vezes o aleatório. Outro ponto máximo de orientação corresponde a textura cubo rodado $(001)\langle 110 \rangle$ com intensidade de 10 vezes a textura aleatória.

Figura 4.18 Medida de textura. a) mapa de EBSD/OIM para grãos com alto índice de qualidade; b) ODF relativo à figura 4.9a.

Vale ressaltar que estes perfis de diferença de orientação foram realizados em 15 grãos. Os perfis encontrados tinham as mesmas características dos perfis mostrados nas figuras 4.17 (b) e 4.17(e)

Sendo a textura de deformação de um aço baixo carbono composta basicamente de duas fibras parciais (α : $\{hkl\} \langle 110 \rangle$) e (γ : $\{111\} \langle uvw \rangle$), deduz-se que os grãos de fibra gama pertencem à região que contém as maiores densidades de discordância, portanto maior energia armazenada na deformação.

4.5 Avaliação superficial por microscopia de força atômica

Informações superficiais das microestruturas de deformação podem ser determinadas por microscopia de força atômica. A microscopia de força atômica permite determinar o grau de rugosidade de uma micro-superfície e tem sido usada em numerosas ocasiões para estudar características qualitativas e quantitativas de deformações. A figura 4.19a apresenta uma imagem bidimensional de uma superfície do plano da chapa de um aço elétrico com 30% de deformação a frio.

a)

b)

c)

d)

Figura 4.19 Microscopia de força atômica. a) do plano da amostra de aço elétrico b) Perfil de rugosidade para a linha traçada na figura 4.19 a; c) Vista em três dimensões para da figura 4.19 a; d) escala de rugosidade.

Nesta figura observam-se dois grãos com microestruturas diferentes. O grão **A** mostra uma microestrutura com bandas de cisalhamento intragranular. O grão **B**, vizinho, tem um aspecto mais uniforme. Um perfil de rugosidade foi traçado entre os dois grãos (fig.4.19b). Para a porção da linha que atravessa o grão A, a rugosidade é mais acentuada do que a porção que representa o grão B. Cada linha de deformação tem uma diferença de altura de aproximadamente 50 nm. Na região de contorno de grão, que corresponde ao espaçamento de 1 μm , esta diferença de altura no perfil de rugosidade chega a medir 127 nm. A figura 4.19 C dá uma idéia tridimensional da rugosidade da superfície.

Estes resultados corroboram com o resultado do Inagaki (1997) que mostrou que a região do contorno de grão exibe um alto grau de variação de orientação comparado com o interior do grão.

4.6 Avaliação de textura de deformação por EBSD

A seguir são apresentados através de Função Distribuição de Orientação (ODF's), obtidas por difração de elétrons retroespalhados, o desenvolvimento das texturas correspondentes as três seções de uma chapa de aço elétrico laminado a frio, no laminador semi-industrial do IPT, com percentual de deformação que variavam de 0 a 90% de redução na espessura. Vale ressaltar que os resultados aqui apresentados correspondem à soma de duas ou mais varreduras de EBSD de uma mesma amostra. Os dados foram somados para que pudesse ser garantido um número mínimo de 500 grãos analisados e desta forma comparado com os dados reportado na literatura, obtidos por difração de raios-X.

Figura 4.20 Função distribuição de orientação (ODF'S) para as seções paralelas ao plano de laminação e suas respectivas linhas de intensidades (continua)

Figura 4.20 Função distribuição de orientação (ODF'S) para as seções paralelas ao plano de laminação e suas respectivas linhas de intensidades

Figura 4.21 Função distribuição de orientação (ODF'S) para a seção longitudinal em relação ao plano de laminação e suas respectivas linhas de intensidades. (continua)

Figura 4.21 Função distribuição de orientação (ODF'S) para a seção longitudinal em relação ao plano de laminação e suas respectivas linhas de intensidades.

Figura 4.22 Função distribuição de orientação (ODF'S) para as seções transversais ao plano de laminação e suas respectivas linhas de intensidades (continua)

Figura 4.22 Função distribuição de orientação (ODF'S) para as seções transversais ao plano de laminação e suas respectivas linhas de intensidades

Na amostra como recebida, sem deformação (figuras 4.20(a) e 4.20b, confirmamos a “ausência” de textura ou uma textura aleatória, caracterizada pela distribuição de intensidades de pico de orientações. Observa-se a presença de uma distribuição de orientações, com um máximo em $(110)\langle 001 \rangle$ e $(110)\langle 1-33 \rangle$, ou seja, há um pouco de Goss. Uma componente $(223)\langle 1-31 \rangle$ também é encontrada, mas em pequena magnitude.

Uma deformação de 10% não foi suficiente para dar uma textura pronunciada na amostra, o Componente Goss $(110)\langle 001 \rangle$ aumentou de 2,5 X para 2,7X o aleatório. A $(223)\langle 1-31 \rangle$ também aumentou de 1X para 2,5 X o aleatório enquanto que componente $(110)\langle 1-33 \rangle$ que tinha uma intensidade inicial de 3,3 X o aleatório praticamente desaparece. Não se pode afirmar com certeza que uma deformação de 10% é capaz de alterar a textura do material em questão, visto que, a diferença na intensidade não é muito pronunciada. No entanto, com 10% de deformação uma maior distribuição de intensidade das três componentes apresentadas para a amostra sem deformação pode ser observada.

Com 20% de deformação (fig. 4.20 (c)), há uma tendência a formação da fibra α , que pode ser observada com a presença da orientação $(112)\langle 1-10 \rangle$ com uma intensidade de orientação de 5 X o aleatório. Uma componente da fibra γ $(111)\langle 1-12 \rangle$ também está presente, embora de uma forma menos intensa. As outras componentes que estavam na deformação precedente $(110)\langle 001 \rangle$ e $(332)\langle -1-13 \rangle$ continuam, com uma pequena rotação da posição anterior, bem como no declínio de suas intensidades.

Os resultados aqui apresentados concordam com os apresentados na literatura. Ray et. al. (1994), Hutchinson, 1999 examinando materiais de estrutura cúbica de

corpo centrado reportaram o aparecimento de duas fibras parciais α ou $\langle 110 \rangle // DL$ e γ $(111) // DN$. Li et al (2004), analisando um aço livre de intersticiais (IF), também confirmam estes resultados aqui apresentados, embora reporte que a fibra γ aparece a partir de 30% de deformação enquanto que uma leve fibra α só aparece após 50% de redução. Os autores estudaram a secção longitudinal da chapa. Com 30% de deformação aparece o cubo rodado $(001) \langle 0-10 \rangle$ em pequena intensidade e mais uma vez a orientação $(112) \langle 1-10 \rangle$. Estas orientações mantêm-se, até que, com 50% de deformação a característica de fibra se torna bem evidente.

Pode-se observar que existe um gradiente na formação da textura de deformação. Há realmente uma forte tendência para a formação das fibras α e γ , contudo no plano da chapa esta formação acontece de forma mais lenta.

Na secção longitudinal, observando a ODF da amostra sem deformação nota-se uma aleatoriedade de textura, com 4 componentes $\{(111) \langle 1-10 \rangle, (111) \langle 0-11 \rangle, (110) \langle 1-13 \rangle, (011) \langle 3-11 \rangle\}$ apresentando uma intensidade de mais ou menos três vezes o aleatório. Com apenas 10% de deformação orientações típicas de α e γ já são identificadas. São elas: $(556) \langle 1-10 \rangle$ (esta orientação está entre $\{111\}$ e $\{223\}$), $(001) \langle 1-10 \rangle$ e $(111) \langle 0-11 \rangle$.

Para as deformações que se seguem, estas fibras se mantêm, apresentando vários componentes ao longo das duas fibras $\langle 110 \rangle // DL$ e $(111) // DN$. No entanto, a partir de 60% da deformação há um notável decréscimo da fibra γ . A única componente que aparece, apresenta uma intensidade de 3 vezes o aleatório. Da

Silva et al (2005) reportaram este enfraquecimento da fibra gama. Em seu trabalho, observaram que a partir de 60% de deformação alguns grãos se alongavam uniformemente, enquanto outros fragmentavam em decorrência da severa deformação plástica. Os grãos que se alongavam tinham em comum a textura formada por componentes de fibra alfa, mais especificamente (112) e (223). Com 90% de deformação a textura praticamente caminha ao longo de alfa, embora pelo menos uma orientação no plano (111) se conserva.

Outro ponto importante, a ser observado é a presença constante da orientação (001) $\langle -1-10 \rangle$.

4.7 Característica microestrutural observado por OIM

Os mapas de OIM/EBSD fornecem informações qualitativas a respeito da microestrutura, nesse caso em particular, microestrutura de deformação. Os mapas de orientação, mostrados nas figuras do apêndice A, foram criados usando os dados obtidos por EBSD/OIM e tratados com o software TSL. Sua coloração esta relacionada à projeção do plano de varredura na figura de pólo inversa. (Bunge, apud Delannay (2001)).

Algumas características da deformação podem ser observadas nestes mapas:

Os grãos pertencentes às seções longitudinais ficam mais alongados, como previsto. Na seção paralela ao plano de laminação, os grãos também se alongam, mas mantêm o formato ao longo dos contornos. Os grãos da seção transversal ao plano de laminação tornam-se mais achatados. Bandas de cisalhamento intragranular, como as vistas por microscopia óptica e eletrônica de

varredura, caracterizadas por linhas a $\pm 40^\circ$ da direção de laminação, são visíveis na seção longitudinal a partir de 40% de deformação. Na seção do plano de laminação pode ser observado que alguns grãos estão subdivididos em lamelas com linhas de deformação a $\pm 40^\circ$ da direção de laminação, como mostrado na figura 4.23.

Figura 4.23 Grão de uma amostra de Fe-Si Com 45% de deformação a frio. As setas indicam linhas de cisalhamento intragranular

Na seção transversal estas linhas não são tão evidentes. No entanto, a deformação causa uma heterogeneidade na coloração dos grãos e um aumento de pixels mal indexados (com baixo índice de confiança) que pode ser regiões mais deformadas e de alta concentração de discordâncias.

A aplicação mais comum do EBSD é a determinação da relação entre microestrutura e cristalografia. Com o EBSD foi possível acompanhar a microestrutura de deformação e sua cristalografia em metais, após várias etapas de deformação plástica.

4.8 Evolução da textura e da microestrutura em função da deformação

O mecanismo de formação de textura de deformação ainda não é completamente entendido e tem sido objetivo de uma série de investigações sistemáticas (Kalindindi et al 2005). Recentemente, o uso de elementos finitos como uma técnica para prever as texturas de deformação tem sido bastante comum, e seus resultados comparados com o de outras técnicas, dentre estas, a de EBSD, pela possibilidade de análise pontual. No entanto, os resultados obtidos por diversas técnicas nem sempre são comparáveis ou semelhantes.

Os resultados apresentados no experimento de acompanhamento de grãos individuais com a deformação fazem parte de um experimento pioneiro e é mais uma tentativa de investigar a formação de textura de deformação para o aço elétrico. Assim, foi possível observar como rotaciona um grão individual em decorrência da laminação a frio, bem como estudar as heterogeneidades de deformação na escala inter e intragranular. Foi possível traçar perfis de diferença de orientação em um mesmo grão até 55% de deformação e mostrar como ocorre a fragmentação a cada passe de deformação.

As figuras (4.24 a, b, c e d) mostram os mapas de EBSD de uma região quadrangular da seção do plano da chapa previamente demarcadas por microindentações para 10, 20, 45 e 55% de deformação respectivamente. Peculiaridades a respeito do experimento estão descritos minuciosamente na metodologia. A partir destas figuras, foram assinalados 38 grãos (figura 4.25).

a)

b)

Figura 4.24 Mapas de EBSD/OIM de uma amostra de Fe-Si laminada na espessura à: a) 10 b) 20 c) 45 e d) 55% de deformação (contínua)

c)

d)

Figura 4.24 Mapas de EBSD/OIM de uma amostra de Fe-Si laminada na espessura à: a) 10 b) 20 c) 45 e d) 55% de deformação

Figura 4.25 Mapa de EBSD com 10% de deformação para uma área previamente demarcada com microindentações

Também foram obtidas as ODFs para cada mapa de EBSD relativo à região demarcada por micro-indentações (ver figura 4.26)

Figura 4.26 ODFs para a área demarcada por microindentações a)10%, b) 20%, c)45% e d)55% de deformação.

Das ODFs da figura 4.26 ressalta-se que já com 10% de deformação há uma textura pronunciada do tipo: $(112)\langle -1-53 \rangle$ com intensidade de 4 vezes a textura aleatória e um pouco da textura tipo $(111)\langle 1-10 \rangle$ com intensidade de 3 vezes a textura aleatória. É importante advertir que essa textura encontrada não representa a textura da chapa completa, pois os números de grãos contidos nesta varredura não são representativos. No entanto, é suficiente para o estudo particular desta área de deformação, uma vez que se deseja estudar a variação da orientação de cada grão individual e sua interação com a vizinhança.

Embora a área apresentada não seja representativa de textura, as ODFs (figura 4.26 a, b, c, d) mostram uma tendência a formação de uma orientação típica de textura laminação a frio. Com 55% de deformação (figura 4.26d) a textura tipo fibra já está bem formada, indicando que o processo de laminação a frio, utilizando o laminador de ourives, mostrou resultado semelhante ao das amostras submetidas à deformação no laminador semi-industrial do IPT.

Algumas características da microestrutura de deformação ficam visíveis ao se comparar a sequência de mapas EBSD/OIM.

Inicialmente observa-se uma diferença de cor entre os mesmos grãos submetidos a vários passes de deformação. O exemplo a seguir (figura 4.27) ilustra este caso para o grão 2 do ábaco da figura 4.25.

Fig.4.27 Rotação do grão 6 do ábaco da figura 5.16 a)10%, b)20%, c)45%, d)55%

Um grão que a 10% de deformação apresenta uma coloração esverdeada, após 20% de deformação encontra-se “lilás”. Esta mudança de cor representa uma

rotação do grão em torno de um eixo, já que cada cor representa um mesmo plano cristalográfico.

Ainda não existe uma explicação de como a rotação de um único grão se dá após a deformação em policristais. Fatores como temperatura de deformação, orientação inicial e orientações dos grãos vizinhos são alguns fatores que determinam diferentes caminhos de rotação de um grão particular. Na tabela do apêndice B, são apresentadas as orientações dos 38 grãos demarcados na figura 4.25, após 10, 20, 45 e 55% de redução por laminação a frio. Também são apresentados no apêndice C, os 38 grãos individualmente e suas respectivas ODFs.

Baseado nas ODFs finais de cada grão individual pertencente a esta região demarcada e na tabela de orientações apresentadas nos apêndice C e B respectivamente, os grãos foram classificados em 4 grupos principais:

- Grupo 1: Grãos com textura inicial próxima a $\{112\} \langle uvw \rangle$ e $\{111\} \langle uvw \rangle$ e com textura final próxima a $\{111\} \langle uvw \rangle$.
1,2,10,16,17,18,20,21,25,26,37 e 38 (12 grãos em 38, ou seja, 31,5% dos grãos)
- Grupo 2: Grãos com textura final próxima a cubo rodado $\{100\} \langle 011 \rangle$
5,8,9,13,19,23,24,29 e 31 (9 grãos em 38, ou seja, 23,6% dos grãos)
- Grupo 3: Grãos com textura inicial e final próximas a $\{112\} \langle 021 \rangle$ a $\{112\} \langle 111 \rangle$ ou $\{113\} \langle 031 \rangle$ a $\{113\} \langle 332 \rangle$.
4,6,7,11,12,15,22,28,30,32,34 (11 grãos em 38, ou seja, 28,9% dos grãos)

Grupo 4: Grãos com orientação inicial e final próximo a $\{110\} \langle 110 \rangle$, porém aproximando-se ainda mais de $\{110\} \langle 110 \rangle$ com a deformação

14,27,35 e 36 (4 grãos em 38, ou seja, 10,5% dos grãos).

A figura 4.28 é uma representação esquemática da disposição da orientação de cada grão individual, separado em seus respectivos grupos, referente aos 38 grãos da amostra demarcada por micro-indentações. Sendo os grãos descritos em preto relativo a 10% de deformação e os grãos descritos em vermelho relativo a 55% de deformação.

Fig. 4.28 Representação esquemática das ODFs referentes aos 38 grãos do ábaco da figura 4.2 sendo a) grãos pertencentes ao grupo 1; b) Grãos pertencentes ao grupo 2; c) Grãos pertencentes ao grupo 3 e d) grãos pertencentes ao grupo 4 (cotinua)

Fig. 4.28 Representação esquemática das ODFs referentes aos 38 grãos do ábaco da figura 4.25 sendo a) grãos pertencentes ao grupo 1; b) Grãos pertencentes ao grupo 2; c) Grãos pertencentes ao grupo 3 e d) grãos pertencentes ao grupo 4

Em uma extensa revisão, Inagaki (1994) descreveu a formação de textura de deformação de um aço baixo carbono. Segundo Inagaki (1994), existem orientações ditas “estáveis” durante a laminação, o que foi baseado também em trabalhos anteriores aos seus, onde a textura de laminação de monocristais foi estudada. Por outro lado, também existem orientações ditas “instáveis” que, tendem a rotacionar para orientações específicas. Estes experimentos de rotação

dos cristais foram também realizados por Inagaki (1994), o qual utilizou várias amostras policristalinas, sendo que cada amostra apresentava diferentes textura e diferente intensidade de textura, tais como, por exemplo, aços obtidos por solidificação direcional. Inagaki (1994) laminou cada amostra com vários graus de redução e acompanhou as mudanças de orientações através por meio de ODFs. Inagaki (1994) concluiu que as rotações do cristal ocorrem ao longo de dois caminhos:

a) $\{001\}\langle 100 \rangle \rightarrow \{001\}\langle 110 \rangle \rightarrow \{112\}\langle 110 \rangle \rightarrow \{223\}\langle 110 \rangle$

b) $\{110\}\langle 001 \rangle \rightarrow \{554\}\langle 225 \rangle \rightarrow \{111\}\langle 112 \rangle \rightarrow \{111\}\langle 110 \rangle \rightarrow \{223\}\langle 110 \rangle$

Portanto, Inagaki, aponta a orientação $\{223\}\langle 110 \rangle$, como sendo uma orientação “estável” para laminação de aços baixo carbono.

Entretanto, no presente trabalho, os dados apresentados na tabela 1 do apêndice B, apontam novos resultados. Aqui as condições de ensaios são um pouco diferente, pois se partiu de uma chapa policristalina com textura “aleatória”. Com exceção do mapa da figura 4.28 c, onde mostra uma textura de deformação atípica, os outros mapas mostram uma forte tendência de rotacionar para a textura de deformação, ou seja, rotaciona para componentes pertencentes à fibra α , fibra γ e cubo rodado. Esta textura de deformação atípica, pode ser explicada pelo fato da textura inicial (ver ODF da figura 4.26a) ser composta de uma forte intensidade de componentes $(112)\langle -1-53 \rangle$ e o nível de deformação não ter sido suficiente para provocar uma rotação que levasse para orientações consideradas mais estáveis. As figuras (4.28 a e b) evidenciam que a maioria dos grãos com textura final próximo a cubo rodado, textura alfa e textura gama (grãos destacados em vermelho), já estavam “próximas” as estas orientações (grãos destacados em preto), com algumas exceções. Com os dados complementares

apresentados nos apêndices B e C (tabela e mapas de grãos individuais e suas ODF's), podemos observar várias características, como:

Grãos que pertencem ao grupo 1, em geral partem da orientação $(112)\langle uvw \rangle$ ou $(223)\langle uvw \rangle$. Grãos que pertencem ao grupo 2, partem da orientação $(013)\langle 2-31 \rangle$ ou de orientações bem próximas a componentes cubo rodado, como as do tipo (114) ou (115) .

Grãos do grupo 3, como já mencionado possuem orientações atípicas e grãos do grupo 4 permanecem estáveis para este grau de deformação, embora apresente uma forte tendência de rotação para a orientação $(223)\langle 1-11 \rangle$. No entanto, estes resultados se deparam com várias exceções. Por exemplo: Grãos 14 e 15 (ver apêndice C) partem de orientações bem próximas e giram para caminhos diferentes. O mesmo acontece com os grãos 1 e 33. Grão 29, embora seja um exemplo único, parte de uma orientação bem próxima a GOSS e gira para cubo rodado. Os grãos 10, 16 e 33, partem da mesma orientação e chegam a uma orientação semelhante, no entanto andam por caminhos diferentes. Outra característica encontrada quando se observa cada o grão individualmente, é que alguns grãos se alongam mais do que outros (ver exemplo do grão 31, apêndice C) e além do mais, outros grãos parecem se subdividir e cada subdivisão parece querer tomar rumos diferentes (ver exemplo do grão 12, com 45% de deformação).

Entretanto, partindo da observação da figura 4.28, onde nota-se que cada grupo de grão “roda” para orientações relativamente próximas, pode-se definir três processos principais: um como “giro” do grão, $\{hkl\} \langle u_1 v_1 w_1 \rangle$ para $\{hkl\} \langle u_2 v_2 w_2 \rangle$, ou seja mantendo-se o mesmo plano (giro em torno do eixo //DN), outro

como sendo “mergulho” do grão, (giro em torno do eixo //DT), o que muda plano e direção.

Uma outra possibilidade seria o giro em torno de um eixo //DL, o que resulta na mudança de $\{h_1 \ k_1 \ l_1\} \langle u \ v \ w \rangle$ para $\{h_2 \ k_2 \ l_2\} \langle u \ v \ w \rangle$, Na prática, os três processos “giro” e “mergulho” são verificados, mas esta classificação entre “giro” //DN e “mergulho” //DT e “giro” em torno de DL facilita a interpretação dos resultados.

Admite-se como hipótese de trabalho que diferentes fatores governam a evolução da orientação durante a deformação plástica. Um destes é o critério de Taylor, que pressupõe que os cinco sistemas de escorregamento que são ativados obedecem ao critério do mínimo trabalho. Isto faria os grãos rotacionar para orientações como $\{111\} \langle uvw \rangle$ (fibra gama) ou $\langle 110 \rangle$ //RD (fibra alfa), a qual inclui a orientação cubo rodado, $\{001\} \langle 110 \rangle$, porém os resultados previstos aplicando-se o critério de Taylor não estão em total concordância com os observados experimentalmente (Van Houtte; Rabet, 1997).

Os mecanismos que levam a formação da textura de laminação a frio ainda não são completamente entendidos e todos os resultados são sempre analisados considerando-se hipóteses. Uma hipótese que poderia ser dada, é que existe uma interação entre grãos vizinhos, na qual deve ser observada a compatibilidade de espaço local (ou seja, a inexistência de vazios ou poros). Em princípio esta interação com a vizinhança poderia alterar a trajetória de mudança de orientação em função da deformação, para manter a compatibilidade local e assim, manter uma textura difusa. Mas, as exceções são poucas e não existem, neste experimento, dois grãos com as mesmas características de orientação e vizinhança que possa comprovar esta hipótese. Além do mais, o ferro α , possui

48 sistemas de escorregamento e com a deformação, sistemas diferentes de escorregamentos podem ser ativados a curta distancia, mudando o caminho de rotação do grão ou de partes do grão. Então, no presente trabalho, avaliou-se que possíveis efeitos de vizinhança não foram significativos. Isso dá suporte às pressuposições adotadas por Van Houtte; Rabet (1997), no qual possíveis efeitos de vizinhança são tidos como muito pequenos, podendo ser considerados como não relevantes no modelamento.

Dos 38 grãos estudados (ver fig 4.28), apenas quatro deles (grãos 4, 29, 35, 34), ou seja, 10,5% espalhados nos 4 grupos partiram de orientações bem distantes para orientações típicas de laminação a frio. Todos os 34 grãos restantes se ajustaram a orientações bem próximas da original, sendo que 23 destes grãos tinham orientações bem próximas às típicas de laminação. Embora, estes dados precisem de um estudo mais detalhado para se chegar a uma conclusão mais precisa, eles sugerem que a orientação inicial do grão é determinante na escolha da trajetória de rotação durante a deformação.

4.9 Fragmentação de grãos

A fragmentação caracteriza-se pela subdivisão de cada grão em regiões onde um número reduzido de sistemas (diferentes) de deslizamento opera, causado diferenças de rotação para cada região e a formação de paredes de discordâncias entre elas (Kestenbach, 2003). A fragmentação pode ser observada na figura 4.29

Figura 4.29 Subestrutura de uma amostra de Fe-Si com 45% de deformação. Contornos pretos representam contornos de alto ângulo > que 15°. Linhas vermelhas representam os contorno de baixo ângulo entre 2 e 10°.

A figura 4.29 é uma ampliação da amostra com 45% de deformação de uma região com acentuada heterogeneidade. Ela mostra que a partir de um nível intermediário de deformação (entre 30 e 40%) inicia-se o aparecimento de subestruturas. Dellaney et al (2001) observaram subestruturas semelhante através de OIM/ EBSD em alumínio laminado a frio, os autores ainda reportaram o aparecimento de blocos de células CBs (“Cell Blocks”), nas mesmas amostras, observados pelo TEM.

Kestenbach (2003) descreve uma situação onde um grão sofreu deformação e, devido à influência dos grãos vizinhos, dividiu-se em regiões distintas (CBs). Conforme Kestenbach (2003), quando sistemas diferentes de deslizamento estão operando, diferentes rotações ocorrem entre as regiões, as quais são compensadas pelo acúmulo de discordâncias de mesmo sinal nos sub-contornos. Estes sub-contornos são denominados GNBs (“Geometrically

Necessary Boundaries”). Os contornos geometricamente necessários são formados por arranjos de discordâncias relativamente complexos.

Quanto maior a deformação plástica, mais GNB's são formados, diminuindo cada vez mais o tamanho médio dos blocos celulares (Cbs). Ao mesmo tempo aumenta a rotação entre os blocos vizinhos. Embora a resolução angular do EBSD não seja suficiente para mostrar a formação destes blocos celulares, ao observar a figura 4.29, podemos verificar que em geral, cada bloco de cores diferentes dentro de um mesmo grão é circundado com contornos de baixo ângulo, que varia de 2 a 8 graus e pode-se supor que estes blocos circundados por contornos de baixo ângulo, são blocos celulares de discordâncias que sofreram rotações em decorrência da deformação.

Uma forma de representar esta rotação ou fragmentação de grãos é através da ferramenta contida no software TSL[®] que representa através de cores a orientação de cada bloco do cristal. Na figura 4.30 são apresentadas dois grãos, que no ábaco da figura 4.25 são indicados como grãos 1 e 26 respectivamente. Os grãos são partes da amostra que sofreram sucessivas deformações de 10, 20, 45 e 55%. Eles estão representados na figura 4.30 alinhados consecutivamente.

Cada cor foi definida de forma aleatória e representa uma diferença de orientação de até 12 graus em relação à região vizinha.

Vale ressaltar que estas representações são variáveis, já que cada cor é uma representação da vizinhança de um ponto qualquer escolhido ao acaso. Uma vez escolhido o ponto e demarcado a sua orientação, o programa define através das condições impostas a ele, que regiões são sombreadas. Muitas vezes até completar totalmente um grão, são escolhidos vários pontos. Nos exemplos da figura 4.30 foram escolhidos até 7 pontos.

Figura 4.30 Representação da orient.cristalog. dentro de um mesmo grão a-d) grão1; e-f) grão26 do ábaco da figura 4.26

A figura 4.30 dá uma idéia de como o processo de laminação a frio opera na microestrutura. A deformação de materiais policristalinos exige um processo de acomodação para que seja conservada a continuidade da deformação através dos contornos (Hansen-1985). O Modelo de Taylor supõe que no agregado policristalino, cada grão sofre a mesma deformação e exige a operação de pelo menos 5 sistemas de deslizamento independentes. Kocks e Canova apud Hansen 1985 sugerem que a continuidade de deformação pode ser mantida com menos que 5 sistemas de deslizamento dependendo do formato geométrico de grãos.

Diferentes sistemas de deslizamento são ativados em diferentes regiões de um determinado grão. Inicialmente o grão se “parte” em 2 ou 3 blocos. Não se sabe até que ponto a interferência do grão vizinho e da orientação inicial é determinante neste processo. Os experimentos deste trabalho sugerem que a influência da orientação inicial é mais representativa. A partir de 45% de deformação observa-se uma “fragmentação” dos grãos. Para Kestenbach (2003) a fragmentação é caracterizada pela subdivisão de cada grão em regiões onde um número reduzido de sistemas de deslizamento opera, causando diferenças de rotação para cada região e formação de paredes de discordância entre elas. Pelo Modelo de Kocks e Canova apud (Hansen 1985) a continuidade da deformação é mantida através de contornos individuais e não simultaneamente no grão completo, ou seja, um determinado conjunto de regiões consegue cumprir o critério de Taylor e deforma em conformidade ao agregado policristalino como um todo.

Uma outra maneira de demonstrar a fragmentação de grão é através da medida de tamanho de grão.

4.10 Medidas de tamanho de grão

Na figura 4.31 são apresentadas medidas de tamanho de grão nas três seções da chapa feita segundo a norma ASTM-112 e segundo o software TSL®

a)

b)

Figura 4.31 Medidas de tamanho de grão. a) Segundo a norma ASTM E-112; b) Medidas de tamanho de grão segundo o software da TSL OIM/analysis

Como esperado o tamanho de grão diminui com a deformação. No plano de deformação esta diminuição é menos acentuada. Pelo método tradicional da ASTM, embora sujeito a erro por ser uma medida visual, o tamanho de grão está compatível com os da literatura. Para a medida pelo software da TSL OIM/analysis as medidas estão bem próximas até mais ou menos 50% de deformação. A partir de 40% de deformação as medidas realizadas segundo o software TSL OIM/analysis caem bruscamente até um tamanho de aproximadamente 5 μm para uma deformação de 90%. 40% de deformação corresponde ao percentual de deformação onde se inicia o fenômeno de “fragmentação” de grão. Fragmentação, como exposto anteriormente, significa subdivisão de cada grão em regiões, causando diferenças de rotação entre estas regiões, que por sua vez causa uma diferença de orientação. Um grão definido pelo software TSL é uma região onde a diferença de orientação entre dois “pixels” adjacentes tem uma diferença de orientação maior do que 15 graus. Portanto cada sub-região de um mesmo grão com diferença de orientação de ponto-a-ponto maior do 15 graus é considerado um novo grão.

A fragmentação de grãos é hoje um aspecto microestrutural importante para o entendimento das texturas de deformação e é fundamental para os modelos que tentam prever as texturas de deformação e recozimento.

É importante observar que a fragmentação embora possa apresentar uma diferença de orientação muito grande, ela está espalhada em torno de uma única orientação.

4.11 Espalhamentos de orientações

O espalhamento de orientação também pode ser medido pelo software da TSL[®]. A diferença entre a medida de orientação cristalina dentro de cada grão e a medida de espalhamento de orientação de um mesmo grão, é que nesta última, independente do ponto inicial escolhido na medida, o espalhamento de orientação será o mesmo.

A figura 4.32 apresenta o espalhamento de orientação para alguns grãos do ábaco da figura 4.25 após sucessivos passes de deformação. O espalhamento é indicado dentro de uma escala de cores, como mostrado na metodologia no capítulo 3. Um “click” em um ponto qualquer do grão será representado pela cor azul. A região azul corresponde à faixa onde o espalhamento é mínimo em relação ao ponto escolhido, isto é, próximo ao ponto inicial. A região vermelha corresponde ao máximo de espalhamento relativo ao mesmo ponto inicial. Esta medida embora representada por uma escala de cores, pode ser representada por um número. O espalhamento de orientação em um grão é determinado calculando o ângulo de diferença de orientação entre todos os pontos do grão. O espalhamento de orientação é a média do valor da diferença de orientação. O valor mínimo encontrado (entre 38 grãos) para um grão com 10% de deformação foi um espalhamento de 2.1 e um espalhamento máximo de 6. Para um grão deformado a 55% o espalhamento mínimo foi de 3.9 e máximo de 18.8

a) 10%-Espalhamento $4,7^{\circ}$

e) 10%-Espalhamento 3.6°

b) 20%-Espalhamento 4.4°

f) 20% Espalhamento 3.6°

c) 45%-Espalhamento 9.8°

g) Espalhamento 9.1°

d) 55%-Espalhamento 3.9°

h) 55% -Espalhamento 9.5°

Figura 4.32 Medidas de espalhamento de orientação

Dos 38 grãos que foram medidos o espalhamento de orientações, observou-se que não há uma diferença expressiva para o espalhamento entre os grãos de fibra α e fibra γ . No entanto há uma tendência nos números que apontam os grãos com menores espalhamentos como sendo os grãos pertencentes à fibra α . O espalhamento de orientações ou diferença de orientação presente em um grão irá depender não só de sua orientação aproximada, mas também dependerá de um número de outros fatores, tais como: tamanho, forma e história da orientação do grão e também de suas vizinhanças. Por isso era de se esperar que esta diferença de espalhamento entre grãos de fibras α e γ não fosse mesmo expressiva, mas representasse ao menos uma leve tendência.

Já está bem estabelecido que gradientes de orientação e níveis de energia armazenada em aços laminados a frio são mais altos em grãos de fibras gama do que em grãos de fibra alfa (Nave, Barnett 2004). Portanto os grãos de fibras γ representam sítios preferenciais de recristalização.

Na figura 4.33 estão representados a orientação para um grão de fibra γ e α que sofreram o mesmo grau de deformação, através da figura de pólo e seus respectivos espalhamentos também em figura de pólo.

Figura 4.33 a) Figura de pólo representando um grão pertencente a fibra γ com orientação $(111)\langle 1-12 \rangle$ b) Espalhamento de orientação representado na figura de pólo para o grão com a orientação da figura a); c) Figura de pólo representando um grão pertencente a fibra α e γ com orientação $(111)\langle 1-10 \rangle$ d) Espalhamento de orientação representado na figura de pólo para o grão com a orientação da figura c)

4.12 Perfis de diferença de orientação.

Nesta seção, será discutido o grau de diferença de orientação dentro de cada grão escolhido aleatoriamente, para as três seções da chapa. Esta diferença de orientação é baseada numa ferramenta contida no software da TSL:

“misorientation profile” onde através de uma linha teste, avalia-se a diferença de orientação de ponto a ponto (linha vermelha) da linha ou de ponto a origem (linha azul).

a)0%

b)10%

c)20%

d)30%

Figura 4.34 Perfis de diferença de orientação obtidos da seção longitudinal da amostra (Continua)

e)40%

f)50%

g)60%

h)70%

i)80%

j)90%

Figura 4.34 Perfis de diferença de orientação obtidos da seção longitudinal da amostra

Os gráficos da figura 4.34 apresentam os perfis de diferença de orientação medidos dentro de um grão, obtidos por EBSD nas seções longitudinais. Conforme ilustrado da figura 4.34(a) a diferença de orientação no interior de um grão recristalizado (sem deformação) não excede 3° , com 10% de deformação esta diferença de orientação está no mesmo patamar. Porém, uma deformação de 20% é capaz de fazer a diferença de orientação no interior do grão aumentar consideravelmente, para 10° (figura 4.34(c)). Em casos mais extremos a diferença de orientação no interior de um mesmo grão pode exceder 40° . De maneira geral aumentando a deformação a diferença de orientação no interior do grão tende a aumentar (Vide figuras 4.34 a b c d e) até certo limite entre 60 e 70% de deformação. A partir deste ponto os grãos tornam-se mais achatados (ver mapas de grão no apêndice A) e as diferenças de orientações menos bruscas, como ilustrados nos gráficos (4.34 g), onde a diferença de orientação dentro de um mesmo grão a partir de 70% de deformação, não excede 15° . A partir de 60% os grãos parecem apresentar uma orientação mais estável, o que leva a uma diminuição na diferença de orientação, embora os grãos de gama, em geral, continuam apresentando grandes diferenças de orientação como apresentados na figura 4.17.

5-Conclusões

Dos resultados obtidos, as seguintes conclusões foram destacadas:

- A técnica de difração de elétrons retroespalhados mostrou-se eficiente para caracterizar a textura e a microestrutura de deformação, mesmo para grandes deformações.
- Bandas de cisalhamento intragranular a aproximadamente 40 graus são observadas em grãos a partir de 40% de deformação por microscopia óptica. Os grãos com bandas de cisalhamento intragranular apresenta níveis de dureza mais elevados em cerca de 0,52 GPa, indicando heterogeneidade de deformação.
- Através dos mapas de qualidade de imagem foi possível observar qualitativamente a distribuição da deformação na microestrutura. Regiões dos contornos de grãos apresentam alta heterogeneidade de deformação relacionada a altas densidades de discordâncias. Esta região do contorno que apresenta os mais baixos índices de qualidade de imagem foi determinada por meio do MEV e corresponde a uma faixa que varia de 1 a 5 μm de largura. Também se observa níveis diferentes de deformação entre grãos. Os grãos com melhores índices de qualidade apresentam uma textura próxima à $\langle 110 \rangle // \text{RD}$. Sendo os grãos de fibras $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ os grãos com maiores níveis de encruamento.

- A textura de deformação em aços baixo carbono laminado a frio é composta basicamente por duas fibras parciais $\langle 110 \rangle // DL$ e $\langle 111 \rangle / DN$. Há um gradiente na formação de textura de deformação, para as diferentes seções da chapa. Embora exista uma forte tendência de formação da fibra α e γ , no plano da chapa esta formação acontece de forma mais lenta. A partir de 40% de deformação alguns grãos se alongam uniformemente, enquanto outros se fragmentam em decorrência da deformação. Os grãos com alongamento uniforme apresentam uma textura formada por componentes de fibra α (112), na qual pertence à orientação cubo rodado e (223)
- Os grãos não rotacionam uniformemente quando submetidos à deformação. Subestruturas de deformação caracterizadas pela heterogeneidade de cores dentro dos grãos sugerem a subdivisão do grão em diferentes tipos e ou níveis. Há uma tendência à formação de orientações mais estáveis, que são as orientações do tipo $\langle 110 \rangle // DL$ e cubo rodado.
- Grãos que pertencem com textura final próxima a $\{111\} \langle uvw \rangle$, em geral partem da orientação (112) $\langle uvw \rangle$ ou (223) $\langle uvw \rangle$. Grãos com textura final próximo a cubo rodado, partem da orientação (013) $\langle 2-31 \rangle$ ou de orientações bem próximas a componentes cubo rodado, como as do tipo (114) ou (115).

- Admite-se como hipótese de trabalho que diferentes fatores governam a evolução da orientação durante a deformação plástica. Um destes é o critério de Taylor que pressupõe que os 5 sistemas de escorregamento que são ativados obedecem o critério do mínimo trabalho. Isto faria os grãos rotacionarem para orientações como $\{111\} \langle uvw \rangle$ (fibra gama) ou $\langle 110 \rangle // RD$ (fibra alfa), a qual inclui a orientação cubo rodado, $\{001\} \langle 110 \rangle$. Porém os resultados previstos aplicando-se o critério de Taylor não estão em total concordância com os observados experimentalmente (Van Houtte; Rabet, 1997). Avaliou-se que possíveis efeitos de vizinhança não foram significativos. Isso dá suporte às pressuposições adotadas por Van Houtte; Rabet (1997), no qual possíveis efeitos de vizinhança são tidos como muito pequenos, podendo ser considerados como não relevantes no modelamento. Além do mais o ferro α , possui 48 sistemas de escorregamento e com a deformação, sistemas diferentes de escorregamentos podem ser ativados a curta distancia, mudando o caminho de rotação do grão ou de partes do grão.
- Dos 38 grãos estudados, apenas 4 deles ou seja, 10,5% partiram de orientações bem distantes para orientações típicas de laminação a frio. Todos os 34 grãos restantes se ajustaram a orientações bem próximas da original, sendo que 23 destes grãos tinham orientações bem próximas às típicas de laminação. Isto sugere que a orientação inicial do grão é determinante na escolha da trajetória de rotação durante a deformação.

- A deformação plástica leva ao aparecimento de subestruturas com diferentes cores, representando diferença de orientação dentro de um mesmo grão. Estes “blocos” de subestruturas são circundados por contornos de baixo ângulo, que variam de 2 a 8 graus. Supõe-se que estes blocos, são blocos celulares de discordâncias que sofreram rotações em decorrência da deformação e se fragmentaram. Inicialmente os grãos se partem em 2 ou 3 blocos. A partir de $\pm 40\%$ de deformação inicia-se o processo de fragmentação. Os tamanhos de grão caem bruscamente até um tamanho de aproximadamente 5 μm , quando as medidas são realizadas segundo o software TSL OIM/Analysis, caracterizando desta forma o processo de fragmentação de grãos.
- A fragmentação leva ao espalhamento de orientações. Há uma tendência nos números que apontam os grãos com menores espalhamentos como sendo os grãos pertencentes à fibra α .
- De maneira geral aumentado a deformação a diferença de orientação no interior do grão tende a aumentar, até certo limite entre 60 e 70%. A partir deste ponto as diferenças de orientações tornam-se menos bruscas.

6. Referências bibliográficas

Acesita- Aço silício como fator de conservação de energia. Catálogo 2.ed s.n.t
2002

Adams, B.L. Orientation imaging microscopy,: emerging and future application –
Ultramicroscopy, vol 67, pp. 11-17 (1997)

American Society for testing Materials (**ASTM**). Standard test methods for
determining average grain size. E112-88. Philadelphia, 1999

Asaro,R.J., Needleman A. -Flow localization in strain hardening crystalline
solids-**Scripta Metallurgica** V.18 p.429

Asaro,R.J., Needleman, A. – Overview n° 42 Texture development and strain
hardening in rate dependent polycrystals- **Acta metallurgica** v.33 p.923 ,1985

Barlow, C.Y., Bay, b., Hansen, N.- Comparative investigation of surface relief
structures and dislocation microstructures in cold-rolled aluminium
**Philosophical magazine A, Physics of condensed matter, Defects and
mechanical properties**, V.51, pp 253-275- 1985

Barnett, M.R., Jonas, J.J. Distinctive aspects of the physical metallurgy of warm rolling-**ISIJ International**., vol. 39pp 856-873, (1999)

Barrett, C.S. Structure of Metals. **McGraw-Hill**, N.Y., 1952.

Bavay,J.C.; Verdum,J. New electrical steel with high permeability. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v.2, p169-72,1993.

Bay, B., Hansen, N., Kuhlmann-Wilsdorf, D. **Materials Science Engineering A** V.113, p.385, 1989

Bishop, J.F.; Hill, R. Phil. Mag., vol. 42, p. 414-427, 1298-1307, 1951.

Bunge, H. J. – Mathematical methods of texture analysis. **Akademie verlag, Berlin**, 1969

Cahn, R.W., Measurement and control of texture: **Materials science and Technology**. Comprehensive treatment weinheim, vol.15, p. 429-484, 1991

Callister, W.D. **Materials science and engineering: an introduction**.Ed. John wiley & sons, Inc. fifth edition. P. 160, 2000

Campos, M.F. Microestrutura, textura e propriedades magnéticas em aços elétricos- **Tese de doutorado- Escola politécnica da USP**, 2000

Campos, M.F.; Takanohashi, R.; Landgraf, F.J.G.; Falleiros, I.G.S.; Fronzaglia, G.C.; Kahn, H. The effect of hot band grain size on the texture of recrystallized 1.25%Si electrical steels. **Acta Microscopica**, v. 8, Supplement A, p. 297-298, October 1999.

Cullity, B.D. Magnetic anisotropy. In Introduction to magnetic materials. Reading, Addison-**Wesley Publishing Company**, 1972. 666p 209

Vanderschueren, D. Yoshinaga, N. Koyama, K. **ISIJ International** V.36 pp. 1046-1054 (1996)

Da silva, M.C.A; Campos, M.F., Landgraf, F.J.G., Falleiros, I.G.S- Estudio sobre orientaciones y heterogeneidades en la deformación de un acero eléctrico de grano no orientado laminado en frío. In: III congreso internacional de materiales-Simposio materia 2005. VIII congreso nacional de corrosión y protección, cartagena de índia- Colombia-2005. **Anais...** Cartagena de indias 2005

Da Silva, M.C.A; Campos, M.F.; Landgraf, F.J.; Falleiros, I.G.S.- Heterogeneidades de deformação a frio de um aço elétrico com 1,25 Si, 61° Congresso anual da ABM 2006 **Anais...** Rio de janeiro 2006

De Castro, Estudo da laminação de encruamento e do recozimento final em aços elétricos GNO semi-processados- **Dissertação de mestrado Universidade Federal de São Carlos**-2006, 61p.

Delannay, L., Mishin, .V., Juul Jensen, D., Van Houtte, P. –Quantitative analysis of grain subdivision in cold rolled aluminium, **Acta materialia**, v.49pp.2441-2452, 2001

Dillamore, I.L.; Morris, P.L.; Smith, C.J.E.; Hutchinson, W.B. *Transition Bands and Recrystallization in Metals*. **Proceedings of Royal Society of London A**, v. 329, p. 405-420, 1972.

Engler,O.; Jura,J.; Matthies,S. Automatic analysis of electron backscatter diffraction patterns **Metallurgical transactions A**. vol..23, pp. 759-767 1999

Field D.P., Recent advances in the application of orientation imaging-**Ultramicroscopy**, vol.67, pp. 1-9, (1997)

Fonseca, A.J.F. Aços elétricos; propriedades e aplicações. Timóteo, **acesita**, 1999

Godec, M; Jenko, M.; Mast, R.; Grabke, H. J. Texture measurement on electrical steels alloyed with tin. **Vacuum**. v.61, 151-155p. 2001.

Gorelik, S.S.: **Recrystallization in metals and alloys**, Moscow, Mir 1981

Hansen, N, Hughes, D.A., **physical state solid b)** vol. 149, p. 155 ,1995

Hansen, N. –Cold deformation microstructure-**Materials Science and technology**, v.6, p.1039-1990

Hansen, N., Polycrystalline Strengthening-**Metallurgical transaction A** V.16A p.2167 (1985)

Hatherly, M.- The microstructure of deformed metals-**Scripta metallurgica et materialia**, v. 27 p. 1453-1455, 1992

Hughes, D.A., Hansen, N.- High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms- **Acta metallurgica** pp 3871-3886, 1997

Hughes, D.A., Hansen, N.; **Acta materialia** V. 45, p. 3817, 1997

Hull D., Bacon D.J. - **Introduction to dislocations**- third edition-V.37-University of Liverpool, Pergamon Press-1984

Humphreys, F.J.; Hatherly, M. Recrystallization and related annealing phenomena **U.K., pergamon**, 1996

Humphreys, F.J.- Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD)-**Scripta materialia**-2004

Humphreys, F.J.- Grain and subgrain Characterisation by electron backscatter diffraction-**Journal of materials Science** V.36-3833-3854-2001

Hutchinson, B. Deformation microstructures and textures in steels. **Phil. Transaction. R.S.London**.v.357, p1471-1485, 1999

Inagaki, H. Fundamental Aspect of Texture Formation in Low Carbon Steel. **ISIJ International**, v. 34, n° 4, p. 313-321, 1994.

Inagaki, H. Stable End Orientations in the Rolling Textures of the Polycrystalline Iron. **Z. Metallkde.**, Bd. 78, H. 6, p. 431-439, 1987.

Isabell, T.C., Dravid, V.P. Resolution and sensitivity of Electron Backscattered Diffraction in a cold field emission gun SEM- **Ultramicroscopy**, V.67, pp. 59-68, (1997)

Kalidindi, S.R., Bhattacharyya, A., Doherty, R.D.-Detailed analyses of grain-scale plastic deformation in columnar polycrystalline aluminium using orientation image mapping and crystal plasticity models- **The royal society**, V.460 pp.1-22 (2004)

Keh, A.S & Weissman, S.: Deformation structure in body-centered cubic metals.
In: Thomas, G. & Washburn, J.(eds.); **Electron Microscopy and Strength of Crystals**, Interscience, New York, p.231-300, 1963

Keller, R.R.; Roshko, A.; Geiss R.H.; Bertness K.A.; Quinn, T.P.- EBSD Measurement of strains in GaAs due to oxidation of buried AlGaAs layers. **Microelectronic Engineering**, vol.75. pp 96-102, 2004.

Kestenbach, H.J. Estudos de textura no microscópio eletrônico de transmissão. **II workshop sobre textura e relações de orientação “deformação plástica, recristalização, crescimento de grão”** ed. Por André Paulo tchiptschin /e outros/. São Paulo:IPEN, 2003.

Kestens, L.; Jonas,J.J.; Van Houtte,P.; Aernoud,E. Orientation selective recrystallization of nonoriented electrical steels. **Metallurgical and Materials transactions A**, V.27A, p.2347-58,1996

Kocks, U.F., Simulation of deformation texture development for cubic metals.In: U.F.Kocks, C.N. Tome and H.-R.Wenk. Texture and anisotropy. Cambridge, U.K., **Cambridge University Press**, p. 390-418 1998

Kocks, U.F., Tome C.N. and Wenk H,-R. - Texture and Anisotropy- **Cambridge University press**- 1998

Landgraf F.G.; Takanohashi, R.; Campos, M. F. 2001a. Tamanho de grão e textura dos aços elétricos de grão não orientado. In: **Workshop sobre textura e relações de orientação: Deformação plástica, recristalização, crescimento de grão**, Escola Politécnica de Universidade de São Paulo. **EPUSP**, 2001b. 161-188p.

Landgraf, F.J.G Aços carbono e aços silício para fins elétricos-Curso organizado pelo laboratório de metalurgia do pó e materiais magnéticos-<http://www.ipt.br/dimet/mag.htm>- São paulo-2001a

Landgraf, F.J.G.; Takanohashi, R.; de Campos, M.F. Tamanho de grão e textura nos aços elétricos de grão não-orientado. In: **Workshop sobre textura e relações de orientação: Deformação Plástica, Recristalização, Crescimento de Grão**, p. 161-188, 2001.

Landgraf, F.J.G.; Takanohashi, R.; de Campos, M.F. Tamanho de grão e textura nos aços elétricos de grão não-orientado. In: **Workshop sobre textura e relações de orientação: Deformação Plástica, Recristalização, Crescimento de Grão**, p. 212-246, 2003.

Li, B.L., Godfrey, A, Liu, Q Subdivision of original grains during cold-rolling of interstitial-free steel- **Scripta materialia**, v.50, pp.879-883, 2004

Lyudkovsky, G.; Rastogi, p.k. effect of ntimony on recrystallization behavior and magnetic properties of a nonoriented silicon steel. **Metallurgical transaction A**, v. 15, p. 257-260, 1984

Mannheimer, W.A. Microscopia dos materias –uma introdução. Sociedade brasileira de microscopia e microanálise- **e-papers serviços editoriais Ltda**- Rio de janeiro,2002

Nave, M.D., Barnett, M.R., Fragmentation of orientation within grains of a cold-rolled interstitial-free steel-**Isij international**, vol.44 pp. 187-196, 2004

OIM analysis for windows, version 3.10, Help, TexSEM laboratories, inc, 2003

Pinto, A.L., Lopes, A.M. A utilização da técnica de EBSD em estudos de microtextura e mesotextura-II **Workshop sobre textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão**. 2ª edição ,2003

Pinto,A.L; Lopes,A.M.;- A utilização da técnica de EBSD em estudos de microtextura e mesotextura-II **workshop sobre texturas e relações de orientação**-p 449. 2003

Rajan, K.; Petkie, R.; Microtexture and anisotropy ub wire drawn copper. **Materials science and Engineering A**, v.257.p.185-197, 1998

Randle V., Ralph ,B., Dingley D.J. -**Acta Metallurgica** vol.36, pp267, 1988

Randle, V. Microtexture determination and its applications. The institute of materials, London 1992

Randle, V., Engler, O., Introduction to textures analyses macrotexture, microtexture and orientation mapping. **Gordon and Breach Science publisher**, Amsterdam, p. 388, 2000

Ray, R.K, Jonas,J.J. Hook, R.E –Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels- **International materials reviews**, vol.39, pp 129-171, 1994

Ray, R.K., Jonas J.J.and Hook R.E.- Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels. **International Materials reviews**,v.39, n.4, p.129-72, 1994

Reglé H. In: Gosttein G, Molodov, DA, Editors proc. **First joint International Conference on recrystallization and Grain Growth**, pp. 707-17,2001

Sandim H.R.Z. - Heterogeneidades de deformação: Uma visão microscópica-II **workshop sobre Textura e Relações de Orientação-EPUSP-IPEN-IPT-p-23**, 2003

Sevillano ,J.G. **Materials Science and Technology-** Plastic Deformation Fracture of MaterialsV.6 ,p. 109, 1993

Sevillano J.G., Houtte P.V. and Aernoudt E. - Large Strain Work Hardening and Textures- **Progress materials Science**, vol. 25. p.135 1981

Takanohashi, R. Efeito do tamanho de grão inicial e de um recozimento intermediário na microestrutura e textura cristalográfica de aços elétricos, **dissertação de mestrado-Escola Politécnica da USP-2004**

Taylor, G.I.; Plastic strain in metals. **J.Inst.Metals**, V.62, p.307-324, 1938.

Urabe, T., Jonas, J.J. Modeling texture changes during the recrystallization of an IF steel. **ISIJ International.**, v.34, n.5, p.435-442, 1994

Van Houtte, P. Microscopic Strain Heterogeneity and Deformation Texture Prediction. Proc. ICOTOM 11: the eleventh international conference on textures of materials, (ed. Z. Liang, L. Zuo, Y. Chu), Vol. 1, **International Academic Publishers**, p. 236-247, 1996.

Van Houtte, P.; Rabet, L. Generalization of the relaxed constraints models for the prediction of deformation textures. **Revue de Métallurgie**, p.1483-1494, 1997.

Verhoeven, J.D. **Fundamentals of Physical Metallurgy**. John Wiley & Sons, New York, 1975.

Verlinden B, Samajdar I, van Houtte P. In: Sakai T, Suzuki HG, **4th International conference on recrystalization and Related phenomena**, Japan institute of Metals, pp 373-8, 1999

Viana C.S.C. - Deformação, Recristalização e textura-**Apostila do curso de educação continuada da associação brasileira de metalurgia e materiais**. 2001 p.16

Walter, J.L.; Koch, E.F. Electron microscope study of the structures of cold-rolled and annealed (100)[001] crystals of high-purity silicon-iron. **Acta Metallurgica**, vol. 10, p.1059-1075, Nov. 1962.

Wright, S.I., Adams, B.L. Automatic analysis of electron back scatter diffraction in materials science, cap 5 , pp 51-64, **plenum Publishers**, Nova Iorque (2000)

Apêndice A- Mapas de EBSD e mapas de auto-grão de 0 a 90% de deformação por laminação a frio (Continua)

Apêndice A - Mapas de EBSD e mapas de auto-grão de 0 a 90% de deformação por laminação a frio (Continua)

Apêndice A- Mapas de EBSD e mapas de auto-grão de 0 a 90% de deformação por laminação a frio (Continua)

Apêndice A - Mapas de EBSD e mapas de auto-grão de 0 a 90% de deformação por laminação a frio (Continua)

Apêndice A Mapas de EBSD e mapas de auto-grão de 0 a 90% de deformação por laminação a frio (Continua)

Apêndice A Mapas de EBSD e mapas de auto-grão de 0 a 90% de deformação por laminação a frio (Continua)

Apêndice B Identificação da orientação de cada grão individual com relação ao grau de deformação do ábaco da figura 4.24(continua)

Grão	10%	20%	45%	55%
1	(112)<0-21>	(332)<1-10>	(332)<1-10>	(111)<0-11> (111)<1-10>
2	(112)<1-31>	(223)<1-21> (221)<2-32>	2a) (111)<1-21> (111)-1-12) 2b) (221)<2-32> (112)<1-31)	(111)<1-12> (111)<1-21>
3	(221)<1-10>	(112)<1-31> 30X	(221)<2-21> (112)<1-52>	(332)<2-32> 10X (223)<1-31> 15X
4	(013)<0-31>	(014)<0-41>	(041)<0-41> (115)<-1-92>	Não identificado
5	(221)<1-22>		(013)<2-31> (114)<6-101>	Não identificado
6	(012)<2-21> (112)<0-21>	(112)<-1-11>	(112)<1-11>	(332)<1-21> (112)<1-11>
7	(114)<-1-31>	(112)<-1-32>	(112)<1-32>	(221)<1-10> (112)<1-32>
8	(112)<-1-32>	(012)<1-21> 24X	(013)<2-31>	(001)<1-10> * (014)<<1-10> (031)<2-31>
9	(113)<0-31>	(014)<1-31> (115)<-1-30>	(014)<1-10> (114)<-1-21>	(113)<-1-23> (014)<1-10>
10	(112)<-1-32>	(332)<1-33> (223)<1-32> (111)<1-10>	(223)<-1-32> (332)<1-33> (111)<1-10>	(332)<1-21> (223)<-1-22>
11	(113)<1--21>	(113)<0-31>	(112)<0-21> (117)<0-10>	(112)<-1-32>
12	(114)<-3-52>	(112)<1-11>	(221)<1-814> (112)<4-61> (112)<0-31>	(112)<-1-11>
13	(113)<1-10>	(113)<-1-10>	(113)<-5-112> (014)<2-41>	(001)<1-10> * (014)<<2-30> (031)<2-31>
14	(023)<2-32>	(011)<2-33> (331)<1-10>	(011)<1-22> (110)<1-10>	(011)<1-10> (110)<1-10>
15	(012)<2-21>	(012)<2-21>	(012)<2-21> (110)<1-10>	(013)<3-31> (113)<-3-32>
16	(112)<-1-32> (221)<1-22>	(223)<-1-22> (332)<-1-33> (111)<-1-10>	(012)<2-21> (021)<2-12> (331) <2-33>	(332)<3-53> (223)<3-34>>
17	(023)<2-32>	(332)<1-21>	(332)<1-21> (223)<-1-11>	(332)<2-31> (223)<-1-22>
18	(112)<1-10>	(221)<0-12> (112)<1-20>	(332)<0-11> (112)<1-10>	(223)<1-10> (332)<1-33>
19	(031)<3-13>	(014)<1-10> (115)<1-10>	(001)<-1-10> (117)<1-10> (016)<6-61>	(001)<2-30> (001)<2-30>
20	(223)<-1-22>	(223)<1-22> (332)<1-10> (111)<0-11>	(223)<-1-22> (332)<1-10> (111)<1-10>	(111)<1-10> (223)<-1-22>

21	(223)<0-32>	(112)<1-32>	(332)<1-10> (223)<0-32>	Grão extremamente fragmentado. Parte assumiu a orientação do grão 20
22	(332)<1-10> (112)<0-21>	(112)<-1-32>	(221)<1-22> (112)<-1-32>	(331)<2-33> (112)<-1-32>
23	(115)<3-72>	(016)<2-10> (001)<1-20> (119)<-1-20>	(116)<-7-13> (016)<4-61>	(001)<1-20> (115)<-1-20>
24	(112)<3-51>	(332)<1-21> (223)<1-10>	(012)<1-10> (112)<1-41>	Assumiu a orientação do grão 23
25	(223)<1-32> (332)<1-33>	(111)<0-11> (111)<1-10>	(332)<1-33> (111)<1-10>	(223)<0-32> (332)<1-33>
26	(111)<0-10> (111)<1-10>	(332)<0-11> (223)<0-32> (111)<1-10>	(221)<0-23> (111)<1-10>	(223)<0-32> (332)<1-10>
27	(023)<3-21>	(221)<2-32>	(011)<1-11>	
28	(112)<-1-11>	(114)<2-21>	(013)<1-31> (113)<-3-32>	(112)<-1-32> (113)<-1-21>
29	(441)<-1-18> (023)<100>	(221)<-1-14> (112)<-1-31>	(014)<100> (115)<0-1-0>	(001)<1-10> (115)<1-10>
30	(041)<100> (118)<0-10>	(041)<100> (114)<-1-30>	(041)<3-14> (114)<-2-21>	(114)<-1-30>
31	(013)<3-31>	(114)<-2-21>		(001)<1-10> (113)<-3-32>
32	(113)<0-31>	(112)<1-62>	(013)<0-31> (113)<0-10>	(013)<1-31> (112)<1-31>
33	(112)<-1-32>	(112)<1-32>	(223)<-1-22> (112)<-1-22>	(221)<-3-34> (223)<-1-22>
34	(331)<2-33>	(331)<2-33> (113)<-3-32>	(113)<-3-32>	(113)<-1-21>
35	(441)<8-94>	(110)<2-21> (011)<1-22>	(110)<7-73> (011)<3-77>	(110)<3-32> (011)<3-44>
36	(023)<2-32>	(331)<1-23>	(110)<2-21> (011)<1-22>	(110)<7-73> (112)<-1-11>
37	(112)<5-92>	(552)<0-25>	(221)<-1-14> (223)<2-52>	(445)<6-114> (332)<-1-13>
38	(331)<0-13>	(223)<5-82> (332)<-1-36>	(223)<5-82> (554)<-1-35>	(111)<2-31> (111)<-1-12>

Apêndice C Grãos individuais do ábaco da figura 4.24 e suas respectivas ODFs
Grão 1

Grao2

Grao3

Grão 4

Grão 5

Grão 6

Grão 7

Grão 8

Grão 9

Grão 10

Grão 11

Grão 12

Grão 13

Grão 14

Grão 15

Grão 16

Grão 17

Grão 18

Grão 19

Grão 20

Grão 21

Grão 22

Grão 23

Grão 24

Grão 25

Grão 26

Grão 27

Grão 28

Grão 29

Grão 30

Grão 31

Grão 32

Grão 33

Grão 34

Grão 35

Grão 36

Grão 37

Grão 38