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

ESTUDO DO DESENVOLVIMENTO DA TEXTURA
DURANTE A RECRISTALIZAÇÃO PRIMÁRIA DE
AÇOS FERRÍTICOS POR
DIFRAÇÃO DE RAIOS X E
DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS

MARJORIE LÖW

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

ORIENTADOR: NELSON BATISTA DE LIMA

São Paulo

2006

AGRADECIMENTOS

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

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, CNPq, pela bolsa concedida e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, FAPESP, pelo auxílio financeiro à esta pesquisa.

Ao Dr. Nelson Batista de Lima, pela orientação e confiança no desenvolvimento deste trabalho.

Ao Dr. Waldemar Monteiro, pela atitude de sensível profissionalismo e confiança.

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

Ao MSc. Sérgio Carvalho de Moura, pelo trabalho de tratamento térmico das amostras.

Ao colega Rene Ramos de Oliveira, pelos ensinamentos e auxílios no laboratório de difração de raios X.

À Engenheira Amanda Abati Aguiar, pelos ensinamentos para o polimento das amostras.

Ao colega Glauson Aparecido Ferreira Machado, pelo auxílio no laboratório de metalografia para preparação de amostras.

À minha querida mãe pelos inestimáveis incentivos de uma vida toda.

Ao meu marido, Hélio, que sempre acreditou em mim.

A todos que participaram direta ou indiretamente da realização deste trabalho.

Aos meus amigos de jornada.

Meus sinceros agradecimentos.

**ESTUDO DO DESENVOLVIMENTO DA TEXTURA DURANTE A
RECRISTALIZAÇÃO PRIMÁRIA DE AÇOS FERRÍTICOS POR
DIFRAÇÃO DE RAIOS X E
DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS**

MARJORIE LÖW

RESUMO

A difração de raios X e de elétrons retroespalhados, em escalas distintas, foram aplicadas para acompanhar mudanças microestruturais em dois aços ferríticos baixo carbono (2%Si e ABNT 1006), observando-se o desenvolvimento da textura nas etapas de laminação a frio (*skin-pass*) e recozimento a 760 °C.

Para ambos os aços, os resultados permitiram afirmar que o fenômeno que ocorre após a laminação por *skin-pass* e tratamento térmico, nas condições deste trabalho, é a recristalização primária. A aplicação do *skin-pass* criou mais discordâncias em grãos com baixo fator de Taylor por sofrerem mais deformações. Observou-se a nucleação e crescimento de grãos em regiões de grande densidade de células de discordâncias. A presença do silício atrasou a recuperação favorecendo o aumento de subcontornos. Não foi observado o crescimento anormal de grãos, nem em função da presença de grãos Goss. Os contornos CSL não garantiram o crescimento do grão. Núcleos de crescimento de grãos deram origem a grãos com orientações distintas, indicando que o crescimento de grãos não dependeu da existência prévia de grãos com as orientações desenvolvidas, demonstrando que o crescimento anormal de grãos não está relacionado necessariamente com os grãos Goss.

**TEXTURE DEVELOPMENT STUDY DURING
THE PRIMARY RECRYSTALLIZATION OF FERRITIC STEELS
BY USING X RAY AND
ELECTRON BACKSCATTERING DIFFRACTION**

MARJORIE LÖW

ABSTRACT

X ray and electron backscattering diffraction, in distinct levels, were applied to evaluate microstructural changes in two low carbon ferritic steels (2%Si and ABNT 1006), observing the texture development in cold lamination step (skin-pass) and in the subsequent annealing at 760 °C.

In these two steels, results showed that after the skin-pass and annealing in the conditions of the present work, the observed phenomenon is the primary recrystallization. By applying skin-pass dislocations were introduced mostly in low Taylor factor grains as they are prone to be more deformed. Nucleation and grain growth were observed in high density dislocation cell regions. Silicon presence delayed the recovery favoring the sub-boundaries increase. It was not observed the abnormal grain growth, even in the presence of Gross grains. CSL boundaries did not guarantee the grains growth. Growing nuclei gave rise to grains with distinct orientations, showing that the grain growth was not dependent on the previous presence of grains with the developed orientation. This fact demonstrates that the abnormal grain growth is not necessarily related to the Gross grains.

ÍNDICE

	Página
1. Introdução	1
1.1 – Aço Elétrico	1
1.2 – Textura nos Aços Elétricos	5
1.3 – Relevância do Trabalho	11
2 - Objetivos	11
3 – Fundamentos Teóricos	12
3.1 – Textura Cristalográfica	12
3.1.1 – Difração de Raios X	14
3.1.2 – O Método Schulz de Reflexão	15
3.1.3 – Função Distribuição de Orientação, FDO	24
3.1.4 – Figuras de Fibra	28
3.1.5 – A Técnica da Difração de Elétrons Retroespalhados	29
3.1.6 – Aplicações da Difração de Elétrons Retroespalhados	32
3.1.6.1 – Medição de Tamanho de Grãos e Subgrãos	33
3.1.6.2 – Microtextura e Textura	33
3.1.6.3 – Energia Armazenada	36
3.1.6.4 – Natureza do Contorno	36
3.1.6.5 – Microscopia por Imagem de Orientação, MIO	38
3.5 – Sítios de Coincidência (<i>Coincidence Site Lattice</i> , CSL)	39
3.6 – Fator de Taylor	42
3.7 – O Estado Encruado	44
3.7.1 – Desenvolvimento de Textura de Laminação e Microtextura	46
3.8 – O Tratamento Térmico	48
3.8.1 – Recuperação	49

3.8.2 – Recristalização	51
3.8.3 – Crescimento de Grão	53
3.8.4 – Textura de Recristalização	55
4 – Literatura Pertinente ao Trabalho	57
5 - Procedimento Experimental	75
5.1 – Aço 2%Si e Aço ABNT 1006	75
5.2 – Tratamento Termo-Mecânico	76
5.2.1 – Materiais <i>como recebidos</i> . Histórico	76
5.2.2 – Tratamento Térmico em Atmosfera Controlada	78
5.3 – Técnicas Experimentais	78
5.3.1 – Difração de Raios X, XRD	78
5.3.2 – Difração de Elétrons Retroespalhados, EBSD	79
6 - Resultados e Discussão	81
6.1 – Avaliação da Textura por Difração de Raios X	81
6.2 – Resultados por EBSD	86
6.3 – Evolução do Crescimento dos Grãos	97
6.4 – Fator de Taylor	110
6.5 – Os Contornos CSL e as Relações de Desorientação	121
6.6 – Ângulos de Desorientação	126
6.7 – Outras Observações	130
7 - Conclusões	137
8 - Referências Bibliográficas	141

1 - INTRODUÇÃO

1.1 – Aço Elétrico

Aços baixo carbono contém entre 0,05% e 0,3% em carbono. O aço ABNT 1006 que foi utilizado neste trabalho poderá conter no máximo 0,08% de carbono, 0,04% máximo de fósforo, 0,05% máximo de enxofre e entre 0,25 e 0,45% de manganês. Esses aços são dúcteis sendo capazes de sofrer estampagem e laminação para inúmeras aplicações. Quando esses aços são produzidos para aplicações em componentes elétricos e magnéticos, são chamados de aço elétrico. Não há uma composição química definida para esses aços. A partir da caracterização como baixo carbono, a composição pode variar segundo a necessidade e o custo. No produto final, o teor de carbono esperado não deve ultrapassar 0,003%. Teores mais elevados são tolerados desde que se aplique uma etapa de descarbonetação no recozimento final. Um aço elétrico é uma liga magnética macia muito utilizada como núcleo de componentes de geração e distribuição de energia justamente por apresentar boa condução do fluxo magnético. Considerando-se motores elétricos de diversas dimensões, transformadores, geradores entre outros equipamentos elétricos, os aços elétricos estão presentes no nosso cotidiano sem que percebamos. Assim, o aprimoramento desse material é uma preocupação constante, principalmente, quando se considera que uma fração significativa da energia elétrica gerada é utilizada para a alimentação de motores elétricos. Uma das buscas das pesquisas é a diminuição das perdas

de energia principalmente devido à geração de calor nesses equipamentos elétricos (FISCHER e SCHNEIDER, 2003).

Essa propriedade magnética dos aços elétricos que o faz estar presente em tantas aplicações, depende diretamente da microestrutura do material, mais especificamente da orientação cristalográfica dos grãos (anisotropia), CUNHA e col., 2003. Em função disso, é necessário que se conheça e controle a microestrutura do material em relação, por exemplo, à direção de laminação da chapa que dará a forma do produto final. Um parâmetro que pode ser acompanhado é a permeabilidade magnética que varia em função do ângulo formado com a direção de laminação. Esse comportamento é apresentado por LANDGRAF e col., 2001, Figura 1, onde se verifica a variação da intensidade de indução a partir da aplicação de um campo magnético de 50 A/cm (B_{50}) e das perdas totais medidas a 1,5T e 60Hz. Em aços desse tipo, essas variações estão relacionadas com a presença de componentes de textura como a Goss (110)[001] que geram anisotropia e que são comumente observados na textura de recristalização de aços elétricos.

O efeito da direção de laminação também foi documentada por HEO e col., 1998, estudando variação na direção de laminação a quente de um aço silício (3%) e medindo-se a indução magnética B_{10} . De BOER e WIETING, 1998, também observaram, além de outros fatos, a variação da indução magnética B_{25} em função do ângulo da laminação.

O grau de redução aplicado na laminação a frio também irá influenciar a magnetização do aço silício. Segundo LANDGRAF e col., 2001, há um ganho na propriedade magnética com redução de até 70%, Figura 2. As perdas não se alteram significativamente.

Figura 1: Variação do parâmetro indução B_{50} e das perdas totais a (1,5T e 60 Hz) em função do ângulo formado entre o campo magnético aplicado e a direção de laminação de um aço com 3% de silício.(LANDGRAF e col., 2001).

Figura 2: Efeito do grau de redução a frio na permeabilidade e perdas magnéticas após recozimento final (LANDGRAF e col., 2001).

Uma das formas de se obter um aço com propriedades magnéticas acentuadas é a adição de silício. Essa liga, chamada aço silício, apresenta uma resistividade elétrica mais acentuada, menor perda por histerese, maior permeabilidade e praticamente elimina o efeito de envelhecimento. Resistividades elevadas diminuem a perda pelo núcleo reduzindo o componente da corrente parasita (*eddy current*).

Os aços silício não-orientados são usados largamente em aplicações de baixo custo e de baixa perda (motores elétricos, principalmente). Os aços elétricos orientados têm aplicações importantes na geração e distribuição de energia elétrica (USHIGAMI e col., 2003). Os processos de magnetização do material dependem de diversas variáveis, tais como, impurezas, orientações e tamanho dos grãos, espessura da chapa e qualidade da superfície. Eliminando-se as impurezas consegue-se um grande avanço nas propriedades magnéticas. O carbono deve ser removido antes do recozimento para que a liga desenvolva a textura final.

As impurezas presentes ou elementos de liga que são adicionados em pequenas quantidades contribuem para a definição das propriedades do material. Devem ser controladas a presença de enxofre, nitrogênio e oxigênio para que sulfetos, nitretos e óxidos não formem inclusões que poderão interferir no desenvolvimento do grão e da textura com conseqüências negativas para os parâmetros magnéticos. Além do silício, o alumínio também é adicionado em teores de no máximo 0,5-1,0% para melhorar o parâmetro magnético da liga. Uma provável explicação (SHIMANAKA, 1982) é que essa adição num aço a 3% de silício ocorre a eliminação da fibra $\langle 111 \rangle$ intensificando componentes próximos à orientação Goss. O desenvolvimento dessa textura tem efeito mais significativo nos aços de grão orientado. O teor de silício determina a fase do aço silício após a deformação a quente. Segundo MOSELEY e col., 2005, aços com 1 % de silício irão apresentar 100% de fase austenita (CFC) se o teor de silício for de 1% ou 100% de ferrita (CCC) para teores entre 2,4 e 3 %.

1.2 – Textura nos Aços Elétricos

Certamente, o desenvolvimento do estudo da textura em materiais teve um grande avanço nos últimos 20-30 anos, em função do acúmulo dos dados produzidos e informações extraídas dessa compilação e também pelo advento e disponibilidade de novas técnicas instrumentais e do aumento da capacidade de processamento que possibilitou a apresentação de figuras tridimensionais e a experimentação de modelos matemáticos mais detalhados. Porém, ainda não ocorreu o consenso da comunidade de especialistas para que se expliquem os fenômenos que ocorrem nos materiais nos níveis da discussão atual. Visualizando essa situação, o presente trabalho foi direcionado ao estudo de aços ferríticos de grão não-orientado com baixa deformação, pois para essa classe de liga muitas contribuições ainda são necessárias.

O mecanismo para o crescimento de grãos com orientação cubo-na-face (*cube-on-edge*) durante o crescimento final ainda não é completamente entendido. Acredita-se que o processo envolva uma etapa de recristalização secundária caracterizada pelo crescimento acelerado de um conjunto de grãos em uma matriz já recristalizada. A incorporação de inibidores no material auxilia no controle do crescimento dos grãos que não podem crescer mais do que certas dimensões determinadas às custas de seus vizinhos. Esses inibidores podem ser, por exemplo, MnS, carbeto, óxidos ou nitretos (SIDOR e KOVAC, 2005, HOMMA e HUTCHINSON, 2003, PARK e col., 2002). A presença de alguns elementos, por outro lado, pode ter efeito indesejável. O cobre, por exemplo, se presente juntamente com um inibidor fraco irá diminuir o valor da indução magnética B_{10} (HARASE e SHIMIZU, 2003). Aplicando-se uma seqüência adequada de operações de laminação a frio e recristalização, o produto final irá apresentar núcleos de recristalização secundária adequados e textura apropriada (Goss), (SIDOR e KOVAC, 2005, HOMMA e HUTCHINSON, 2003). Como dito previamente, esses inibidores poderão estar presentes na forma de impurezas formando inclusões. O mecanismo de desenvolvimento da textura e controle do tamanho dos grãos considera que ao redor dessas inclusões a deformação plástica resultante gera uma região com orientação cristalográfica aleatória, mesmo sendo considerados sítios privilegiados de nucleação. Por outro lado, se a nucleação se iniciar a partir de bandas de

deformação ou contornos de grão, a orientação da matriz deformada irá gerar uma intensa textura de recristalização.

Duas classes desses aços foram organizadas a partir da textura do material produzido: aços elétricos de grãos orientados e aços elétricos de grãos não-orientados.

Aços elétricos de grãos orientados cujas aplicações são transformadores para geração e distribuição de energia elétrica, entre outras, são caracterizados por uma composição química mais restrita e, conseqüentemente, mais controlada do que os aços elétricos de grãos não-orientados. Aplicando-se uma seqüência de laminação e recozimento consegue-se atingir a textura desejada (HAYAKAWA e KUROSAWA, 2002), porém o material deverá se manter praticamente numa única fase ao longo de todo o processo e em especial no recozimento final, já que a transformação de fase altera a textura do material. Esses aços apresentam a textura Goss, $\{110\}<001>$, mais acentuada. Em 1934, Norman P. Goss apresentou um processo termomecânico para a obtenção de chapas de aço silício com essa textura bem desenvolvida, daí o nome textura Goss.

Os vários mecanismos propostos para explicar o desenvolvimento dessa textura durante a recristalização secundária são classificados em dois grupos discutidos por MORAWIEC, 2000, HAYAKAWA e col., 1998 e HAYAKAWA e SZPUNAR, 1997 e resumidos por ETTER e col., 2002, a saber: a) os contornos de grãos do tipo CSL (*coincidence site lattice*) ao redor de grãos com orientação Goss são mais freqüentes do que outros contornos de outros grãos e b) a vantagem dos grãos com orientação Goss viria do fato que eles são rodeados por contornos de alta energia (HE) com mais freqüência do que outros grãos. PARK e col., 2002, estudando um aço silício (3,1% Si) concluíram entre outros pontos que existe uma temperatura crítica na qual os grãos com orientação Goss começam a crescer anormalmente e é dependente do tamanho dos precipitados usados como inibidores e a diferença na temperatura crítica define se os grãos com fibra γ podem crescer ou não, sendo um fator importante para o desenvolvimento da textura Goss mais definida. DZUBINSKY e KOVAC, 2001, estudaram o efeito da taxa da temperatura de recozimento em aço silício (3%) de grão orientado e observaram que existe também uma taxa

ótima para esse trabalho. Se a taxa for rápida demais uma textura Goss espalhada será desenvolvida, se a taxa for lenta demais a textura Goss será pouco intensa.

Acredita-se que a recristalização secundária ou crescimento anormal de grãos seja o principal fenômeno de geração da forte textura Goss nos aços elétricos de grão orientado, porém é raro nos aços de grão não-orientado. São poucos também os trabalhos que envolvam o estudo do desenvolvimento da textura em aços de grãos não-orientados. Nessa condição, o presente trabalho pretende apresentar novos argumentos que contribuam para o melhor entendimento dos fenômenos associados às etapas de laminação de acabamento e recozimento desses aços.

Na produção de aços elétricos de grãos não-orientados não se aplica a etapa do recozimento a altas temperaturas já que não há necessidade de se desenvolver processos de recristalização secundária. Porém, caso seja aplicado, a recristalização secundária terá comportamento diferente do crescimento anormal dos grãos pois: os estágios iniciais do crescimento anormal não são lentos, isto é, não há período de incubação suficiente antes do aumento dos grãos; o crescimento anormal dos grãos produz uma distribuição de grãos com tamanhos diferentes não apresentando característica de distribuição bimodal provada; a recristalização secundária ocorre sem um processo de crescimento seletivo (para os aços silício - 3% - as partículas interagem com os contornos dos grãos de modo seletivo) e a textura final é composta de diferentes componentes de orientação, (SIDOR e KOVAC, 2005). Além disso, nesse trabalho, os autores afirmaram que observaram o crescimento de grãos com diferentes orientações, ou seja, de forma não seletiva. Assim, esses aços podem conter entre 0,5 e 3,25% ou mais de silício, não havendo um limite inferior como se necessita para os aços de grãos orientados (cerca de 3,25% no mínimo). O processamento desses aços pode levar ao crescimento dos grãos, o que é desejável para os aços de grãos não-orientados, porém em dimensões menores do que para os de grãos orientados. Nesses aços não há desenvolvimento significativo da textura Goss.

Não há necessidade de alinhar a direção de magnetização à direção de laminação nesses aços já que as principais aplicações são para equipamentos

rotativos. Assim, uma textura adequada poderia ser $\{100\}\langle uvw \rangle$, também conhecida como textura fibra $\langle 100 \rangle$, (KOVÁČ, 2004). Nessa textura, os planos $\{100\}$ estarão paralelos ao plano da chapa.

Os aços elétricos de grãos não-orientados são divididos em duas categorias para serem colocados no mercado: processados, cuja textura foi plenamente desenvolvida na siderúrgica antes de ser entregue ao cliente e semi-processados, entregues ao cliente com encruamento parcial para posterior desenvolvimento da textura. O recozimento final para a descarbonetação é aplicado em temperaturas mais baixas e após a etapa final de laminação a frio.

A adição de silício aos aços baixo carbono produz algumas alterações nas propriedades mecânicas, físicas e magnéticas. Para esta última propriedade, os benefícios estão relacionados à elevação da resistividade elétrica, o que reduz significativamente as correntes parasitas diminuindo as perdas e à diminuição da anisotropia propiciando a elevação da permeabilidade.

O silício adicionado promove modificações nas mudanças das fases favorecendo a transformação $\alpha \rightarrow \gamma$. Porém, essa adição torna a liga mais quebradiça dificultando a etapa de laminação.

A textura desenvolvida nos aços silício apresenta três fibras significativas:

a) fibra α , $\{hkl\}\langle 110 \rangle$. As direções cristalinas $\langle 110 \rangle$ estão paralelas ao plano de laminação da chapa e compreendem texturas entre $\{001\}\langle 110 \rangle$ e $\{111\}\langle 110 \rangle$, (MOSELEY e col., 2005, BACALTCHUK, 2005).

b) fibra γ , $\{111\}\langle uvw \rangle$. Os planos cristalinos $\{111\}$ estão paralelos ao plano da chapa, isto é, a família das direções cristalográficas $\langle 111 \rangle$ está paralela à normal do plano de laminação, (MOSELEY e col., 2005, BACALTCHUK, 2005).

c) fibra η , $\{hkl\}\langle 001 \rangle$. As direções cristalinas $\langle 001 \rangle$ estão paralelas à direção de laminação da chapa, (MOSELEY e col., 2005, BACALTCHUK, 2005).

Processos de laminação a frio e a quente têm influências distintas sobre o desenvolvimento das texturas. As etapas de laminação a quente para os aços baixo carbono e aço silício ocorrem normalmente ainda nas instalações da siderúrgica para grandes reduções na espessura. A textura desenvolvida por laminação a quente terá papel muito importante no desenvolvimento da textura dos aços semi-processados, considerando-se que outra(s) etapa(s) de recozimento será(ão) aplicada(s).

Objetivando etapas posteriores, a microestrutura dos aços elétricos pode ser preparada a partir da laminação a frio de baixa deformação (*temper rolling*, *skin-pass*) com redução da espessura entre 4 a 8%. Essa redução permite que grãos cresçam até 100-150 μm após o recozimento final. O resultado desse pequeno grau de deformação é uma microestrutura com emaranhados de discordâncias, porém, sem a formação de células. Deformações menores, da ordem de 0,5 a 2%, são aplicadas com a intenção de impedir a ocorrência de limite de escoamento descontínuo e de linhas ou nervuras de distensão. A laminação por *skin-pass* produz pequenas diferenças entre a superfície e o interior da amostra. Essa diferença, porém, parece não ser significativa, como é mostrado no trabalho de LANDGRAF e col., 2001. Esses autores mediram a dureza (HV 0,05, ou seja, carga de 50g) num perfil de 240 μm de profundidade em um aço 2,3%Si após aplicarem deformações de até 8%. Os resultados indicaram variações menores que as incertezas das medidas.

As alterações produzidas pela laminação a frio na textura de metais CCC não são muito significativas. Esta condição é interessante, pois a textura de laminação dos aços elétricos pode ser melhor controlada nessa etapa do processamento. Considerando-se as condições mais comuns, a textura desenvolvida pela laminação a frio intensifica a fibra $\langle 110 \rangle$ e a não desejada fibra $\langle 111 \rangle$, (HUTCHINSON, 1999), que é dificilmente magnetizável. Mais especificamente uma forte fibra α entre $\{001\}\langle 110 \rangle$ e $\{111\}\langle 110 \rangle$ e um aumento da fibra γ . Inconsistências durante a laminação a frio terão efeito crucial no desenvolvimento da textura de recristalização. Essa textura de recristalização se desenvolve com o enfraquecimento da fibra α e o reforço da fibra γ em seu componente $\{111\}\langle 112 \rangle$. Outra fibra importante desenvolvida durante a recristalização é a fibra η que alinha a direção magnetizável $\langle 001 \rangle$

do cristal com a direção de laminação (BACALTCHUK, 2005). Constituindo a fibra η estão duas das mais importantes orientações cristalográficas para os aços elétricos a cubo $\{100\}\langle 001 \rangle$ e a Goss $\{110\}\langle 001 \rangle$, (BACALTCHUK, 2005).

Existem alguns processos que desenvolvem a textura desejada em aços silício. ASSUMUS, 1957, propôs recozimento em temperaturas elevadas sob atmosfera inerte ou vácuo, onde chapas finas de aço silício desenvolveriam crescimento anormal de grãos. A condição diferenciada estaria na interface gás-metal. Dois outros processos que se baseiam na orientação tipo cubo dos grãos são: fortalecimento desta orientação aplicando-se laminação cruzada e posterior recozimento em altas temperaturas e o segundo é o recozimento em vácuo para eliminar a presença de manganês, prosseguindo com recozimento na região γ ou $\alpha+\gamma$ em atmosfera de descarbonetação ou até o recozimento em vácuo com aplicação de um óxido entre as chapas (KOVÁČ, 2004). Porém, segundo os autores, esses processos ainda não aplicáveis em escala industrial.

Uma das possibilidades que explicam a evolução da textura dos aços silício com pequenas taxas de deformação parece seguir o mecanismo de migração dos contornos de grão induzido por deformação. Porém, nas condições de baixa deformação, a caracterização da microestrutura e dos fenômenos atuantes deve também considerar o efeito do fator de Taylor (vide item 3.6) nas etapas de encruamento e recozimento. Grãos com baixo fator de Taylor deverão sofrer maior deformação consumindo os grãos de maior fator de Taylor, ou seja, grãos com orientações com menor energia armazenada durante a pequena deformação. Segundo SHIMAZU e col., 1994, pode ocorrer aumento na componente Goss que tem baixo fator de Taylor, diminuindo, nesse caso, a intensidade dos grãos com orientação $\{001\}\langle 110 \rangle$, que também possuem baixo fator de Taylor. Porém, por se manter intensa, a fibra $\langle 111 \rangle$, de alto fator de Taylor, indica que esse não é o mecanismo predominante.

Percebe-se que ainda existem dúvidas a serem esclarecidas e necessidade de convergência de pontos de vista diferentes. Nesse cenário, propõem-se a inserção do presente trabalho para somar informações e contribuir para o alinhamento das informações já produzidas.

1.3 – Relevância do Trabalho

Grande parte dos trabalhos publicados na literatura que tratam do desenvolvimento da textura durante o recozimento de aços ferríticos faz referência à deformação a frio com altos graus de deformação. Nos estudos com baixo grau de deformação, os autores não compartilham do consenso se o fenômeno que domina as alterações microestruturais é a recristalização secundária ou a recristalização primária. Mesmo entre os diversos autores que descrevem o fenômeno como recristalização secundária não há total concordância de argumentos (ANTONIONE e col., 1977, RIONTINO e col., 1979, RANDLE, 1993, CHO e col., 2001, CHEONG e col., 2003).

Decorrente dessa falta de concordância, encontrou-se uma possibilidade de desenvolver um trabalho que pudesse contribuir com evidências obtidas experimentalmente a partir do uso de técnicas recentes de observação microestrutural (EBSD). Uma das proposições do presente trabalho foi dar continuidade ao trabalho de doutorado de LIMA, 2005.

2 - Objetivos

O objetivo deste trabalho é contribuir para o conhecimento dos mecanismos envolvidos nas transformações das texturas de aços baixo carbono (2%Si e ABNT 1006) desenvolvidas pela deformação a frio e posterior recozimento. A estratégia definida propôs-se avaliar uma condição inicial com laminação *skin-pass* e dois graus de deformação por aço (5,7% e 12,9% para o aço 2%Si e 6% e 11,9% para o aço ABNT 1006) e comparar com uma etapa seguinte de recozimento a 760°C, em tempos crescentes, quando alguma alteração já deve ser observada. As transformações foram estudadas em escalas distintas utilizando-se a análise por difração de raios X para avaliar-se a textura de áreas amplas da amostra e a EBSD para observações em áreas diminutas e selecionadas, adequada para se observar as texturas na escala da dimensão dos grãos.

3 - Fundamentos Teóricos

3.1 - Textura Cristalográfica

Os metais comumente utilizados são agregados policristalinos, nos quais cada grão individual tem uma orientação cristalina que pode diferir das dos seus vizinhos. De uma forma geral, esses grãos podem tanto estar distribuídos aleatoriamente em relação a um sistema de referência (pouco provável), como apresentarem orientações concentradas ou preferenciais, em maior ou menor grau, em uma ou mais orientações (PADILHA e SICILIANO, 1995, HATHERLEY e HUTCHINSON, s.d.). Essas distribuições não aleatórias são chamadas de orientações preferenciais ou texturas, Figura 3. Essas características puramente cristalográficas, porém, não devem ser confundidas com o alinhamento da estrutura do grão ou distribuições preferenciais de segundas fases que são reveladas por metalografia óptica.

Orientações preferenciais são comumente descritas por meio de figuras de pólos. Estas figuras são projeções estereográficas simples que mostram a distribuição de determinadas direções cristalográficas (normais aos planos) de um determinado plano (hkl) dos grãos que constituem o metal. Figuras de pólos são descritas em sistemas de referência que são escolhidos de modo a corresponderem às direções definidas na amostra. Em folhas laminadas, por exemplo, o sistema de referência é a direção de laminação, (RD, *rolling direction*), direção transversal (TD, *transversal direction*) e a normal ao plano da

folha (ND, *normal direction*) (BOWEN, 1988; BUNGE, 1986 e BUNGE, 1982). Essas direções são eixos ortogonais, ou seja, mutuamente perpendiculares.

Uma orientação preferencial é representada da seguinte forma: (hkl) $[uvw]$ onde (hkl) é o plano paralelo ao plano de laminação e $[uvw]$ é uma direção cristalina paralela à direção de laminação.

Figura 3: Representação (a) da textura de fibra em um arame extrudado e (b) da textura de chapa em uma chapa laminada. Os grãos representados no arame e na chapa apresentam diferentes orientações, (PADILHA e SICILIANO, 1995).

As técnicas de difração por raios X e elétrons retroespalhados quando utilizadas na análise de materiais de engenharia fornecem informações importantes sobre a microestrutura da amostra, tais como a natureza e os parâmetros do reticulado, tamanho, perfeição e orientação dos cristais (textura), entre outras informações (PADILHA e AMBRÓSIO FILHO, 1985). As técnicas de difração são utilizadas em análises envolvendo grandes áreas

(raios X com resolução de 100 nm a 1 mm) e análises envolvendo áreas selecionadas (EBSD com resolução de 10 nm).

Apesar de essas técnicas serem utilizadas para busca de informações sobre a microestrutura da matéria, apresentam aplicações distintas ou, em outras palavras, apresentam características que as tornam adequadas a determinadas aplicações não sendo competitivas entre si e sim complementares.

3.1.1 - Difração de Raios X

Os raios X são radiações eletromagnéticas com comprimento de onda entre 0,01 e 10 nm. Quando um feixe de raios X monocromático incide sobre um átomo, ocorre o espalhamento desta onda em todas as direções, e sua amplitude de espalhamento é função do número atômico e do $\sin\theta/\lambda$, onde θ é o ângulo de Bragg e λ é o comprimento de onda. Em um reticulado cristalino, onde os átomos estão regularmente espaçados em planos característicos do material, esse fenômeno irá ocorrer de modo que, em algumas direções teremos a ocorrência de interferência construtiva, sendo o ângulo entre a radiação incidente e estes planos, definido pela lei de Bragg.

Na Figura 4, um feixe de raios X monocromático com comprimento de onda λ incide a um ângulo θ sobre um cristal com um conjunto de planos cristalinos com espaçamento d . A difração dos raios X, ocorrerá se houver interferência construtiva, ou seja, se a distância a mais percorrida por cada feixe for um múltiplo inteiro de λ . Assim, o feixe difratado pelo segundo plano de átomos deverá percorrer uma distância $PO + OQ$ a mais do que o feixe difratado pelo primeiro plano, obedecendo a seguinte condição,

$$PO + OQ = n\lambda = 2d \sin\theta \quad (\text{Lei de Bragg})$$

onde $n = 1, 2, 3, \dots$

Figura 4: Difração de raios X por um cristal onde a equação de Bragg é satisfeita.

3.1.2 - O Método Schulz de Reflexão

Para determinar as figuras de pólos, o método mais utilizado é o método de reflexão de Schulz, (BUNGE, 1986 e BUNGE, 1982). A amostra utilizada neste método é tipicamente um corpo de prova na forma de chapa de cerca de 25 mm² com uma superfície plana que foi preparada por polimento mecânico e/ou químico. O feixe de raios X não deve ser transmitido através da amostra sendo a espessura normalmente maior do que 0,2 mm. O limite superior para a espessura é determinada somente pelo desenho do porta-amostra e é normalmente de cerca de 5 mm. Há também a possibilidade de se realizar medidas por transmissão de raios X. A combinação entre métodos por reflexão (ângulo α entre 0° a 50°) e transmissão (ângulo α entre 50° a 90°) permitem a geração de figuras de pólos completas.

Uma vez que pelo método da transmissão os raios X passam através da amostra, é necessária uma etapa anterior de afinamento da espessura desta que normalmente é realizado por operações de lixamento/polimento mecânico e ataque químico/eletroquímico. Devido a fatores geométricos (distância variável do feixe de raios X) e a interação da radiação com a matéria (pode ocorrer variação do volume do corpo de prova com a movimentação do

goniômetro), os sinais resultantes deverão ser corrigidos, CULLITY e STOCK, 2001.

No método por reflexão essas condições são minimizadas já que a espessura da amostra “normaliza” essas interações.

Utilizando-se apenas do método por reflexão, podem ser geradas figuras de pólos completas realizando-se medições do ângulo α entre 0° e 75° (figuras de pólos incompleta) aplicando-se tratamentos matemáticos adequados, (LIMA e col., 1986; BUNGE, 1982).

O método por reflexão não está livre de problemas. À medida que ocorre a variação do ângulo α , a área da radiação incidente sobre a amostra também se altera. Como consequência, ocorre a diminuição da intensidade da radiação refletida tanto pela diminuição desta área incidente na amostra quanto pelo espalhamento do feixe refletido que se torna mais largo que a fenda. As possíveis consequências desta desfocalização é a geração de figuras de pólos menos definidas e com as isolinhas menos intensas. Os efeitos da desfocalização (CULLITY e STOCK, 2001) podem ser corrigidos realizando-se medições em uma amostra “sem” orientação cristalográfica, cujas intensidades possam ser consideradas, teoricamente, constantes, sendo as variações observadas nessas intensidades relacionadas somente com a variação da área da radiação incidente, ou seja, do ângulo α .

No método da reflexão, quando montado sobre o goniômetro, a amostra está sujeita a três tipos de movimento. Estes são :

- (i) oscilação simples lateral, melhora a média estatística da medida de textura por aumento do número de grãos que são analisadas (oscilação γ).
- (ii) rotação em torno de um eixo perpendicular à superfície da chapa (rotação β) e
- (iii) rotação em torno de um eixo paralelo à superfície da amostra, e coplanar com o feixe incidente e difratado (rotação α).

A Figura 5(a) mostra um goniômetro de textura comercial com uma amostra em posição. Um diagrama esquemático que explica o arranjo

geométrico é mostrado na Figura 5(b) e a projeção estereográfica correspondente é dada na Figura 5(c). Na Figura 5(a), um feixe de raios X vindo da fonte (1) é colimado por fendas de divergências (2) passando subsequenteiramente através de uma fenda horizontal estreita (3) até chegar à amostra (4). O círculo maior do goniômetro (5) é ajustado de tal modo que o seu eixo obedeça ao ângulo de Bragg, θ , com o centro do eixo incidente. A condição de difração necessária é escolhida movendo-se o braço e mantendo as fendas de entrada (6) e do contador (7) na posição do ângulo 2θ . Na prática, o ângulo θ não é crítico (dentro do intervalo de $0,5^\circ$) e é simplesmente ajustado para o valor calculado. A posição do contador, 2θ , necessita, entretanto, de um ajuste fino para se obter uma medida de intensidade otimizada do feixe difratado. A intensidade difratada é medida e coletada para cada rotação α e β , normalmente em passos de 5° . Estes dados são, então, “plotados” em forma de isolinhas de mesma intensidade, com sistemas de coordenadas apresentadas na Fig. 5(c). O arranjo geométrico (Bragg-Brentano) é mostrado com mais detalhes da Figura 6.

Uma vez adquiridas as intensidades, o tratamento matemático permitirá a representação das orientações cristalográficas na forma de gráfico, ou seja, as figuras de pólos.

A figura de pólos é a representação bidimensional (isolinhas) de uma projeção estereográfica. Esta projeção representa a relação dos planos cristalográficos da amostra com um sistema referência de eixos. A intensidade dessas isolinhas dá a noção da representatividade estatística dessa relação cristalográfica na amostra.

Figura 5: (a) Goniômetro de textura comercial, (b) diagrama esquemático do arranjo geométrico, (c) sistema de coordenadas α e β e (d) projeção estereográfica correspondente.

Figura 6: Montagem Bragg-Brentano.

Para uma melhor visualização, utiliza-se a representação de uma esfera de referência e um plano de projeção. Na projeção estereográfica, independentemente das variações da área do feixe incidente, as relações angulares entre os planos dos cristais na amostra permanecem constantes. Figura 7.

As condições de tratamento de um material determinam a sua microestrutura. Conseqüentemente, existe uma imagem padrão do material, ou seja, a figura de pólos formada representa a posição dos planos de reflexão em relação ao plano medido assim como da simetria nos quadrantes da representação gráfica. A figura de pólos na direção (110) para uma chapa de aço baixo carbono contendo 2% m/m de silício, recozida a 760°C e, posteriormente, laminada a frio com redução de 8,6% em espessura é apresentada na Figura 8.

Figura 7: (a) Posição da amostra (chapa laminada) em relação à esfera de referência e ao plano de projeção. As abreviações DL, DT e DN significam direção de laminação, direção transversal e direção normal à superfície da chapa. (b) Projeção no plano de referência e os eixos de referência.

Figura 8: Figura de pólos (110) de uma chapa de aço baixo carbono contendo 2% de silício, recozida a 760°C e, posteriormente, laminada a frio com redução de 8,6% (LIMA, 2005).

Considerando-se a esfera de referência, a interpretação da figura de pólos leva em conta, então, que o plano de projeção está sobre o plano do equador, no caso, ao longo dos eixos principais da amostra (DL e DT). Isso resulta na descrição da orientação dos planos cristalográficos em relação aos eixos de referência da amostra. Por exemplo, a figura de pólos descreve a distribuição das normais do plano (111) em um arame/fio, onde a direção de laminação/extrusão e os eixos cristalográficos são importantes. Já pela carta de Wulff, o plano de projeção está sobre a tangente na linha do equador e é independente da orientação da amostra. O resultado é que pela carta de Wulff um determinado cristal é orientado em relação aos eixos de referência que não da amostra. Por exemplo, a carta de Wulff pode ser utilizada para alinhar um cristal discreto a ser clivado identificando o plano (111) em relação a eixos cristalográficos definidos. Existe diferença entre a projeção para a figura de pólos e para a carta de Wulff. Para a geração da figura de pólos, o sentido da projeção é do pólo sul para o pólo sobre a esfera de projeção. A intersecção da linha de projeção com o plano de projeção resulta no pólo. Já para a carta

de Wulff, a projeção vem do ponto tangencial oposto na direção equatorial. Assim, existe um pólo para cada plano cristalográfico pela carta de Wulff, ao passo que na figura de pólos será gerado um mapa ou conjunto com os pólos dos diferentes grãos presentes. A figura de pólos está normalmente limitada a conjuntos de planos restritos. A carta de Wulff apresenta muitos dos planos de um cristal discreto.

A carta de Wulff também é utilizada para a interpretação de uma figura de pólos desconhecida. Com o auxílio da carta de Wulff mede-se os ângulos do pólo (projeção) em relação ao centro da projeção (direção normal) e em relação à direção de laminação (eixo de referência da amostra). Esses dois ângulos determinam o conjunto de pólos de mesma orientação cristalográfica. Em relação à direção de laminação, o índice desse pólo é calculado tomando-se por base a relação geométrica: a direção do conjunto de pólos de mesma orientação cristalográfica é perpendicular à normal à superfície da amostra, obedecendo as relações angulares necessárias. A normalização da representação da textura é dada, por convenção, na forma $\{hkl\}\langle uvw \rangle$, onde a família que compreende os planos paralelos à superfície da amostra é representada por $\{hkl\}$ e a direção paralela à direção de laminação é dada por $\langle uvw \rangle$.

Como resultado dessa dependência geométrica, para sistemas simples como é o caso do cúbico, a normal ao plano é a direção $[hkl]$, ou seja, para o plano (111) a normal é $[111]$. Esse cálculo pode ser realizado utilizando-se o produto escalar entre os vetores envolvidos.

Uma vez que projeções padrão podem ser utilizadas para materiais diferentes, é interessante que se tenham figuras que representem essas projeções, ou pelo menos, as orientações mais intensas. Como exemplo, na Figura 9 são apresentadas algumas projeções padrão para metais cúbicos que podem ser utilizadas como uma referência inicial. Os círculos sólidos representam as projeções dos pólos presentes e os círculos vazados possíveis pólos que dependem da simetria.

Figura 9: Representação para projeções padrão de orientações importantes em metais cúbicos, (a) pólos (100), (b) pólos (111) e (c) pólos (110).

As orientações mais conhecidas são muitas vezes identificadas com nomes e não geometricamente, homenageando personalidades, materiais mais representativos ou o corpo geométrico. Assim temos textura:

- Cubo W $\{100\}<001>$
- Goss $\{011\}<100>$
- tipo cobre C $\{211\}<111>$
- tipo latão B $\{011\}<211>$
- tipo cubo rodado WRD $\{250\}<001>$
- tipo cubo gêmeo WT $\{221\}<122>$
- tipo alumínio S $\{123\}<634>$
- tipo alumínio/latão B/S $\{681\}<112>$
- Dillamore $\{4\ 4\ 11\}<11\ 11\ 8>$, (CALEYO e col., 2001).

3.1.3 - Função Distribuição de Orientação, FDO

A descrição da textura com auxílio de figuras de pólos é muito útil, mas as informações que elas contêm são incompletas e semiquantitativas. A razão fundamental para essa dificuldade é que uma orientação geral apresenta três graus de liberdade ao passo que uma figura de pólos apresenta somente duas variáveis independentes (HATHERLEY e HUTCHINSON, s.d.). A textura pode ser descrita de uma forma mais completa com auxílio das funções distribuição de orientação, FDO, dos cristalitos ou grãos que descreve as densidades das orientações dos cristalitos presentes no volume analisado. Três métodos matemáticos foram propostos para a obtenção dessas funções: Williams a partir de uma solução iterativa de mínimos quadrados (WILLIAMS, 1968), Roe (ROE, 1965), utilizando os ângulos ψ , Φ e θ e Bunge (BUNGE, 1969), utilizando os ângulos ϕ_1 , ϕ , ϕ_2 independentemente a partir de métodos que utilizam

harmônicos esféricos generalizados. Essas funções, definidas na equação 1 abaixo,

$$F(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = f(g) = \frac{dV}{V} \quad (1)$$

especificam a frequência de ocorrência de determinadas orientações em um espaço tridimensional. Este espaço é definido pelos três ângulos de Euler, Figura 10, segundo BUNGE, 1965, utilizando os ângulos φ_1 , ϕ e φ_2 , os quais constituem um conjunto de três rotações consecutivas que precisam ser aplicadas a cada célula unitária para tornar os seus eixos cristalográficos $\langle 100 \rangle$, $\langle 010 \rangle$ e $\langle 001 \rangle$ coincidentes com os eixos da amostra, DL, DT e DN.

Um desenvolvimento matemático mais completo é apresentado por LIMA, 2005.

Figura 10. Definição dos ângulos de Euler, BUNGE, 1965.

Os valores de $f(g)$ são, geralmente, mostrados em seções constantes de φ_2 , isto é, para cada $0 \leq \varphi_2 \leq 90$ em passos de 5° , são plotados isolinhas de várias intensidades de $f(g)$ em função de ϕ e φ_1 .

A determinação das orientações preferenciais $(hkl)\langle uvw \rangle$ por meio das FDOs é realizada utilizando-se uma carta mostrada na Figura 11. Nesta carta são apresentadas as orientações em função dos ângulos de Euler e algumas orientações preferenciais no espaço de Euler, Figura 12.

Análises quantitativas de textura usando FDOs permitem, além da identificação sem ambigüidade de todas as orientações, a obtenção da fração volumétrica de cada orientação e da intensidade absoluta destas orientações, (BOWEN, 1990).

A textura é definida pela fração volumétrica de cristalitos com orientação g ,

$$dV/V = f(g).dg = f(\varphi_1, \phi \text{ e } \varphi_2).dg$$

$$dg = 1/8\pi^2 \cdot \sin\phi \, d\varphi_1 \, d\phi \, d\varphi_2$$

Figura 11: Carta de orientações no espaço de Euler.

símbolo - $\{hkl\}$ $\langle uvw \rangle$ - nome

Δ	$\{112\}$ $\langle 11\bar{1} \rangle$	C
$\circ$	$\{123\}$ $\langle 63\bar{4} \rangle$	S
$\diamond$	$\{011\}$ $\langle 21\bar{1} \rangle$	B
$\boxplus$	$\{011\}$ $\langle 100 \rangle$	G
$\blacktriangle$	$\{255\}$ $\langle 5\bar{1}\bar{1} \rangle$	TC
$\oplus$	$\{111\}$ $\langle 11\bar{2} \rangle$	Y
$\otimes$	$\{111\}$ $\langle 1\bar{1}0 \rangle$	Z
$\diamond$	$\{001\}$ $\langle 110 \rangle$	rotW
$\boxminus$	$\{011\}$ $\langle 01\bar{1} \rangle$	rotG
$\otimes$	$\{168\}$ $\langle 21\bar{1} \rangle$	S/B
Φ	$\{025\}$ $\langle 100 \rangle$	W_{RD}
$\square$	$\{001\}$ $\langle 100 \rangle$	W
$\triangleright$	$\{112\}$ $\langle 1\bar{1}0 \rangle$	A

Figura 12: Algumas orientações preferenciais no espaço de Euler em seções constantes de φ_2 .

3.1.4 - Figuras de Fibra

Muitas vezes para uma melhor avaliação da FDO fixamos dois ângulos do espaço de Euler e “plotamos” $f(g)$ em função de apenas um ângulo.

Para análise de materiais c.f.c. laminados, é interessante analisar a fibra α , ($0 \leq \varphi_1 \leq 90^\circ$, $\phi = 45^\circ$, $\varphi_2 = 0^\circ$), onde ocorrem os principais componentes de textura de deformação, e a fibra β que é definida como o valor máximo de $f(g)$ para cada φ_2 . No caso da textura de recristalização de materiais c.f.c. é interessante avaliar a fibra $\langle 100 \rangle // DL$, pois temos uma avaliação mais precisa da textura cubo. A Figura 13 ilustra estas fibras.

Figura 13. Gráfico das fibras de orientação da estrutura c.f.c.

(a) Espaço tridimensional de Euler mostrando a fibra α ao longo da direção $\langle 110 \rangle$ paralela a ND e a fibra β com a direção $\langle 110 \rangle$ inclinada de 60° na direção de RD.

(b) Esquema das orientações importantes ao longo das fibras α e β .

3.1.5 - A Técnica da Difração de Elétrons Retroespalhados

Os padrões de difração de elétrons já são obtidos há muitos anos, mas foi DINGLEY, 1992, o pioneiro a usar câmeras de TV sensíveis a luminosidade pouco intensa para a aquisição desses padrões no microscópio eletrônico de

varredura e realizar o reconhecimento *on-line* dos padrões gerados. Esse trabalho estimulou o interesse e levou ao desenvolvimento de sistemas comerciais hoje disponíveis. Esse desenvolvimento tornou-se particularmente interessante como uma técnica metalográfica com a evolução da análise automática de padrões o que permitiu, em consonância com o controle do feixe do microscópio ou do *estágio* onde se encontra a amostra, a varredura automática em linha ou em áreas da superfície da amostra. Os termos microscopia por imagem de orientação, MIO, (*orientation imaging microscopy*, OIM) e mapa de orientação ou mapa EBSD são comumente utilizados.

Os equipamentos que constituem o sistema de aquisição do EBSD são: câmera CCD e um sistema de processamento de imagem para equilibrar o padrão e subtração do *background* (radiação de fundo). A Figura 14 apresenta um diagrama de todo o sistema do EBSD.

Figura 14: Esquema de um sistema EBSD mostrando a tela com a formação da imagem (inferior à direita) e o padrão de Kikuchi da área correspondente (superior à direita).

Normalmente, o programa que controla a aquisição de dados no EBSD irá interpretar o padrão de difração. A geração da imagem do padrão de linhas de Kikuchi só é conseguida após a subtração do *background*, a redução de sinais não controlados como ruído eletrônico e o aumento do contraste. Padrões de linhas bem definidos são obtidos somente para regiões com cristais bem definidos. Uma vez que a preparação das amostras analisadas pode incluir etapas de encruamento, as imagens dos padrões de Kikuchi nem sempre serão claras com muita interferência da radiação de fundo (*background*). A Figura 15 apresenta uma imagem de um padrão de linhas de Kikuchi e o mesmo padrão indexado após o tratamento da imagem.

A indexação das linhas dos padrões de Kikuchi é conseguida a partir das relações geométricas entre ângulos, largura das bandas das linhas e parâmetros instrumentais.

Figura 15: Padrão de linhas de Kikuchi (a) e o mesmo padrão após a indexação das linhas pelo sistema de tratamento de imagens (b).

A varredura pode ser realizada controlando-se o feixe de elétrons (mais rápida) ou movimentando-se o estágio onde se encontra a amostra (mais lenta). No modo de varredura pelo estágio, o problema de desfocalização, que ocorre na varredura com controle do feixe, não é observado se a superfície da amostra estiver alinhada com o plano x-y do estágio da amostra. A preparação da amostra é muito importante para que as observações sejam realizadas com exatidão. A natureza ou composição química da amostra influencia a intensidade dos elétrons retroespalhados. O aumento do número atômico, Z , melhora tanto a qualidade dos padrões de difração quanto a resolução espacial. A Figura 16 apresenta um esquema da resolução do EBSD em uma varredura da microestrutura.

Figura 16: Representação da resolução alcançada pela EBSD durante a varredura da microestrutura (PINTO e LOPES, 2001).

3.1.6 - Aplicações da Difração de Elétrons Retroespalhados

A EBSD foi originalmente utilizada para a determinação das relações locais entre microestrutura e cristalografia. Esta ainda continua sendo a mais comum das aplicações. Pode-se, por exemplo, estudar a correlação direta entre orientação dos grãos no qual eventos de particular interesse estejam ocorrendo, tais como, fratura, oxidação, precipitação ou recristalização, ou ainda correlacionar os aspectos cristalográficos dos contornos de grão e propriedades como mobilidade de contornos, difusão, resistência a ataque químico, propriedades mecânicas, entre outros. Pela sua aplicação em áreas selecionadas, tais investigações freqüentemente permitem um melhor

entendimento dos fenômenos. Quando o EBSD é utilizado para a identificação de fases ou estrutura cristalina, é necessário que se incremente os padrões de difração associando-se câmera CCD com varredura lenta do feixe.

3.1.6.1 - Medição de Tamanho de Grãos e Subgrãos

Embora o tamanho e o formato de grãos em um metal não-deformado ou em cerâmicas sejam parâmetros comumente obtidos por microscopia eletrônica de varredura ou óptica, por EBSD essa tarefa pode ser realizada automaticamente (UNDERWOOD, 1970, HOFF e RHINES, 1968). A habilidade da EBSD de definir precisamente a natureza dos contornos é uma vantagem muito significativa sobre os métodos ópticos e por MEV. A Figura 17 apresenta um mapa EBSD de uma liga Al-Mg recristalizada. Como pode-se notar, muitas informações podem ser obtidas com a automatização dessa técnica.

3.1.6.2 - Microtextura e Textura

Por EBSD pode-se obter texturas da amostra a partir de regiões amplas ou selecionadas. Além de determinar os componentes da textura, pode-se obter informações sobre o tamanho dos grãos, formas e desorientações dos subgrãos para cada componente da textura.

Figura 17: Mapa EBSD de uma liga Al-Mg. (a) Mapa de orientações. (b) Grãos dos componentes da textura principal, vermelho, Cubo $\{100\}\langle 001\rangle$; verde, Goss $\{011\}\langle 100\rangle$ e azul, Latão $\{011\}\langle 211\rangle$. (c) Mapa de contornos grão. (d) Distribuição dos tamanhos de grãos. (e) Distribuição dos ângulos de desorientação dos contornos, (HUMPHREYS, 2001).

A análise da textura por EBSD pode abranger áreas amplas (toda a área da amostra) ou selecionadas. Selecionando-se uma área, pode-se analisar a orientação de grãos individuais (maiores que $0,2\ \mu\text{m}$) obtendo-se a orientação de cada um (microtextura) e a relação entre grãos vizinhos (mesotextura). Normalmente, escolhe-se o plano DL-DN, já que, em amostras laminadas, essa seção apresenta uma microestrutura melhor do que no plano de laminação. Para se ter uma idéia, uma amostra de 15 mm na direção de laminação e com 3 mm de espessura irá apresentar cerca de 5000 grãos de $100\ \mu\text{m}$ na superfície. Com essa técnica pode-se obter a textura de toda superfície ou somente de uma área selecionada. A experiência tem mostrado que estatisticamente cerca de 500 a 1500 determinações de orientações são necessárias. Se poucas ou somente uma orientação for utilizada, as figuras de pólos ou FDOs apresentarão ruído de fundo muito intenso, necessitando de tratamento dos dados para abrandar os ruídos. A análise de textura por EBSD com determinação de 1000 pontos e com varredura de estágio consome cerca de 20 minutos ao passo que levaria cerca de 4-5 horas se realizada por difração de raios X.

Em muitos materiais laminados as texturas de deformação ou de recristalização são diferentes ao longo da espessura da chapa (BOWEN, 1990). Esta técnica permite que se avalie a alteração da textura na direção ND-RD em menos tempo do que se consumiria numa análise por difração de raios X onde diversas amostras da mesma chapa deveriam ser retiradas e lixadas para alcançar as várias seções na espessura da amostra. O mapa EBSD pode ser analisado para a determinação do tamanho e espaçamento das concentrações de determinados componentes de textura utilizando métodos baseados na transformada de Fourier.

Além de relacionar o tamanho do subgrão, forma e não-orientação, a EBSD ainda permite correlacionar esses parâmetros com a orientação. Por exemplo, correlações entre o tamanho dos subgrãos e a não-orientação durante a recuperação, têm sido utilizadas para determinar a mobilidade de contornos de baixo ângulo, (HUANG e col., 2000).

3.1.6.3 - Energia Armazenada

Embora as resoluções espacial e angular da EBSD ainda sejam insuficientes para resolver as informações sobre discordâncias individuais, as desorientações da rede e os gradientes de orientação podem ser medidos e, dessa forma, obter informação necessária a respeito das discordâncias geometricamente necessárias da amostra (KUHLMANN-WILSDORF, D e HANSEN, N, 1991). Um método alternativo para a determinação da distribuição espacial da energia armazenada é obter a não-orientação de um *pixel* em relação aos seus vizinhos e, para cada *pixel*, calcular a energia média de contorno. A soma das energias de contorno permite que se determine a energia armazenada da área do mapa e, conseqüentemente, a distribuição espacial da energia pode ser representada como um mapa.

3.1.6.4 - Natureza do Contorno

Alguns dos parâmetros mais importantes que podem ser determinados por EBSD estão relacionados com a natureza dos contornos de grãos. Um contorno é caracterizado por cinco graus de liberdade, sendo que três estão relacionados com a orientação dos contornos e outros dois definem a inclinação do plano do contorno. Uma vez que um contorno é detectado em um mapa EBSD, a relação angular entre cristais associados ao contorno é facilmente calculada, já que as orientações dos cristais são conhecidas. Essa relação pode ser expressa em termos da matriz de rotação, do vetor de Rodrigues (SCHWARTZ, e col., 2000) ou mais comumente como um par ângulo-eixo. Os dois graus de liberdade que descrevem o plano do contorno não são tão facilmente determinados. A partir da Figura 18 pode-se observar a representação espacial de um contorno de grão.

Figura 18: Representação espacial de um contorno de grão a partir dos eixos de referência.

Os dados de EBSD também podem ser processados para o caráter do contorno (baixo, $< 15^\circ$, ou alto ângulo $> 15^\circ$), assim como a distribuição da não-orientação do contorno de grão.

O estudo das interfaces entre grãos, considerando-se a natureza complexa das forças interatômicas; mecanismos de relaxação em contornos de grãos e contornos de fase, resultou no desenvolvimento de critérios geométricos simples aplicados aos contornos de baixa energia. Esses critérios consideram que a interação física entre os átomos da interface não é considerada e sim somente a relação existente entre as redes cristalinas de cada grão ou fase. O desenvolvimento desses critérios resultou da experiência acumulada com bicristais e modelos de esferas. Os contornos, então, foram classificados tomando-se por base esses critérios geométricos, mais especificamente os seguintes parâmetros: espaçamento médio entre planos da rede paralelos ao contorno, densidade planar de sítios de coincidência, Γ , e, como é mais comumente apresentado, a densidade volumétrica recíproca de sítios de coincidência (*coincidence site lattice*, CSL), Σ . Uma situação onde ocorre a interpenetração de duas redes cristalinas vizinhas formando um contorno de $\Sigma = 5$, Figura 19. Essa representação permite que se avalie a densidade planar de sítios de coincidência.

Figura 19: Contorno $\Sigma = 5$ formado pela coincidência entre duas redes cúbicas rodadas em $36,9^\circ$ em torno do eixo $\langle 100 \rangle$. Essa representação bidimensional apresenta a superposição dessas redes dando ênfase aos sítios de coincidência (esferas negras) entre duas redes cristalinas (esferas vazadas e cinzas).

3.1.6.5 - Microscopia por Imagem de Orientação, MIO

Quando a região analisada apresenta várias fases, a aplicação da Microscopia por Imagem de Orientação, OIM, constitui-se uma ferramenta muito interessante. A partir dos dados gerados da região, um programa irá tratar esses dados apresentando uma imagem multicolorida, onde cada cor representa uma orientação específica, Figura 20.

Figura 20: Mapa da figura de pólos inversa para uma chapa de aço 2%Si, recozida a 760 °C e laminada com redução de 9% em espessura. Ao lado, código de cores definindo as orientações de cada grão (LIMA, 2005)

3.5 – Sítios de Coincidência (*Coincidence Site Lattice, CSL*)

Os sítios de coincidência, CSL, estão relacionados aos contornos de grão de alto ângulo em cristais cúbicos. Hipoteticamente, considera-se as redes de dois grãos adjacentes estão interpenetradas, Figura 21. Em determinados ângulos de desorientação, ocorre uma coincidência nos pontos das duas redes, constituindo, então, esses pontos, os sítios de coincidência. Os contornos CSL são caracterizados por números inteiros ímpares, Σ , cuja razão $1/\Sigma$ representa a proporção de sítios que são comuns em ambas as redes. Quanto menor o valor de Σ , mais ordenado estará o contorno de grão.

Figura 21: Representação gráfica hipotética de contornos. (a) Representação da interpenetração em um cristal CFC, $\Sigma 5$. Note que a cada 5 pontos 1 (pontos semi-cheios) é comum para ambas as redes (pontos brancos e pontos pretos). (b) Representação do contorno $\Sigma 13a$.

Pequenos desvios da desorientação perfeita de um contorno CSL pode ser acomodado pela rede. Quando o desvio, $\Delta\theta$, é grande, a estrutura pode ser alterada. O valor máximo de $\Delta\theta$ que pode ser tolerada sem que se altere a estrutura CSL pode ser calculado pelo critério de Brandon (mais comumente utilizado)

$$\Delta\theta < 15^\circ \Sigma^{-1/2}$$

Porém, PALUMBO e AUST, 1990, avaliando uma amostra de níquel de alta pureza, concluíram que o desvio máximo, $\Delta\theta$, que mais concordaria com os valores experimentais seria dado por

$$\Delta\theta(15^0\Sigma^{-5/6})$$

Mesmo com esses desvios aceitáveis, na prática, somente, determinados ângulos especiais é que originarão os contornos CSL. Além disso, os contornos CSL não podem mudar constantemente de acordo com o ângulo de rotação dos grãos. Assim, para pequenos desvios desses ângulos especiais, o sistema tenta acomodar a situação ajustando discordâncias que compensarão os desvios da condição ideal, GOTTSTEIN e SHVINDLERMAN, 1999. Dessa forma, a energia dos contornos de grão poderá crescer dependendo da natureza das discordâncias presentes nesses contornos.

A relação entre a energia do contorno de grão e os valores de Σ não é direta, no entanto os contornos de baixo Σ apresentam, geralmente, baixa energia. A relação entre energia e os ângulos de desorientação é apresentada na Figura 22.

Figura 22: Energia relativa em função do ângulo de desorientação. Valores obtidos de contornos inclinados $\langle 110 \rangle$ em alumínio. (HASSON e GOUX, 1971).

Em materiais policristalinos não é comum a ocorrência de grãos distribuídos aleatoriamente, assim, a ocorrência dos contornos especiais tem

sido associado à textura desses materiais. É razoável, então, que as diferentes texturas nesses materiais policristalinos estejam associados a diferentes distribuições dos contornos CSL. Porém, a inferência de fenômenos e comportamentos microestruturais governados por essas associações ainda não é consenso entre a comunidade de especialistas.

Muitos trabalhos têm sido publicados associando os contornos CSL com a microestrutura de aços ferríticos (utilizados no presente trabalho) nos estágios da laminação e recozimento. Os trabalhos mais significativos serão comentados no capítulo da revisão bibliográfica.

3.6 – Fator de Taylor

O modelo de Taylor é baseado no princípio do trabalho virtual comparando o efeito da tensão de cisalhamento sobre um sistema de deslizamento ativo com uma força friccional, de forma que o trabalho realizado deve ser mínimo. Para metais cúbicos, normalmente é considerado que todos os sistemas de deslizamento têm a mesma tensão de cisalhamento τ_c . Assim,

$$dW = \tau_c \sum_{s=1}^n d\gamma_i = \text{mínimo}$$

Onde,

dW = trabalho mínimo

$d\gamma_i$ = quantidade de deslizamento no sistema i

s = número de sistemas ativos

O escorregamento total Γ é definido como a soma dos valores absolutos dos deslizamentos em todos os sistemas de escorregamentos ativos

$$d\Gamma = \sum_{s=1}^n d\gamma_i$$

O fator de Taylor é definido, então, como

$$M = \frac{d\Gamma}{d\varepsilon} = \frac{\sigma}{\tau_c}$$

Onde,

$d\varepsilon$ = deformação aplicada

σ = tensão aplicada

O fator de Taylor depende da orientação cristalográfica do material. Assim, representa a fração cristalográfica da anisotropia plástica de um grão incorporado a um policristal em função de um dado modo de deformação. Nos metais CCC o modo mais comum de deformação é o deslizamento $\{110\}\langle 111 \rangle$. Nesses metais laminados o componente $\{111\}$ apresenta o maior fator de Taylor entre os componentes da textura comum. Uma vez que a nucleação ocorre a partir das regiões de baixa energia armazenada (baixo fator de Taylor) para as de maior energia armazenada (alto fator de Taylor), espera-se que os componentes $\{111\}$ sejam consumidos mais rapidamente durante a recristalização em favor dos demais componentes.

No entanto, deve-se avaliar com cuidado, já que não há somente um modo de deslizamento num sistema ativo (MECKING e col., 1996). Nos metais CCC as direções de deslizamento $\langle 111 \rangle$ são as predominantes (WENK, 1985), mas pode haver alguma dificuldade em se ordenar já que as tensões de cisalhamento críticas são muito próximas para os planos (110), (112) e (123). Os dois primeiros são os mais utilizados em estudos de simulação (PEETERS E COL., 2002, HONG e LEE, 2003), mas quando o plano (123) é utilizado, pouca diferença é verificada ou apresenta resultados mais discordantes (BATE e QUINTA DA FONSECA, 2004, LIU e VAN HOUTTE, 2004). Com frequência, sistemas de maclação são adicionados como modos de deformação adicionais e tratados como se fosse meramente um sistema de deslizamento

unidirecional. Deve-se, entretanto, especificar qual é a força do cristal de referência ou algum tipo de média.

O modelo de Taylor para a previsão da evolução da textura em um policristal pode ser aplicado adequadamente a um sistema onde ocorra um agregado de cristalitos orientados aleatoriamente com morfologia normal e forças semelhantes e que tenha sido submetido a pequena deformação (WENK, 1985). Porém, em algumas situações, o modelo de Taylor somente pode ser aplicado com modificações como no trabalho de LIU e VAN HOUTTE, 2004, que avaliaram a previsão dos valores de r (índice de anisotropia plástica) a partir de duas variações do modelo (panqueca-relaxado e imposição total) ou simplesmente não se aplica. Por exemplo, quando a distribuição do tamanho de grãos é muito heterogênea (bimodal, por exemplo), a tensão nos grãos difere consideravelmente, quando a forma dos grãos apresenta uma forte não-equiaxialidade ou quando a distribuição dos grãos não é aleatória. As duas últimas situações são inevitáveis quando se aplica elevados graus de deformação pois adquirem uma forma esticada e apresentam orientações preferenciais (WENK, 1985). Simulando grandes deformações BATE e QUINTA DA FONSECA, 2004, aplicaram o modelo de Taylor que produziu resultados melhores do que a simulação por modelo dos elementos finitos (FEM, *Finite Element Model*), porém, atribuíram o resultado para essa condição a uma coincidência simplesmente.

3.7 - O Estado Encruado

O estado encruado é resultado do processo de deformação mecânica tanto a quente quanto a frio. O resultado mais notado desse processo é o aumento da dureza do material, (EMBURY, 1996). Porém, o estudo do estado encruado é complexo. BASINSKI e BASINSKI, 1966, descreveram o estado encruado e entre outras coisas estabeleceram três estágios no processo de encruamento: a primeira é uma região de baixo endurecimento sendo função da orientação, pureza, temperatura e dimensões da amostra, na segunda a tensão varia linearmente com a deformação, e a região é também chamada de

endurecimento linear e na terceira etapa a tensão de escoamento tende a diminuir para um valor abaixo daquele ponto extrapolado no segundo estágio.

Os fenômenos de recuperação e recristalização são determinados pela quantidade de energia armazenada durante os processos de deformação plástica. Dessa forma, a condição microestrutural do estado encruado irá determinar o desenvolvimento, o crescimento e a orientação dos núcleos que originarão os grão durante a recristalização. A microestrutura do metal deformado será afetada em função da pureza do material, orientação, temperatura, taxa e grau da deformação.

Os materiais não se comportam da mesma forma. Um dos fatores que determinam o comportamento de deformação da microestrutura do metal é a Energia de Defeito de Empilhamento (EDE), (PADILHA e SICILIANO, 1995). Metais com baixa EDE tendem a formar uma distribuição mais homogênea das discordâncias, porém, com menor mobilidade, isto é, as discordâncias têm mais dificuldade de se aniquilarem, pois estão muito afastadas entre si. O resultado é a dificuldade de ocorrer fenômenos do tipo escorregamento cruzado (*cross-slip*) e escalagem de discordâncias (*climb*). Materiais com alta EDE apresentam uma distribuição de discordâncias com uma associação muito grande entre elas. Essa associação faz com que as discordâncias tenham maior mobilidade facilitando a aniquilação das discordâncias de sinais opostos. Daí o fato de metais com elevada EDE apresentarem menor densidade de discordâncias que um metal de baixa EDE, quando considerado um mesmo grau de deformação.

A presença de elementos adicionados à solução sólida altera a EDE inicial do metal, alterando a distribuição das discordâncias e, por conseguinte, as propriedades deste material, (PADILHA e SICILIANO, 1995).

Mesmo quando se realiza uma pequena deformação plástica ocorre a introdução de discordâncias, que provoca, sob um determinado ponto de vista, a alteração da mobilidade dos contornos de grãos (RANDLE e BROWN, 1988; RANDLE, 1993a, 1993b; CHO e col., 2001; KOO e col., 2002; CHEONG e col., 2003). Essa é uma situação realmente importante, pois não há um consenso sobre o fenômeno que determinará a textura de recristalização que se origina

após o recozimento de um material que foi submetido a uma pequena deformação – recristalização ou crescimento de grão?

Segundo KOO e col., 2002, estudando o cobre, o nível de deformação crítica é função do tamanho de grão inicial e da temperatura de tratamento, situando-se entre 2 e 4% para a maioria dos metais. Nessa situação, apenas os contornos facetados serão quase que preferencialmente distorcidos pelas discordâncias, elevando o nível de mobilidade sendo responsáveis, ao que parece, pelo rápido crescimento de somente alguns grãos. Para deformações plásticas mais intensas, porém em níveis inferiores que a deformação crítica para ocorrência de recristalização, uma maior quantidade de contornos deverá ser ativada sendo menor o tamanho do grão resultante dessa situação.

3.7.1 - Desenvolvimento de Textura de Laminação e Microestrutura

Metais do tipo cubo de corpo centrado, CCC: A laminação de materiais CCC. desenvolve texturas com orientações preferenciais em duas fibras parciais: $\{hkl\}\langle 110 \rangle$ e $\{111\}\langle uvw \rangle$. A primeira também é conhecida por fibra DL já que apresenta várias orientações com as direções $\langle 110 \rangle$ paralelas à direção de laminação. Por outro lado, a segunda fibra é conhecida por fibra DN por apresentar vários componentes cujas normais aos planos $\{111\}$ estão paralelas à direção normal à laminação. Na Tabela 1 são apresentados alguns dos componentes que se desenvolvem nos materiais CCC laminados a frio.

As transformações que ocorrem com os materiais são complexas e dependem da composição química e dos processos termomecânicos aplicados ao material. Essas condições associadas às condições iniciais da textura do aço irão definir a microestrutura e a textura após a transformação.

Tabela 1: Componentes de textura mais comuns aos metais do tipo CCC laminados a frio (VIANA e PAULA, 2001)

$\{hkl\}$	$\langle uvw \rangle$	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
11 11 8	4 4 11	90	63	45
332	110	0	64	45
113	110	0	25	45
110	110	0	90	45

Os processos de laminação podem produzir alterações diferenciadas na microestrutura do material nas regiões superficiais e centrais. Para reduções da ordem de 4 a 10% (*skin-pass*), as deformações serão mais significativas nas regiões superficiais (ROS-YAÑEZ e col., 2003). Porém, mesmo deformações da ordem de 0,5 a 1% também geram alterações na dureza ao longo do perfil da espessura de uma chapa de aço silício (LANDGRAF e col, 2001). Segundo PARK e SZPUNAR, 2003, em aços silício (2%) e 75% de redução a frio, grãos com diferentes graus de deformação irão se comportar diferentemente durante a recristalização. Aqueles mais deformados, isto é, com mais energia armazenada (pertencentes aos componentes da fibra γ {111}), irão se recristalizar antes dos menos deformados, isto é, com menos energia

armazenada (pertencentes aos componentes aos componentes da fibra α $\{112\}\langle 110\rangle$ e $\{001\}\langle 110\rangle$). Estes componentes da fibra α poderão persistir até a metade do processo de recristalização. Essas mesmas fibras foram encontradas por CHEONG e col. após redução de 10%. Com o recozimento final, aços laminados com essa redução irão produzir grãos da ordem de 100-300 μm . Para se controlar o tamanho do grão final é necessário que se controle o grau de deformação aplicado (ASHBROOK Jr. e MARDER, 1985)

3.8 - O Tratamento Térmico

Os processos de produção de aços levam, normalmente, ao acúmulo de tensões residuais nesses materiais. Essas tensões podem ser prejudiciais para a seqüência de fabricação da peça, para as propriedades desejadas ou mesmo para a vida útil desta. Para que essas tensões sejam eliminadas ou minimizadas, são aplicados tratamentos térmicos de acordo com o tipo da liga, forma e tamanho das peças, processo de fabricação e condições de trabalho.

O recozimento do material encruado ou parcialmente encruado altera a microestrutura e a textura ao longo do processamento. Determinadas propriedades são fortemente anisotrópicas e algumas texturas e tamanho de grãos são dependentes de processos anteriores, assim, nesses casos, o controle das etapas do processamento é crucial para a obtenção das propriedades desejadas no produto final. Essas alterações se dão principalmente com a diminuição da densidade das discordâncias devido à diminuição da energia retida e recuperação e/ou recristalização.

Como mencionado, as condições do recozimento são fortemente dependentes dos parâmetros iniciais (condições do encruamento) e finais do material (propriedades desejadas), além da sua natureza própria (tipo do metal, composição química, fases, precipitados, entre outras). O tamanho de grão final não deverá ser influenciado significativamente pela temperatura de recozimento, porém, esta será determinante para o estabelecimento do período necessário para se obter o efeito desejado no material em processamento.

3.8.1 - Recuperação

Como mencionado anteriormente, vários são os fenômenos microestruturais que ocorrem durante o processamento termomecânico, (HÚPALO, 1999, PADILHA e SICILIANO, 1995). Alguns deles se dão separadamente, outros simultaneamente, podem ocorrer de forma controlada ou sem qualquer controle. A recuperação compreende fenômenos que levam a restauração parcial da microestrutura do material advinda da deformação plástica, (BLUM e McQUEEN, 1996).

Para a restauração total ou parcial da microestrutura inicial, os fenômenos associados ao processo de recuperação estarão relacionados ao tipo do material e a sua pureza, à deformação aplicada ao material e às temperaturas aplicadas durante as etapas de deformação plástica e de recozimento. Assim, a aniquilação de lacunas e migração de defeitos puntiformes em direção aos contornos de grãos e discordâncias ocorrerá em temperaturas acima de $0,2.T_f$, onde T_f é a temperatura absoluta de fusão. Na região entre $0,2$ a $0,3.T_f$ os fenômenos predominantes serão a aniquilação e rearranjo de discordâncias de sinais opostos fazendo com que os subcontornos dos grãos se tornem mais aparentes, o que irá caracterizar uma estrutura de contornos de baixos ângulos, (HUMPHREYS e HATHERLEY, 1995). Outras estruturas, como a formação de subgrãos somente ocorrem em temperaturas superiores, normalmente acima de $0,4.T_f$, quando há energia suficiente para que o escorregamento e a escalada ocorram em grande escala.

Uma vez que os fenômenos associados à recuperação do material competem com aqueles que levarão à recristalização, a extensão em que o primeiro irá ocorrer depende diretamente de quanto o material é susceptível à ocorrência dos fenômenos do segundo processo. Apesar da competição com a recristalização, a recuperação ocorre antes que a recristalização esteja adiantada. Se o material estiver com a estrutura inteiramente recristalizada não há como ocorrer a recuperação, pois toda a subestrutura de deformação já foi eliminada.

O material encruado não apresenta homogeneidade na distribuição das deformações sofridas podendo interferir significativamente nas propriedades finais (aços silício, por exemplo). As regiões com pouca deformação estarão preferencialmente associadas aos fenômenos de recuperação ao passo que aquelas com maior grau de deformação estarão sujeitas aos fenômenos de recristalização. Essa significativa seletividade dos fenômenos se dá devido à concorrência entre si, local e cronológica, quando da aplicação dos tratamentos térmicos. Dessa forma, a ocorrência da recristalização, ou seja, a migração de contornos de alto ângulo será comprometida, pois o potencial termodinâmico para esse fenômeno irá diminuir já que a recuperação estará ocorrendo concomitantemente.

Os mecanismos que determinam o fenômeno da recuperação estão relacionados à ocorrência de escorregamento e escalada, já que dependem da capacidade de dissociação das discordâncias. Assim, em materiais de alta energia de defeito de empilhamento, EDE, a ocorrência da recuperação estará associada ao rearranjo das discordâncias, pois leva ao alívio das tensões internas devido aos defeitos originados dos processos de deformação plástica. A extensão da deformação irá exercer um papel definido. Nos materiais em que a estrutura é policristalina, os fenômenos somente levarão à recuperação total se a extensão da deformação for baixa. No caso dos aços elétricos essa condição é importante, já que as taxas de deformação mais intensas ocorrem no processo de laminação após o lingotamento, isto é, na própria siderúrgica. As alterações que ocorrem na microestrutura são, algumas vezes, difíceis de serem classificadas como recuperação ou recristalização, já que são fenômenos que concorrem entre si. De uma forma geral, é consenso entre os autores considerar que a seqüência de fenômenos associados à recuperação se inicia com a aniquilação das discordâncias presentes nas células de deformação, poligonização das discordâncias presentes nas paredes das células resultando na formação de subgrãos definidos por contornos de baixo ângulo de baixa mobilidade. Com a diminuição da tensão associada aos defeitos, esses núcleos acabam por migrar para as regiões deformadas do cristal.

O processo de recuperação não leva a alteração de textura.

O crescimento dos subgrãos leva à diminuição da área dos contornos de baixo ângulo e ocorre somente porque a energia no material recuperado ainda continua alta, já que o material totalmente recristalizado apresenta uma subestrutura com menor energia, ou seja, mais estável.

O mecanismo mais aceito para explicar o crescimento de subgrãos baseia-se na migração de contornos de baixo ângulo. Durante a migração do subgrão ocorre a absorção de discordâncias provocando alteração na sua orientação gerando no final um contorno de alto ângulo. Por esse mecanismo fica mais evidente a formação de regiões de baixas densidades de discordâncias. Uma vez que o mecanismo se baseia na poligonização, os defeitos são aniquilados rearranjando-se numa estrutura de baixa energia.

3.8.2 - Recristalização

Os processos que determinam e compreendem a recristalização devem ser conhecidos uma vez que estão associados a vários fenômenos como a liberação da energia armazenada durante o encruamento na forma de defeitos cristalinos, principalmente as discordâncias, o aumento da densidade, a diminuição da dureza e da resistividade, entre outros (VERHOEVEN, 1975). Esses fenômenos afetam a facilidade com que o material pode ser trabalhado e as suas propriedades após esse trabalho, determinando a sua correta aplicação ou não.

O processo de recristalização pode ser entendido como o resultado de um conjunto de alterações na microestrutura de um material em decorrência de tratamento térmico onde os grãos formados estão livres de defeitos, ou seja, com menor energia acumulada, BLUM e McQUEEN, 1996. Esse processo pode levar à formação de grãos de dimensões fora do comum. Assim, o conjunto de fenômenos que levam à formação dos grãos é chamado de recristalização primária e o posterior crescimento dos grãos até tamanhos exagerados é conhecido por recristalização secundária ou também por crescimento anormal de grão. Esse processo também pode ser interpretado como a eliminação de defeitos na microestrutura por migração de contornos de alto ângulo. Uma região livre de defeitos associada a um contorno de alto

ângulo pode crescer avançando sobre as regiões encruadas. A recristalização, isto é, a migração de contornos de alto ângulo prossegue até que os grãos formados se encontrem. Nesta situação, a recristalização primária está terminada. O processo de recozimento de algumas ligas pode conduzir ao seu amolecimento sem que haja a formação e migração dos contornos de alto ângulo.

Uma interpretação generalizada dos fatores que determinam o processo de recristalização foi dada por BURKE e TURNALL nas chamadas Leis da Recristalização (PADILHA e SICILIANO, 1995 e HUMPHREYS e HATHERLEY, 1995). Nessas condições, a recristalização do material é aceita como função do tamanho dos grãos na microestrutura inicial e da quantidade de deformação e temperatura de recozimento. Considerando-se a recristalização como um processo dominado pelos fenômenos de nucleação e crescimento de grãos resultantes de processos de tratamentos térmicos controlados, essas leis podem ser aplicadas para a maior parte dos casos.

O início do processo de recristalização está associado à nucleação no material, (VERHOEVEN, 1975). A nucleação da recristalização envolve mecanismos que irão levar ao rearranjo de discordâncias formando regiões livres de defeitos associadas a contornos de alto ângulo de alta mobilidade que têm a capacidade de migrar facilmente sobre a matriz encruada. Dessa forma, a nucleação irá determinar o tamanho e a orientação dos novos grãos formados durante o processo de recristalização. Existem vários mecanismos que procuram explicar os mecanismos envolvidos na nucleação. A nucleação e crescimento dos grãos geralmente induzem a formação da textura de recristalização.

Migração de contornos existentes induzida por deformação: Originalmente proposto por BECK e SPERRY, 1950, (*strain induced boundary migration, SIBM*) este mecanismo considera que a migração de contornos preexistentes se dá para o interior de um grão mais deformado. Dessa forma, criam-se regiões livres de discordâncias com orientações similares aos grãos iniciais. Em materiais com baixo grau de deformação o gradiente de deformação entre

grãos adjacentes é mais acentuado. Assim, este mecanismo é mais comum em materiais levemente deformados (menores do que 40%).

Crescimento a partir de núcleos preexistentes: A recristalização pode ser iniciada a partir da existência de regiões livres de defeitos presentes após o encruamento tais como células de discordâncias ou subgrãos. Os fatores envolvidos nesse mecanismo estão associados a:

- 1) Após o encruamento, os núcleos apresentam orientação definida não havendo observações de que haja formação de novas orientações durante ou após a nucleação.
- 2) A nucleação se desenvolve com o crescimento de subgrãos baseados no mecanismo que envolve a formação de regiões de baixa densidade de discordâncias (poligonização) circundadas por subcontornos. Este mecanismo foi proposto independentemente por CAHN, 1950, e BECK, 1949, sendo ampliado por COTTRELL, 1953, e é mais conhecido como modelo de CAHN-COTTRELL.
- 3) A formação de um contorno de alto ângulo está associada à existência de um gradiente de orientação. Nessas regiões, estão presentes contornos de baixo ângulo ou discordâncias que satisfazem geometricamente a acomodação de diferenças de orientação. Nessas condições os fenômenos de recuperação são preferenciais.

A partir desses fatores, todo o processo de nucleação da recristalização será considerado como um conjunto de fenômenos que levarão ao crescimento descontínuo de subgrãos existentes em regiões com alta deformação e com um gradiente de orientação significativo.

3.8.3 - Crescimento de grão

Após o processo da recristalização estar completado, ou seja, que praticamente todas as discordâncias introduzidas pelos processos de deformação mecânica sejam aniquiladas, a microestrutura dos grãos recristalizados não está totalmente estabilizada, dando início à recristalização

secundária ou crescimento anormal de grãos. Nesta etapa do recozimento, a quantidade de contornos passa a ter papel fundamental como potencial termodinâmico para o crescimento de grão diminuindo o número de grãos por unidade de volume devido ao aumento do tamanho dos grãos, ou seja, diminuindo a área total dos contornos. Esse aumento do tamanho dos grãos pode ocorrer continuamente para todos os grãos ou de maneira diferenciada onde alguns grãos crescem mais que os outros e são denominados crescimento de grão e recristalização secundária, respectivamente.

A recristalização primária e o crescimento de grãos são fenômenos ativados termicamente. O potencial termodinâmico necessário para a ocorrência da recristalização primária é cerca de duas ordens de grandeza superior do que a necessária para o crescimento de grão. Em consequência disso, a velocidade de migração de contornos durante a recristalização primária é maior do que durante o crescimento de grãos. No caso de haverem dois grãos vizinhos de tamanhos diferentes, o potencial termodinâmico será maior quanto maior for a diferença entre os tamanhos desses grãos.

Os fatores que determinam esse crescimento anormal são a heterogeneidade do tamanho de grão, a dispersão de partículas, a textura pronunciada e a espessura da amostra.

Em 1997, HAYAKAWA e SZPUNAR, propuseram um mecanismo em que a recristalização secundária em aço elétrico (3% Si) ocorreria a partir de uma forte dependência da relação entre o desenvolvimento da textura Goss e contornos de alta energia com estrutura desordenada. Esse mecanismo é reforçado por HAYAKAWA e col. em 1998.

Em 2005, SIDOR e KOVAC, a partir de trabalhos com aço elétrico de grão não-orientado, sugerem algo semelhante com a afirmação acima, quando dizem que o material deformado apresenta maiores mobilidades dos grãos quando comparados com um material não-deformado plasticamente já que a mobilidade desses contornos de grãos num estado de não-equilíbrio é induzido pelas deformações aplicadas. Apesar disso, observaram alguns aspectos que não concordam com o que se considera comumente como crescimento anormal de grão.

3.8.4 – Textura de Recristalização

Para aços do tipo CCC o que se nota é o fortalecimento da fibra {111} após a recristalização, provavelmente devido à ocorrência da nucleação orientada, LIMA e col., 2001. Cabe ressaltar que o grau de deformação é extremamente importante para o desenvolvimento da textura de recristalização, pois em geral, os sítios de nucleação ou a textura desenvolvida apresentam estreita relação com o grau de deformação. No trabalho de DZUBINSKY e col., 2004, é relatada a ocorrência de textura cubo bem definida na região superficial com grãos com crescimento anormal (aço elétrico de grão não-orientado) mas, considerando-se o material por inteiro, essa textura é mínima.

Nos materiais recozidos, a textura de recristalização irá se caracterizar pela orientação preferencial dos grãos recristalizados e em muitos casos até mais intensa do que a textura de deformação, (HONEYCOMBE, 1982).

A origem das texturas de recristalização durante o recozimento de um metal deformado tem sido matéria de controvérsia por décadas, a discussão é focada nas teorias rivais da nucleação orientada (PARK e SZPUNAR, 2003) e crescimento orientado (VERBEKEN e col., 2003). Os primeiros, em um exemplo recente, encontraram a evidência estudando um aço contendo 2% em silício quando a relação entre a área dos núcleos ou grãos recristalizados com orientação específica e todos os grãos novos permanece constante durante o desenvolvimento da recristalização. Já, os segundos, como exemplo também recente, encontraram essa evidência estudando um aço com teor de carbono muito baixo (*ultra low carbon*, ULC) onde a relação de desorientação $\langle 110 \rangle 26,5^\circ$ entre o componente de deformação em desaparecimento e os dois componentes de recozimento substituintes indica que o mecanismo que está controlando essas mudanças nas orientações é o crescimento orientado. De BOER e WIETING, 1998, também discutiram essas duas teorias a partir do desenvolvimento de texturas de recristalização em aços elétricos.

Não existe praticamente nenhum exame experimental direto da natureza da nucleação e reações de crescimento que ocorrem devido ao recozimento de um metal policristalino. Existem muitos estudos indiretos seguindo a evolução

das texturas de recristalização numa escala mais global usando figuras de pólos por raios X e FDOs. Por este ponto de vista foram supridas uma enorme quantidade de valiosas considerações empíricas sobre a evolução das texturas de recristalização. Além disso, durante os últimos 10-15 anos uma imagem muito mais clara também emergiu considerando-se a evolução microestrutural durante a deformação dos metais. No contexto da recristalização, a importância das heterogeneidades da deformação nos sítios que dão origem à nucleação de recristalização é bem documentada (HOMMA e HUTCHINSON, 2003). As características da orientação desses sítios têm uma função importante na evolução da textura de recristalização. Mas a questão fundamental relacionada ao mecanismo dominante responsável pelas origens das texturas de recristalização ainda permanece parcialmente sem solução. Atualmente com a técnica do retroespalhamento de elétrons (EBSD) no microscópio eletrônico de varredura, MEV, (YU e col., 2005; MOSELEY e col., 2006; HALDAR e col., 2005; KOVÁČ e col., 2005; GARMESTANI e col., 1998, HJELEN e col., 1991) a evolução da textura pode ser seguida em escala local. Isso abre o exame direto de ambos os aspectos da nucleação e crescimento das texturas de recristalização

Na maioria dos casos, porém, a recristalização é iniciada durante o tratamento térmico de recozimento, através da formação de núcleos de recristalização em alguns pontos da microestrutura.

Uma vez reduzida a mobilidade dos contornos de grãos, os núcleos que permitem o rápido crescimento das orientações não são mais favorecidos. Considerando que os núcleos consistem predominantemente de orientações da microestrutura de deformação, a textura irá se manter quase que inalterada durante a recristalização. Observações realizadas com MET associadas a resultados obtidos em análises das texturas demonstraram que a microestrutura desenvolvida a partir da deformação da ferrita sofre recuperação com subsequente crescimento de subgrãos (KEICHEL, 1999).

4 – LITERATURA PERTINENTE AO TRABALHO

A explicação dos fenômenos associados aos processos que ocorrem durante a recristalização quer seja por crescimento normal ou crescimento anormal de grãos, ainda não é compartilhada consensualmente entre a comunidade científica. As teorias que assumem o modelo dos contornos de alta energia como determinante para o crescimento anormal (ETTER e col., 2002, HAYAKAWA e col., 2002, HAYAKAWA e col., 1998, entre outros) estão ganhando força sobre aquelas que assumem tanto o modelo dos contornos CSL (LIN e col., 1996) como o da orientação ancorada, OP, (ENGLER, 1999) como determinantes para a recristalização secundária.

Os processos de recristalização e crescimento de grão podem ser classificados a partir do conceito do potencial termodinâmico (*driving force*), isto é, da energia mínima que deve ser obedecida para que esses processos se iniciem. A chamada recristalização primária é considerada quando o potencial é a energia armazenada durante a deformação. Quando os processos consideram o potencial como a diminuição de energia de superfície, duas denominações são utilizadas em observação à distribuição de tamanhos de grão durante o crescimento: crescimento normal de grão, se os tamanhos de grão seguirem uma distribuição normal ou crescimento anormal de grão (recristalização secundária), se os tamanhos dos grãos seguirem uma distribuição bimodal. O tamanho do grão final e a cinética obedecida pelo

processo vão depender de um parâmetro crítico que é o grau de deformação. Um dos itens das leis da recristalização primária organizadas por BURKE e TURNBULL, 1952, estabelece que quanto maior for a deformação, menor será o tamanho de grão final. Essa lei é resultado da observação de que ao se aumentar a energia armazenada durante a deformação, o número de núcleos que darão início à recristalização aumenta, gerando um número maior de grãos recristalizados e, por conseguinte, diminuindo o tamanho de grão final. Sendo assim, pequenas deformações darão origem a grãos de tamanho final maior que o tamanho inicial.

Os artigos comentados a seguir foram selecionados entre muitos por apresentarem conteúdo mais significativo em relação aos assuntos relativos ao tema deste trabalho. Procurou-se comentar artigos recentes, não anteriores a 1990, uma vez que a discussão dos assuntos está muito bem representada nos trabalhos recentes. Porém, sempre que necessário ou realmente pertinente, artigos de importância estratégica foram incluídos. Como será percebido, diversos artigos terão a revisão completada no capítulo da discussão dos resultados de forma a conferir à discussão uma dinâmica que destaque tanto os resultados deste trabalho quanto o conteúdo da revisão bibliográfica.

Em 1997, HAYAKAWA e SZPUNAR, estudaram um aço convencional e um aço de alta permeabilidade, ambos recristalizados, e propuseram um mecanismo para a recristalização secundária em função da Distribuição dos Contornos de Grãos a partir de suas Características (*Grain boundary character distribution*, GBCD). A principal característica do aço de alta permeabilidade é uma forte textura fibra γ (ND//<111>) que apresentou um máximo próximo a {111}<112> e uma fraca orientação Goss. O aço convencional apresentou fraca textura fibra γ com máximo em {111}<011>, forte textura fibra η (RD//<100>) e forte orientação Goss. Observaram interessante que, para ambas as amostras, os grãos Goss eram acompanhados por muitos ângulos de desorientação (20°-45°) mais do que os outros grãos de orientação média ou mesmo do que o componente principal da textura. Uma outra observação realizada pelos autores é que os grãos do componente da textura principal apresentavam menos contornos na faixa de 20° a 45° e mais contornos com ângulos abaixo de 20° ou superiores a 45° do que os grãos com

textura média. Somados a esses aspectos, o modelo dos contornos CSL não manteve consistência, pois os autores ainda calcularam as probabilidades de ocorrência dos contornos CSL e constataram que ao redor dos grãos Goss as probabilidades de encontrar esses contornos são maiores do que para os grãos com orientação média, porém, algumas outras orientações apresentam probabilidades maiores ainda, como é o caso da $\{111\}<001>$ e $\{210\}<001>$. Os autores propuseram um modelo de crescimento anormal de grãos Goss durante a recristalização secundária baseado no ancoramento dos contornos pelos precipitados. No início do recozimento, todos os contornos de grãos estão ancorados pelos precipitados. É bom lembrar que o desenvolvimento da recristalização secundária é controlado pela presença de precipitados e, sem eles, a textura Goss não se desenvolve. No estágio inicial do recozimento, somente os contornos de alta energia se movem, pois os precipitados sobre esses contornos se desenvolvem até um tamanho crítico para o ancoramento. A taxa de desenvolvimento dos precipitados é maior para contornos de alta energia e apresentam altos coeficientes de difusão de contornos. Assim considerando, é possível que o contorno, tendo energia superior a um certo valor crítico, possa se mover. Nesse estágio inicial do recozimento, quando o valor crítico é alto, a vantagem de crescimento dos grãos Goss sobre os demais é pequena, e espera-se um crescimento normal, e que realmente ocorre. Com a continuidade do recozimento, o desenvolvimento dos precipitados continua de tal forma que aqueles situados nos contornos de menor energia também alcançam o tamanho crítico para o ancoramento e o contorno começa a se mover. Durante o recozimento, o valor crítico da energia tende a diminuir e, então, a vantagem de crescimento dos grãos Goss aumenta. Assim, os grãos Goss tendo ainda a vantagem de estar cercados pelos contornos de alta mobilidade, irão crescer mais do que os grãos de orientação média, o que provoca, então, o crescimento anormal dos grãos. Quando o recozimento ocorre em temperaturas muito elevadas, o valor crítico da energia diminui muito rapidamente e a vantagem dos grãos Goss também diminui rapidamente em relação aos demais grãos. Isso é percebido pela falha em se desenvolver a textura Goss por recozimento em temperaturas muito elevadas.

HAYAKAWA e col., 1998, apresentaram um artigo sobre as mudanças da distribuição dos contornos de grãos a partir de suas características estudando uma amostra de aço elétrico de alta permeabilidade em duas condições – uma primeira recristalizada (P) e a segunda partindo de uma recristalizada e submetida a recozimento a 1248 K (PA). Observaram que a distribuição dos ângulos de desorientação entre os grãos Goss e a matriz apresentava um máximo no intervalo de 30° a 35° para a amostra recristalizada, sendo maior do que as frequências para as desorientações quando considerados todos os grãos e quando considerado somente os grãos que compõem a textura principal ($\{554\}\langle 225 \rangle$). Por outro lado, quando considerados os intervalos de ângulos de desorientação inferiores a 20° e superiores a 45° , a situação se inverte, ou seja, as frequências dos ângulos de desorientação somente para os grãos Goss apresentam frequências mais baixas do que para as outras duas condições. Nem mesmo as frequências $\Sigma 5$, $\Sigma 7$ e $\Sigma 9$, às quais são atribuídas mobilidade diferenciada, foram encontradas por esses autores em número relevante ao redor dos grãos Goss em processo de crescimento. A imagem do aço elétrico de alta permeabilidade obtida utilizando microscopia por imagem de orientação (MIO), Figura 23, mostra a presença de 3 grãos Goss (G1, G2 e G3, desviados menos de 5° em relação à orientação Goss ideal) numa matriz onde predomina a presença de grãos não-Goss com contornos de grão com ângulos de desorientação entre 20° e 45° em relação aos grãos Goss. Os contornos mais escuros representam contornos com ângulos de desorientação entre 20° e 45° que serão chamados de contornos de alta energia. Segundo os autores, os grãos G1 e G2 têm a mesma orientação, assim, os grãos da matriz são consumidos pelos mesmos grandes grãos do tipo Goss. Como se percebe, muitos contornos ao redor do grão G1 são contornos de alta energia o que faz, segundo esses autores, que cresça muito firmemente. O grão G2 apresenta uma forma particular que faz com que cresça rapidamente nas direções apontadas pelas setas. Porém, o crescimento parece estar sendo impedido pelo grão S que tem ângulo de desorientação de 17° em relação ao grão G2. O grão G3 aparentemente está sendo consumido à medida que os contornos de alta energia migram. Segundo as simulações promovidas pelos autores, os grãos Goss tenderiam a sumir uma vez que apresentam o maior valor de raio crítico para crescimento que se

origina das freqüências mais elevadas dos contornos de alta energia que circundam os grãos Goss. Após o estágio inicial do crescimento dos grãos, poucos grãos Goss estão presentes o que significa que somente poucos grãos Goss realmente excepcionais crescem anormalmente, enquanto os demais simplesmente desaparecem.

Figura 23: Microscopia por Imagem de Orientação de aço elétrico de alta permeabilidade recozida a 1248K. Os grãos Goss são identificados como G1, G2 e G3. HAYAKAWA e col., 1998.

Por outro lado, os autores observaram que mais de 80% dos grãos da matriz apresentavam ângulos de desorientação entre 20° e 45° em relação à orientação Goss. Isso possibilitaria aos grandes grãos Goss manter o crescimento já que estaria cercado por contornos de alta energia. A freqüência dos contornos de alta energia observados entre os grãos da matriz é de aproximadamente 25%, o que implicaria que a taxa de crescimento desses grãos deverá ser baixa. Os autores observaram que uma pequena fração dos grãos da matriz apresentam ângulos de desorientação entre 20° e 45° em relação à componente principal da matriz ($\{554\}<225>$) o que dificultaria o crescimento desses grãos, pois há pouco contornos de alta energia cercando-

os. Para explicar o crescimento anormal de grãos, os autores propuseram a Teoria dos Contornos de Alta Energia que estabelece o seguinte:

- no estágio inicial, tanto o tamanho inicial do grão quanto a textura local são importantes para o crescimento do grão,
- a vantagem do tamanho não é suficiente para garantir que o grão continuará crescendo, já que o potencial termodinâmico não aumenta proporcionalmente à medida que se torna muitas vezes maior que o tamanho médio dos grãos. Além disso, quando um grão grande consome grãos menores, a redução da energia do sistema depende majoritariamente do comprimento dos contornos que são consumidos e não é tão diferente para grãos com orientações distintas. A orientação do grão em crescimento tem pouca influência na potencial termodinâmico,
- a diferença entre as taxas de crescimento entre grãos grandes deveria ser atribuída à diferença na mobilidade dos contornos dos grãos que os cercam. Isso significa que, para os estágios finais do crescimento dos grãos, os contornos de alta energia têm papel decisivo. Nesses estágios, a taxa de crescimento estaria na dependência da mobilidade dos contornos que cercam os grãos. Os grãos Goss são cercados pela maior quantidade de contornos de alta energia (subentenda-se, alta mobilidade) e esta configuração única é responsável pelo crescimento anormal dos grãos.

Observando a distribuição dos contornos CSL, os autores perceberam que os contornos $\Sigma 1$ ou $\Sigma 3$ (os mais freqüentes) eram mais comumente encontrados ao redor de grãos pequenos o que indicaria baixa mobilidade desses contornos. Além disso, a quantidade de outros contornos (os menos freqüentes) é baixa além de haver somente um pequeno número de grãos que têm uma relação CSL com a orientação Goss. Aplicando-se o tratamento de recozimento, os autores não observaram variações significativas nos contornos CSL com ângulos entre 20° e 45° , sendo os contornos CSL com ângulos fora desse intervalo apresentaram um incremento na freqüência. A comparação com os resultados obtidos no presente trabalho apresenta novamente

semelhanças e diferenças. Se realmente os contornos CSL $\Sigma 5$, $\Sigma 7$ e $\Sigma 9$ fossem mais móveis que outros contornos, eles seriam substituídos por outros contornos e o crescimento cessaria, já que a probabilidade de se criar novos contornos CSL é muito pequena. Concluíram, então, que os contornos CSL não tinham função decisiva na recristalização secundária. Mesmo que os contornos CSL apresentassem alta mobilidade, a sua contribuição seria restrita ao estágio inicial do crescimento de grão.

Segundo RANDLE, 1999, o encontro de um contorno $\Sigma 9$ e um $\Sigma 3$ produziria um contorno $\Sigma 3$, da mesma forma que o encontro de um $\Sigma 9$ e um $\Sigma 27$ também produziria um $\Sigma 3$. Isso explicaria o fato do contorno CSL $\Sigma 3$ estar muito presente. Nesse mesmo artigo, RANDLE apresenta a seqüência do que chama de “modelo de regeneração do $\Sigma 3$ ” descrito a seguir. Considere o encontro de dois grãos recentemente recristalizados em um material de baixa energia de defeito de empilhamento, EDE (*Stacking Fault Energy*, SFE). Os dois grãos foram maclados para produzir contornos mais móveis. A porção maclada mais móvel irá migrar em direção ao outro grão. Duas maclas $\Sigma 3$ se encontrando podem formar um $\Sigma 9$ (junção $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$) que será mais móvel do que os $\Sigma 3$ (coerentes nessa junção). A migração do $\Sigma 9$ pode continuar até encontrar outra macla coerente, formando uma nova junção $\Sigma 3$ - $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$, porém, nesse caso, um dos $\Sigma 3$ não será coerente. Esse novo $\Sigma 3$ será mais móvel continuando a migrar até que encontre outros contornos ou que haja potencial termodinâmico disponível. Esse mecanismo explica o aumento dos contornos CSL $\Sigma 3$ e $\Sigma 9$ após o recozimento de deformação.

RAJMOHAN e col., 1999, aplicaram o mesmo método de cálculo proposto por MORAWIEC e col., 1993, para testar se durante o crescimento anormal de grãos o modelo que mais se ajusta é o dos contornos CSL ou dos contornos de alta energia de alta mobilidade. Consideraram dois tipos de aços, um aço elétrico convencional (3% Si) e um aço de alta permeabilidade (3% Si). No modelo CSL, no fim do crescimento dos grãos todos os contornos CSL foram consumidos ficando somente os contornos não-CSL que são considerados do tipo “proibidos” (desorientações com ângulos diferentes da faixa 20° - 45°). Os autores compararam seus resultados com os obtidos por LIN

e col., 1996, e verificaram que a diferença entre a probabilidade calculada de existir contornos CSL $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ ao redor dos grãos de orientação Goss (convencional) e ao redor da segunda orientação mais intensa ($\{111\}\langle 112 \rangle$, alta permeabilidade) é de apenas 3%. Essa pequena diferença não seria suficiente para que os contornos ao redor dos grãos Goss se sobressaíssem em relação aos demais e, principalmente em relação aos grãos com a orientação $\{111\}\langle 112 \rangle$, durante o crescimento anormal. Aplicando-se a teoria dos contornos de alta energia, os resultados concordaram com o que se esperava para os dois tipos de aços. Para o aço 3%Si convencional, a orientação Goss cresceu mais rápido do que as orientações principal $\{111\}\langle 110 \rangle$ e cubo $\{100\}\langle 001 \rangle$ e a principal mais rápido que a cubo. No caso ao aço de alta permeabilidade, a orientação Goss também cresceu mais rápido que as orientações principal $\{111\}\langle 112 \rangle$ e cubo $\{100\}\langle 001 \rangle$, porém a cubo cresceu mais rápido que a principal. A simulação também mostrou que, obviamente, a orientação Goss cresceu mais rapidamente no aço de alta permeabilidade do que no convencional.

Em 2002, HAYAKAWA e KUROSAWA, puseram à prova os modelos dos contornos de alta energia, dos contornos CSL e da “orientação ancorada” (*orientation pinning*, OP) avaliando a situação em que a textura de recristalização secundária é diferente da orientação Goss. Como amostra, analisaram um aço Si 3,3% contendo inibidores de AlN e MnS que foi laminado a frio em duas condições: com redução de 77% (laminação convencional) e uma segunda com uma laminação inicial na direção de laminação e uma final na direção transversal (laminação cruzada) alcançando uma redução total também de 77%. Os resultados para a amostra com laminação convencional indicaram que a orientação desviada de 10° - 20° em $\phi 1$ da orientação Goss tem a maior frequência de contornos de alta energia. Para a amostra com laminação cruzada, a orientação desviada de 10° - 20° em ϕ da orientação cubo tem a maior frequência de contornos de alta energia na textura de recristalização primária. Afirmaram, então, que o componente de textura que tem a maior frequência de contornos de alta energia pode ser um componente principal do crescimento seletivo durante a recristalização secundária. Por outro lado, os resultados para o modelo CSL indicaram que o componente da

textura que tem máximo em $\Sigma 5$, $\Sigma 7$ e $\Sigma 9$ não corresponde à orientação da textura de recristalização secundária. Da mesma forma, o componente de textura que tem a intensidade mínima em $\Sigma 1$ e $\Sigma 3$ não corresponde à orientação da textura de recristalização secundária.

No artigo de ETTER e col., 2002, o crescimento de grãos foi estudado em um aço 3%Si recozido a 970 °C durante 3 minutos. O crescimento de grãos observado nos estágios iniciais da recristalização secundária mostrou uma distribuição de grãos estáveis com centro na faixa de 35° a 40°, ao passo que para os grãos que crescem, a distribuição está na faixa de 40° a 45°. Além disso, observaram uma diminuição na frequência na faixa de ângulos entre 30° e 35°. Ainda nos estágios iniciais, os autores observaram rápido crescimento de alguns grãos Goss primários escondendo outros grãos Goss ou mesmo não apresentando crescimento observável. Outras vezes, foi freqüente a observação de grãos Goss emergindo do interior da amostra e se espalhando pela superfície. Quando os autores aumentaram o tempo de recozimento, observaram que alguns grãos tomaram a forma anisotrópica. Os contornos consumidos estavam na faixa de ângulos entre 20° e 45° o que fez concluir que estes contornos não são de grande mobilidade, já que resistem ao crescimento dos grãos Goss nos estágios avançados do crescimento anormal. Observaram que a avaliação dos fenômenos nos estágios iniciais da recristalização secundária é realmente muito difícil. Trabalhos que direcionassem as observações nesses estágios e associassem os fenômenos que ocorrem com a presença de contornos CSL e desorientações colaborariam no entendimento da recristalização secundária. Os autores afirmam que, a partir da avaliação experimental de um aço 3%Si de grão orientado, a influência dos contornos CSL na recristalização secundária pode ser negligenciado, já que a frequência desses contornos não é significativa. Nesse caso, dizem que a teoria dos contornos de alta energia (*High Energy Boundary*) é a que mais se aproxima da recristalização secundária.

CAMPOS e col., 2004, estudaram dois aços elétricos com teores de 0,5% e 1,25% de silício. Ambos os aços apresentaram texturas de laminação CCC semelhantes. As texturas de laminação encontradas foram as fibras

$\langle 110 \rangle // \text{DL}$ e $\langle 111 \rangle // \text{DN}$. Com o recozimento observaram ainda a presença da fibra $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ além da fibra $\{111\} \langle uvw \rangle$ e do componente Goss $(110)[001]$.

SIDOR e col., 2005, sugeriram que a aplicação da laminação de acabamento poderia abaixar a energia de ativação para o crescimento de grãos durante a recristalização. Isso seria decorrente do fato de que, em função do movimento não-equilibrado dos contornos de grãos, os materiais deformados apresentariam grãos com maior mobilidade do que os materiais não deformados.

SIDOR e KOVAC, 2005, avaliaram o modelamento da cinética do crescimento de grão após a recristalização primária em diferentes tipos de aços elétricos de grãos não-orientado. Dentre as conclusões, fizeram a mesma afirmação de SIDOR e col., 2005, de que a deformação plástica induzia movimento não-equilibrado de grão. Além disso, sugeriram que para o crescimento de grão com forma colunar haveria a necessidade de uma alta energia de ativação para o crescimento de grão.

Considerando-se o papel da mobilidade do contorno de grão, estudos anteriores (SHIMIZU e HARASE, 1989 e HARASE, 1995) mostraram que contornos de grão de baixo ângulo são relativamente imóveis e possivelmente possam atuar como inibidores de crescimento. Isso está consistente com a característica estrutural de tais grãos. Embora os contornos de ângulos maiores possam ser considerados móveis, existe evidência de que a interface de $\Sigma 3$ possa também ser relativamente imóvel nos aços 3%Si. Deve ser notado, entretanto que, ao contrário dos materiais CFC, não existem bases estruturais ou energéticas para o aumento da estabilidade do $\Sigma 3$ em materiais do tipo CCC, tal como o FeSi, no entanto, no presente trabalho, a frequência do $\Sigma 3$ no aço 2%Si cresce, indicando ser um contorno estável. Os trabalhos de LEE e col., 1995 e de YOSHITOMI e col., 1994, mostraram a importância das interfaces $\Sigma 5$ e $\Sigma 9$ no desenvolvimento da textura Goss, porém nenhuma dessas interfaces ocorre com frequência significativa na matriz primária. Neste trabalho, esses contornos também não foram observados em frequência tão significativa como os contornos $\Sigma 3$ e $\Sigma 13b$.

LIMA, 2005, em sua tese de doutoramento, estudou o aço 2%Si e o ABNT 1006, ambos de grão não-orientado, aplicando baixos graus de deformação a frio e recozidos a 760 °C em banho de sal fundido e em atmosfera de argônio. A autora relatou a formação de grãos exageradamente grandes durante o recozimento, sendo que para o aço ABNT 1006 (sem silício em teores significativos) esse crescimento ocorreu mais rapidamente que no aço 2%Si. O silício exerceria um papel, nesse caso, de atrasar o processo de formação dos grãos. O crescimento de grãos foi observado iniciando-se da superfície para o centro da amostra devido à recristalização primária. Ainda afirmou que nas condições de seu trabalho, os contornos $\Sigma 3$ e $\Sigma 13b$ são os mais estáveis. Para os aços com silício, o contorno $\Sigma 3$ constitui a relação preferencial (estável) entre os contornos de alto ângulo. Para o aço ABNT 1006, o contorno $\Sigma 13b$ é a relação mais estável entre os contornos de alto ângulo.

Muitos autores procuram explicar os mecanismos a partir do uso de modelos matemáticos. O modelamento matemático pode ser uma excelente ferramenta para simular as alterações que ocorrem na microestrutura de um material. Porém, deve-se considerar que, apesar de alimentar o modelo com valores de parâmetros observados experimentalmente, nunca se consegue reproduzir exatamente uma condição real. Quanto maior o número de parâmetros e dados sobre esses parâmetros mais próximos do real serão as respostas produzidas por esses modelos. Alguns trabalhos valem a pena ser comparados com os resultados obtidos no presente trabalho.

O artigo de MORAWIEC e col., 1993, avaliando-se matematicamente a influência da textura na frequência dos contornos CSL a partir de dados de um aço 3%Si recristalizado, apresentou resultados pouco diferente em relação a este trabalho. Os resultados dos autores não evidenciaram a presença do contorno $\Sigma 3$ que está presente numa frequência elevada no presente trabalho (aço 2%Si e ABNT 1006).

HINZ e SZPUNAR, 1995, aplicaram o Método de Monte Carlo para avaliar o efeito de diversos contornos CSL na evolução da textura Goss durante a recristalização secundária. Os dados de entrada para a simulação foram obtidos de um aço 3%Si descarbonetado numa camada de 25 μ m abaixo

da superfície. Segundo os autores, o aço apresentou uma forte textura Goss quando recozido a 980 °C numa atmosfera de hidrogênio. Essa textura se desenvolveu a partir do crescimento anormal de grãos, acreditando os autores que alguns contornos CSL tiveram grande influência no aumento do crescimento dos grãos Goss. Dois parâmetros importantes nessa simulação que diferenciaram os contornos CSL dos não-CSL foram a mobilidade e a energia dos contornos. Na amostra do aço, a mobilidade depende do tamanho e da distribuição dos precipitados e solutos. Já na simulação, a diferença exata da mobilidade e da energia não é tão importante, pois, havendo o potencial termodinâmico, os contornos com maior mobilidade serão privilegiados em relação aos menos móveis desenvolvendo uma textura de crescimento de grão. A textura Goss gerada na simulação é mais forte do que a observada na amostra. Esse resultado da simulação foi obtido em duas situações – considerando não haver correlação entre o tamanho do grão e a orientação e com e sem a introdução de efeitos devido aos contornos CSL. Os autores incluíram na simulação os contornos CSL entre $\Sigma 1$ e $\Sigma 15$, com a expectativa de que os contornos $\Sigma 5$ e $\Sigma 9$ poderiam despontar, talvez, como agentes mais significativos para a formação da textura Goss. Os resultados da simulação, contudo, não indicaram essa característica desses contornos, além de não conseguirem confirmar que contornos CSL apresentam mobilidade maior do que os demais contornos. Os resultados ainda apontam para uma importância dos estágios iniciais e da relação de tamanho entre os grãos nessa etapa. Como se dá essa influência e como se relacionam com a mobilidade dos contornos, não conseguiram explicar.

ONO e col., 1999, aplicaram do método de Monte Carlo para o estudo do crescimento de grãos considerando-se somente os cristais cúbicos e textura inicial aleatória. Comentam que o crescimento do grão resulta de um mecanismo competitivo entre a tendência geral em reduzir a energia do sistema e a movimentação individual dos contornos que é controlada por configurações locais. Para o trabalho desenvolvido por esses autores, as condições dessas configurações locais podem ter sido subestimadas, como comentado por eles, o que poderia ter gerado resultados diferentes aos

experimentais. A simulação resultou numa distribuição de contornos CSL com maior frequência para $\Sigma 1$, $\Sigma 3$, $\Sigma 7$, $\Sigma 9$, $\Sigma 19$ e $\Sigma 23$.

Um modelamento pelo método de Monte Carlo do comportamento de crescimento de grãos foi apresentado por HASSOLD e col., 2002. Esses autores simularam o efeito do crescimento de grãos sobre a fração de contornos CSL em uma matriz policristalina com textura ao acaso. Dessa forma, conseguiram apresentar uma resposta ao questionamento se por si só os processos normais de crescimento de grãos poderiam conduzir ao aumento da fração dos contornos CSL. Alguns dos parâmetros considerados no modelamento são:

- a movimentação do contorno de grão seria isotrópica;
- a cada sítio da rede é atribuída uma orientação cristalográfica discreta e que todos os sítios dentro um mesmo grão têm a mesma orientação;
- os contornos do grão são representados pelas interfaces de sítios adjacentes de orientação improvável;
- o estudo não consideraria a nucleação de novas orientações dos grãos e sim a movimentação de contornos durante a evolução da microestrutura;
- a energia dos contornos de grão não-CSL seria dependente de uma faixa de ângulos entre 10° e 30° e
- a textura inicial estaria ao acaso, estando as orientações dos grãos adjacentes não correlacionadas.

Essas condições impostas na simulação estão próximas do que poderíamos esperar de um material de textura aleatória.

Os resultados apresentados pelos autores não concordam completamente com os resultados obtidos no presente trabalho. Considerando o contorno $\Sigma 5$, as primeiras simulações resultaram numa distribuição de grãos idêntica a um comportamento de crescimento de grãos isotrópico, estando as áreas dos grãos proporcionais ao tempo. A fração dos contornos CSL $\Sigma 5$ não variou significativamente durante as simulações (1, 100 e 1000 MCS (*Monte Carlo Steps*) – passos no método de Monte Carlo) a não ser atribuindo valores mais elevados para o critério de Brandon (HASSOLD e col., 2002, ONO e col.,

1999, HINZ e SZPUNAR, 1995, MORAWIEC e col., 1993). O número de passos simula a evolução do sistema proposto.

Para uma faixa mais ampla de contornos ($\Sigma 3$ a $\Sigma 29$) considerada nesse estudo de modelamento, as simulações também produziram comportamentos idênticos ao crescimento normal de grãos. Somente a fração dos contornos de baixo ângulo ($\Sigma 1$) aumentou durante as simulações, o que segundo os autores já era esperado a partir de resultados prévios (HOLM E col., 2001).

Diversos artigos foram publicados a respeito das considerações no que diz respeito à nucleação, crescimento de grão, recristalização primária e secundária a partir de conceitos relacionados à energia armazenada após a deformação plástica e ao fator de Taylor. Alguns desses trabalhos já foram comentados nesta revisão sob o aspecto dos contornos de grão. Nesse momento serão comentados sob o ponto de vista do tema agora introduzido.

CASTRO e col., 2006, mostraram que o fator de Taylor tende a crescer na mesma proporção que a energia armazenada em aços baixo carbono levemente laminada avaliando uma amostra de um aço elétrico semi-processado laminado a frio com 6% de deformação. Os autores conseguiram realizar testes de microdureza em grãos individuais grandes o suficiente para, a princípio, não sofrerem influências dos grãos vizinhos e encontraram valores diferentes para as condições anterior à laminação e após a laminação. O microscópio de transmissão foi utilizado para evidenciar a presença de discordâncias ratificando os resultados dos testes de microdureza, apesar de afirmarem que as medidas de microdureza são mais confiáveis.

CHOI e JIN, 2004, por exemplo, estudando um aço baixo carbono laminado a frio (50% de deformação) e utilizando a EBSD, avaliaram a energia armazenada dependente da orientação de grãos deformados. Observaram uma distribuição homogênea do fator de Taylor pelos grãos da matriz e que esta apresentava os principais componentes de textura com alta energia armazenada com a orientação $\{554\}<225>$ e aqueles componentes com baixa energia armazenada com orientações fibra γ .

Estudando um aço laminado a frio (baixa redução), CHEONG e col., 2003, observaram que para laminações com baixa redução a distribuição da

energia armazenada nos grãos não é homogênea. O potencial termodinâmico que define o padrão de qualidade durante o recozimento não seria igual em todas as partes da amostra resultando em comportamentos inesperados de determinados grãos. Os resultados experimentais não se alinhavam com os previstos pelo modelo de Taylor, não conseguindo explicar a presença da fibra γ somente pela aplicação do recozimento (QDA, *Quality Development Anneal*). Seus resultados indicaram que tanto o modelo do crescimento de grão devido à energia armazenada quanto o modelo do crescimento anisotrópico de contornos conseguem explicar parcialmente os processos que ocorrem durante o recozimento do aço estudado.

PARK e SZPUNAR, 2003, avaliaram um aço baixo carbono e baixo silício deformado com 75% de redução e afirmaram que os grãos pertencentes à fibra γ (alta energia armazenada, alto fator de Taylor, $\{111\}\langle 112 \rangle$ e $\{111\}\langle 110 \rangle$, por exemplo) seriam preferencialmente consumidos nos estágios iniciais da recristalização ao passo que os grãos pertencentes à fibra α (baixa energia armazenada, baixo fator de Taylor, $\{001\}\langle 110 \rangle$ e $\{112\}\langle 110 \rangle$, por exemplo) seriam consumidos nos estágios posteriores da recristalização. Além disso, concluíram que a textura de recristalização poderia ser explicada pela nucleação orientada já que encontraram muitos núcleos formando ângulos entre 25° e 55° com a matriz deformada. Observaram, interessante, que grãos Goss novos eram nucleados principalmente no interior de bandas de cisalhamento em grãos deformados com orientação $\{111\}\langle 112 \rangle$, $\{111\}\langle 110 \rangle$ e $\{112\}\langle 110 \rangle$.

HONG e LEE, 2003, fizeram a mesma observação estudando um aço livre de intersticiais 1%Si laminado a frio (0,4% de redução). Verificaram que grãos que sofreram pouca deformação cresceram consumindo os demais grãos mais deformados. Afirmaram ainda, para grãos recozidos que o mecanismo de crescimento deve ser avaliado em função da migração de contornos de grão induzida por deformação e não pelas características do contorno. Além disso, o crescimento anormal de grão não apresentava nenhuma relação de orientação com a textura de recristalização primária.

CUNHA e PAOLINELLI, 2002, observaram num aço 2%Si de grão não-orientado laminado a frio (75% de redução) que a nucleação se inicia nos grãos

pertencentes à fibra γ já com o recozimento a 660 °C. Observaram ainda que, mesmo após a recristalização, o crescimento de grão reforça a textura sendo que a fração volumétrica da fibra γ continua a crescer consumindo outras fibras tais como a η e a α . Nessa condição, acima dos 700 °C, a fibra γ se torna mais bem definida com um pico intenso em (111)[112]. Embora, tenha sido reportada em outros trabalhos, estes autores não observaram vantagem de tamanho aos 740 °C.

STOLLER e ZINKLE, 2000, num trabalho quase que direcionado a materiais de interesse nuclear, sugeriram que o valor para o fator de Taylor para o deslizamento dos planos {110} em materiais CCC deveria ser 3,06. Isso resolveria o problema do uso incorreto de parâmetros para o cálculo da tensão de cisalhamento resolvida.

Em 1999, num artigo de revisão, HUTCHINSON, aborda o assunto energia armazenada apresentando evidências experimentais da evolução da textura durante a laminação a frio de aços baixo carbono. Nesse texto, deixa claro a dependência da orientação da microestrutura em relação à energia armazenada pela deformação (fator de Taylor e heterogeneidades decorrentes da deformação). Tenta associar essa discussão ao fato de que a textura de laminação por si só é incompatível com o que se poderia esperar do modelo de deformação homogênea predito por Taylor. Isso seria de se esperar, já que o escorregamento, devido à sua natureza, não poderia jamais ser homogênea em uma escala tão diminuta, mas sim, um tanto heterogênea.

SAMAJDAR e col., 1999, estudando um aço ultra baixo carbono, verificaram que em reduções de 50% a preferência da nucleação nos grãos da fibra γ sobre os grãos da fibra α não ocorria havendo uma espera ou um tempo de incubação envolvido sem que se observasse nucleação preferencial da fibra γ sobre a fibra α . Com 70% de redução a vantagem da elevada energia armazenada se manifestava com a nucleação dos grãos da fibra γ sobre os grãos da fibra α . Também verificaram que a energia armazenada decrescia para altos valores do fator de Taylor.

Resultados semelhantes foram obtidos em 1998, por SAMAJDAR e col. estudando um aço Ti livre de intersticiais e laminado a frio com 90% de

redução. Durante o processo de recristalização, observaram que algumas regiões/bandas α eram consumidas, enquanto as demais regiões α cresciam significativamente. Embora não tendo sido observada a vantagem de crescimento para a fibra γ , os grãos γ apresentaram nucleação preferencial. Uma das conclusões obtidas foi que uma fração dos grãos pertencentes à fibra α cresceu devido à migração de contornos induzida por deformação e que a ocorrência de recristalização regular em bandas α , mas restringida pelo ancoramento orientado, possivelmente teve maior importância na definição de regiões α que cresceram.

Associado ao conceito e relações decorrentes da alta energia armazenada após a laminação, SAMAJDAR e col., 1997, apontam outros dois fatores que podem estar atuando na nucleação preferencial: a nucleação favorável/preferencial dos grãos da fibra γ próximos aos contornos de alta mobilidade (25° - 35° <110>) e a não homogeneidade das subestruturas das discordâncias ambas devido à vantagem pela frequência, já que não são maiores do que os grãos de outras orientações. Este estudo foi realizado com um aço Ti livre de intersticiais utilizando a difração de raios X, EBSD e a microscopia de transmissão. Os autores observaram que o aumento do fator de Taylor sempre estava associado ao aumento da energia armazenada.

RAJMOHAN e col., 1998, observaram também ao estudar um aço livre de intersticiais laminado a frio com 80% de redução utilizando a difração de nêutrons que os grãos mais duros eram mais difíceis de se deformarem quando comparados aos mais moles. Nesse trabalho, os autores calcularam a energia armazenada para $\phi_2 = 45^\circ$ no espaço de Euler. Encontraram o maior valor em $\phi_1 = 25^\circ$, $\Phi = 25^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$.

RAJMOHAN e col., 1997, afirmaram que as discrepâncias entre a energia armazenada e os valores esperados do fator de Taylor estão associadas ao fato de que o modelo de Taylor simplifica demais a deformação de um material policristalino. Nesse trabalho, estudaram um aço livre de intersticiais laminado a frio (80% de deformação), utilizando a difração de nêutrons para as medições. Calcularam a energia armazenada a partir do alargamento da linha em várias regiões das figuras de pólo. Como resultado,

observaram que a energia armazenada aumentava em função do aumento do fator de Taylor até um certo ponto (altos valores de fator de Taylor), quando, então, diminuía.

De BOER e WIETING, 1997, estudando um aço elétrico sem silício laminado por *skin-pass* (10% de redução) fizeram a afirmação de que grãos com baixo fator de Taylor iniciaria o processo de nucleação. Esses grãos foram observados na fibra α $\{116\}<110>$ que seria em parte devido ao crescimento de subgrão e à migração de contornos induzida por deformação. A intensa textura em $\{116\}<110>$ permitiria a formação de núcleos para a recristalização após uma segunda laminação a frio (*skin-pass* de 10%), de forma que somente os grãos com baixa energia armazenada seriam capazes de atuar como núcleos de recristalização, originando assim, grãos com orientação próxima a $\{001\}<110>$.

SHIMAZU e col., 1994, a partir da avaliação de um aço elétrico semi-processado de grão não-orientado suavemente laminado, observaram maior armazenamento de energia nos grãos de orientação $\{110\}<112>$, ou seja, conhecidamente de alta energia. Observaram também que a laminação suave produzia diferenças muito significativas nas tensões internas dos grãos de diferentes orientações. Isso permitia que grãos com menor deformação crescessem segundo o mecanismo da migração de contorno induzida por deformação (SIBM, *Stress Induced Grain Boundary Migration*).

5- PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

5.1 – Aço 2%Si e Aço ABNT 1006

Os aços estudados neste trabalho são do tipo ferrítico com baixo teor de carbono, de grão não-orientado e praticamente isentos de precipitados. O primeiro é caracterizado como ABNT 1006 (não ressulfurado) e o segundo como aço silício com 2% de silício. Os aços foram produzidos pela Companhia Siderúrgica Nacional, CSN, fornecidos para a empresa Brasmetal Waelzholz Indústria e Comércio S.A. e gentilmente cedidos para este e outros trabalhos neste Centro. Os dois aços sofreram trabalho na Brasmetal, sendo finalizados termicamente com processos de descarbonetação e crescimento de grão na empresa SEW do Brasil Motores-Redutores Ltda.

A análise química dos dois aços é apresentada na Tabela 2. O teor de carbono foi obtido por analisador de carbono e os demais por espectrometria de fluorescência de raios X (WD-XRF).

Os teores de carbono, fósforo e enxofre estão de acordo com a composição característica da liga ABNT 1006. A única dúvida que poderia ser colocada é quanto ao teor de manganês que, apesar disso, não descaracteriza o tipo da liga. A precisão dos teores é dada pelos laboratórios. Sem a

consideração da presença de outros elementos, o teor de ferro é obtido pela diferença para fechar em 100%.

Tabela 2: Composição química dos aços baixo carbono, ABNT 1006 e 2%Si, utilizados neste trabalho. Os valores são dados em porcentagem em massa.

Elemento	NORMA ABNT	Laboratório A		Laboratório B	
		2%Si	ABNT 1006	2%Si	ABNT 1006
C	0,08 máx.	0,0346	0,0385	0,0360	0,0390
Si	-	1,884	0,029	2,030	0,050
Mn	0,25-0,40	0,111	0,179	0,124	0,190
P	0,040 máx.	0,013	0,013	0,006	0,015
S	0,050 máx.	0,013	0,012	0,009	0,012
Al	-	0,148	0,038	0,137	0,047
Cu	-	traço	0,016	0,018	0,013
Cr	-	0,112	0,020	0,090	0,023
Ni	-	0,042	traço	0,034	0,015
Mo	-	traço	traço	0,012	0,050
Fe	-	97,879	99,692	97,540	99,630

- Laboratório A: Laboratório de Fluorescência de Raios X, IPEN

- Laboratório B: Centro de Análises Químicas, IPT

5.2 – Tratamento Termo-Mecânico

5.2.1 - Materiais *como recebidos*. Histórico

Os aços foram fornecidos para a Brasmatal na forma de bobina laminada a quente (CSN) com espessura de 2,0 mm e largura de 1200 mm. Na Brasmatal, a bobina no estado *como recebida*, foi submetida a uma etapa de decapagem

em solução de ácido clorídrico 13%, a 85 °C, em regime semicontínuo. Encerrada essa etapa, a bobina foi cortada de forma a obter chapas com largura de 300 mm, sendo selecionadas as bobinas da região central da bobina original. Após o corte, as bobinas centrais desses aços foram laminadas a frio em um laminador quádruplo reversível obtendo-se as seguintes reduções de espessura:

- o aço 2%Si: 65% de redução e espessura final de 0,70 mm
- o aço ABNT 1006: 66% de redução e espessura final de 0,67 mm

Após laminação, as bobinas foram recozidas a 640 °C por oito horas em forno do tipo caixa, de alta convecção, em atmosfera controlada com 95% de N₂ e 5% de H₂.

Frações das bobinas recozidas foram encaminhadas à SEW do Brasil para serem laminadas a frio com a intenção de produzir pequena deformação, obtendo-se para:

- o aço 2%Si: 5,7% de redução e espessura final de 0,66 mm e
12,9% de redução e espessura final de 0,61 mm
- o aço ABNT 1006: 6,0% de redução e espessura final de 0,63 mm e
11,9% de redução e espessura final de 0,59 mm

As amostras *encruadas* utilizadas neste trabalho foram separadas nesta etapa do processamento.

Dessas frações, foram cortadas corpos de prova de 1 x 2 cm para as análises.

As amostras foram identadas com três punções com o intuito de se estabelecer um ponto de referência inequívoco para a observação da mesma área nas análises seguintes por EBSD.

5.2.2 - Tratamento Térmico em Atmosfera Controlada

Como visto anteriormente, o sistema metal-gás ou metal-vácuo tem papel importante no controle de elementos como o carbono, o manganês, o nitrogênio, entre outros. O teor desses elementos influencia algumas propriedades, pois propicia a formação de precipitados que controlam o crescimento dos grãos. Neste experimento, as amostras foram recozidas a 760°C por 5, 10, 15 e 30 minutos, em atmosfera de argônio de alta pureza, num forno de bancada construído no Laboratório de Gases do Centro de Química e Meio Ambiente, CQMA, IPEN. Como a estratégia estabelecida foi analisar sempre a mesma área, o corpo de prova do aço (2%Si e ABNT 1006) analisado na condição laminado foi recozido e analisado em todos os tempos. Esse tempos de recozimento foram contados com incrementos de 5 minutos ao tempo de recozimento anterior.

5.3 - Técnicas Experimentais

5.3.1 – Difração de Raios X, XRD

O equipamento utilizado foi um difratômetro de raios X da marca Rigaku modelo DMAX-2100 (Laboratório de Difração de Raios X, Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais, CCTM, IPEN-CNEN/SP).

As operações do equipamento são controladas a partir de um programa que contém um módulo de tratamento dos dados obtidos com a apresentação das figuras de pólos. Os parâmetros instrumentais utilizados foram:

- Goniômetro: DMAX-2100
- Acessório: Acessório de Figura de Pólos
- Filtro: Filtro K_{β}
- Tubo de raios x: Mo, 40kV e 20 mA
- Detetor: Contador de cintilação
- Modo de Medida: Varredura circular coaxial
- Método: Reflexão de Schulz
- Variação de α : 15,0° a 90,0°

- Passo: 5,0°
- Variação de β : 0,0° a 360,0°
- Passo: 5,0°
- Modo de Varredura: tempo fixo
- Oscilação γ : 0 mm
- Fendas:
 - Divergência: aberta
 - Espalhamento: 5 mm
 - Recebimento: 4 mm
 - Limitador de Altura: 1,2 mm

As amostras foram montadas no porta-amostras com a direção de laminação (DL) na vertical. Os planos cristalográficos escolhidos foram (110), (200), (211) e (310). O tempo de medida de cada passo foi de 2s para os picos mais intensos e 4s para os menos intensos.

Os dados obtidos das figuras de pólos foram utilizados para o cálculo das FDOs utilizando-se um programa de tratamento de dados desenvolvido no Laboratório de Difração de Raios X do IPEN.

5.3.2 - Difração de Elétrons Retroespalhados, EBSD

Foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura, MEV, Philips modelo XL-30, acoplado a um sistema de aquisição e identificação de padrões TexSEM Laboratories Inc., unidade da EDAX Inc., instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da USP.

As amostras foram lixadas em lixas 600, 800 e 1000. Após essa etapa, seguiu-se com polimento em pasta de diamante de 6, 3 e 1 μm . Em seguida, as amostras foram submetidas a polimento mecano-químico com suspensão de sílica coloidal até obter a qualidade desejada.

Os parâmetros de operação para as medidas de EBSD foram:

- Tensão de aceleração: 15 kV
- Distância de trabalho: até 30 mm

- Diâmetro do feixe na superfície: 5 μm
- Comprimento de cada passo: 2-3 μm

Cabe lembrar que os valores para esses parâmetros são médios, pois depende da natureza da amostra, da qualidade do polimento e das estruturas da matriz que se deseja analisar.

As imagens inicialmente varridas e analisadas por EBSD foram reconstruídas a partir dos arquivos de dados gerados pela microscopia por imagem de orientação, MIO.

6 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1 – Avaliação da Textura por Difração de Raios X

É conhecido que as diversas aplicações dos aços elétricos são fortemente dependentes da textura desenvolvida nos processos de recristalização. Os resultados obtidos neste trabalho para os aços 2%Si e ABNT 1006 serão discutidos a sob a luz dos conhecimentos atuais dos fenômenos que governam os processos de recristalização, sem o intuito de debater as propriedades magnéticas dessas ligas e sim de contribuir para esclarecer o desenvolvimento de suas texturas e microestruturas.

As FDOs foram geradas a partir do tratamento dos dados por um programa desenvolvido pelo Laboratório de Difração de Raios X do IPEN (LIMA, 1991). Os dados obtidos dos planos {110}, {200}, {211} e {310} geraram figuras de pólos incompletas que por sua vez permitem o cálculo das FDOs para amostras com simetrias ortorrômbica da amostra e cúbica do cristal.

Na Figura 24 são apresentadas as funções de distribuição de orientações, FDO, da superfície da amostra de aço 2%Si com *skin-pass* de 12,9% e recozida a 760 °C durante 5 minutos em atmosfera de argônio. Não foram realizadas medições *in-depth*, ou seja, nas regiões internas da amostra. Uma vez que o tratamento térmico tende a fazer os grãos crescer com o aumento do tempo de recozimento, algumas medições para os tempos mais longos não apresentaram dados que pudessem ser tratados satisfatoriamente, pois a

Figura 24: Função distribuição de orientação da amostra de aço 2%Si deformada 12,9% por laminação a frio e recozida por 5 minutos a 760°C

distribuição com grãos grandes e a resolução alcançada pelo feixe de raios X não permitiram analisar uma área homogênea e representativa. Assim, não serão apresentadas as FDOs das amostras recozidas por 10, 15 e 30 minutos, já que as áreas apresentavam grãos grandes, alguns com diâmetro da ordem de 300 μm .

Visualmente não é possível observar variações significativas nas FDOs da Figura 24, encruada por *skin-pass* e recozida, respectivamente. Isso demonstra que, mesmo sendo a análise por FDO uma ferramenta muito poderosa para a avaliação da textura, em algumas variações experimentais, como para estas condições para o aço 2%Si, não se percebe alterações nas orientações preferenciais de fibra $\langle 111 \rangle$ ou fibra γ , (001) $\langle 110 \rangle$ e (110) $\langle 001 \rangle$, por exemplo, para esse aço. Mesmo para as orientações mais intensas, (001) $\langle 110 \rangle$ e (110) $\langle 001 \rangle$, não há como observar variações significativas. As eventuais transformações decorrentes do recozimento a 760 °C durante 5 minutos poderiam ser observáveis pela alteração das intensidades das isolinhas em relação à amostra encruada, porém, estas se mantêm praticamente invariáveis.

Reforçando essa dificuldade de se verificar eventuais alterações, as FDOs somente para a seção $\phi_2 = 0^\circ$ das amostras de aço 2%Si, laminada e laminada e recozida por 5 minutos a 760 °C, são apresentadas na Figura 25.

Como pode ser observada na Tabela 2, a composição química do aço 2%Si e ABNT 1006 usados neste trabalho, difere praticamente somente em relação ao conteúdo de silício. Porém, é suficiente para produzir alterações e texturas discretas nas ligas após a laminação a frio de baixa deformação (*skin-pass*), mesmo que praticamente imperceptíveis por análise pelas FDOs. A Figura 26 apresenta a FDO da amostra de aço ABNT 1006 deformada a frio com 11,9% de redução. Da mesma forma que para a amostra de aço 2%Si, as orientações preferenciais do aço ABNT 1006 são fibra $\langle 111 \rangle$ apresentado baixa intensidade e a presença das componentes (001) $\langle 110 \rangle$ e (110) $\langle 001 \rangle$ com alta intensidade.

Figura 25: Função distribuição de orientações, seção $\phi_2 = 0^\circ$, das amostras de aço 2%Si em duas condições: laminada 12,9% de redução; encruada e tratada termicamente por 5 minutos a 760 °C em atmosfera de argônio e legenda de intensidade para as isolinhas da amostra laminada sendo comparáveis à amostra recozida.

Figura 26: Função distribuição de orientações da amostra de aço ABNT 1006 laminada a frio com 11,9% de deformação (*skin-pass*).

As FDOs e figuras de pólos das amostras de aço 2%Si e ABNT 1006 apresentadas neste trabalho são características dos aços de baixo teor de carbono totalmente recristalizados após deformação de média e alta redução (65-70%) por laminação. Esses resultados ratificam outros encontrados na literatura (PARK e SZPUNAR, 2003).

O crescimento dos grãos do aço ABNT 1006 com o tempo de recozimento gerou uma distribuição de grãos bimodal apresentando grãos grandes com diâmetro da ordem de 300 μm que impossibilita a obtenção de figuras de pólos representativas.

A Figura 27 apresenta as figuras de pólos (110) da amostra laminada e com recozimento subsequente a 760 °C por 10 minutos em atmosfera de argônio. As figuras à esquerda apresentam uma simetria ortorrômbica típica de materiais laminados, sendo originárias da distribuição estatística de grãos adequada. As figuras de pólos para a amostra recozida não apresentam a simetria da amostra laminada em função da distribuição bimodal dos grãos.

Embora as diferenças nas figuras de pólos das amostras encruadas e recozidas apareçam de forma clara, estas não permitem extrair mais informações a não ser de que a natureza da distribuição dos grãos é importante para se obter figuras de pólos de qualidade, ou seja, que a simetria das amostras seja observável. Grãos grandes gerados pelo recozimento impedem a obtenção de figuras de pólos de qualidade. Não se consegue, dessa forma, avaliar a evolução da textura e o crescimento anormal de grãos (macrotextura) pela técnica convencional de difração de raios X. Assim, os resultados obtidos por difração de raios X serão complementados com estudos com difração de elétrons retroespalhados, pois esta técnica (microscopia eletrônica de varredura) possibilita a análise da textura de regiões selecionadas a partir da obtenção das linhas de Kikuchi.

Figura 27: Figuras de pólos (110) do aço 2%Si laminado 12,9% a frio, recozido por 10 minutos, do aço ABNT 1006 laminado 11,9% a frio e recozido por 10 minutos.

6.2 – Resultados por EBSD

A avaliação das imagens de MIO dos aços 2%Si e ABNT 1006 obtidos com diferentes graus de deformação mostrou que essas ligas apresentam algumas diferenças no comportamento nessas condições de laminação.

As imagens de MIO para o aço 2%Si laminado a frio com 5,7% de deformação, apresentados nas Figuras 28 e 29, mostram que não há crescimento de grão quando recozido a 760 °C por 5, 10 ou 15 minutos.

Figura 28: Mapa de orientação de grãos para o aço 2%Si, deformado 5,7% a frio, nas condições tratada termicamente por 5 minutos, 10 minutos e 15 minutos. À direita, a escala de cores apresenta as orientações dos grãos. Note escalas diferentes para as figuras.

Na Figura 29 observa-se que os contornos de grão que predominam nessas condições são de ângulos maiores de 10° . A densidade de discordâncias é baixa nos 3 tempos de recozimento o que pode ser uma das

razões do não crescimento dos grãos já que a laminação não foi suficiente para o armazenamento de energia nos grãos. Percebe-se também que o aumento do tempo de recozimento não diminui as células de discordâncias.

Figura 29: Relação de orientação entre grãos obtidos por MIO para o aço 2%Si deformado 5,7% a frio, tratado termicamente por 5 minutos, 10 minutos e 15 minutos. À direita, a escala de cores apresenta o intervalo de ângulos para os contornos dos grãos. Note escalas diferentes para as figuras.

No artigo de HONG e LEE, 2003, estudando um aço livre de intersticiais e laminado a frio com somente 0,4% de deformação, os autores sugeriram que a deformação poderia ser pequena demais (pouca energia armazenada) para levar à recristalização e o crescimento de grão observado deveria ser devido à migração de contorno de grão induzida por deformação. Nessa condição de deformação a superfície sofre maior deformação que o interior, sendo os grãos submetidos a diferentes deformações. Essas diferenças nas energias armazenadas seriam os potenciais termodinâmicos para o crescimento dos grãos. A aparente contradição com o observado no presente trabalho está associado às condições de recozimento. HONG e LEE, aplicam um recozimento a temperaturas de até 950 °C e períodos de até 660 minutos.

Comportamento diferente é observado para a condição laminada com 12,9% de redução. Analisando-se as Figuras 30 e 31, observa-se que aos 10 minutos de recozimento os grãos se apresentam crescidos com alguma predominância para as direções entre $\langle 111 \rangle$ e $\langle 001 \rangle$. Observando-se a Figura 31, percebe-se que esta deformação gerou muitas células de discordâncias na matriz após a laminação. Com o recozimento por 5 minutos, muitas dessas discordâncias desapareceram, porém os grãos ainda não começaram a crescer. Com 10 minutos de recozimento, após a maior parte das discordâncias terem sido eliminadas, os grãos já se apresentam crescidos, ou seja, o crescimento dos grãos se inicia em algum tempo entre 5 e 10 minutos de recozimento. Aos 10 minutos de recozimentos ainda se percebe algumas células de discordâncias que praticamente são aniquiladas dando origem a grãos crescidos aos 15 minutos de recozimento. Isso significa que enquanto o excesso de energia armazenada durante a laminação não é dissipado a matriz não apresenta condições de promover o crescimento dos grãos. A partir de uma determinada condição, a energia armazenada remanescente é suficiente para promover o crescimento de grão. Quando essa energia é praticamente toda dissipada, não há mais condições de crescimento dos grãos (entre os 10 e 15 minutos de recozimento).

Essas observações levam a concluir que existe uma deformação mínima que deve ser aplicada para que ocorra crescimento de grão com o recozimento nas condições deste trabalho. SIDOR e col., 2005, afirmaram que a laminação

Figura 30: Mapa de orientação de grãos para o aço 2%Si, laminado 12,9% a frio, nas condições: laminada e tratada termicamente por 5 minutos, por 10 minutos e por 15 minutos. À direita, a escala de cores apresenta as orientações dos grãos.

Figura 31: Relação de orientação entre grãos obtidos por MIO para o aço 2%Si deformado 12,9% a frio, nas condições laminado e tratado termicamente por 5 minutos, 10 minutos e 15 minutos. A escala de cores apresenta o intervalo de ângulos para os contornos dos grãos.

com baixa deformação poderia diminuir a energia de ativação para o crescimento de grão gerando uma condição de não-equilíbrio num material deformado plasticamente que apresentaria, dessa forma, maior mobilidade do que um material não deformado. Porém, para esses autores, essa explicação seria válida para a recristalização secundária, o que não é o caso das conclusões do presente trabalho. Associado à deformação mínima, deve ser observado que a laminação por *skin-pass* faz com que os grãos apresentem diferentes valores de energia armazenada gerando uma distribuição de grãos com característica não-homogênea em relação à energia armazenada (CHEONG e col., 2003) o que pode levar ao crescimento de determinados grãos (Goss, por exemplo), mas não necessariamente de modo anormal.

No artigo de PARK e SZPUNAR, 2003, o recozimento a 790 °C de um aço elétrico de grão não orientado não produziu diferenças significativas no crescimento dos grãos quando comparado a uma temperatura inferior (740 °C). Nessa comparação, os autores observaram somente o aumento da fração recristalizada.

O aço ABNT 1006 apresenta comportamento semelhante ao aço 2%Si somente para baixa deformação. Para uma deformação de 6%, o aço não apresentou crescimento de grão mesmo com 15 minutos de recozimento como pode ser observado nas Figuras 32 e 33. A matriz da microestrutura praticamente não se altera a não ser pela diminuição das discordâncias com o tempo de recozimento, Figura 33.

Para deformações maiores (11,9%), da mesma forma que para o aço 2%Si, observa-se crescimento de grão com o aumento do tempo de recozimento. Na Figura 34, aos 10 minutos, observa-se que alguns grãos já estão crescidos, porém uma fração ainda permanece sem crescer. Aos 15 minutos, essa situação não se altera significativamente. Observando-se a Figura 35, percebe-se uma pequena redução das discordâncias com o recozimento. Aos 10 minutos de recozimento as discordâncias diminuem mais ainda e alguns grãos já estão crescidos. Aos 15 minutos de recozimentos, apesar de os grãos não crescerem mais ou aparecerem outros grãos crescidos de forma significativa, as discordâncias diminuíram. Isso sugere que o tempo de recozimento para crescimento de grão pode ainda ser pequeno, que a

Figura 32: Mapa de orientação de grãos para o aço ABNT 1006, deformado 6% a frio, nas condições: laminada e tratada termicamente por 5 minutos, por 10 minutos e por 15 minutos. À direita, a escala de cores apresenta as orientações dos grãos. Note escalas diferentes para as figuras.

Figura 33: Relação de orientação entre grãos obtidos por MIO para o aço ABNT 1006 deformado 6% a frio, nas condições laminado e tratado termicamente por 5 minutos, 10 minutos e 15 minutos. A escala de cores apresenta o intervalo de ângulos para os contornos dos grãos. Note escalas diferentes para as figuras.

Figura 34: Mapa de orientação de grãos para o aço ABNT 1006, deformado 11,9% a frio, nas condições: laminada e tratada termicamente por 5 minutos, por 10 minutos e por 15 minutos. À direita, a escala de cores apresenta as orientações dos grãos. Note escalas diferentes para as figuras.

Figura 35: Relação de orientação entre grãos obtidos por MIO para o aço ABNT 1006 deformado 11,9% a frio, nas condições laminado e tratado termicamente por 5 minutos, 10 minutos e 15 minutos. À direita, a escala de cores apresenta o intervalo de ângulos para os contornos dos grãos. Note escalas diferentes para as figuras.

temperatura de recozimento deva ser elevada ou, o mais provável, que a deformação em grau um pouco maior seria mais eficiente para promover o crescimento de grãos com o posterior recozimento.

Nas condições deste trabalho, se considerarmos que as discordâncias nesse tipo de aço se movem com maior facilidade do que no aço 2%Si, a recuperação será mais rápida por promover o aniquilamento destas mais rapidamente, dificultando o armazenamento de energia o que, em outras palavras, não proverá condições termodinâmicas favoráveis para o crescimento dos grãos. Assim, a não ser que o recozimento a temperaturas mais elevadas fosse realizado desde o início ou tempos muito mais longos sejam adotados, dificilmente novos grãos poderão crescer na matriz apresentada nessas Figuras, pois as discordâncias estão sendo aniquiladas, mas a matriz não se altera.

Crescimento de grão para aços de grão não-orientado é conseguido, por exemplo, com tratamento de descarbonetação como obtido por LIMA, 2005, que conseguiu uma microestrutura totalmente solubilizada com recozimento por 6 horas a 760 °C em atmosfera 90% nitrogênio e 10% hidrogênio, por SIDOR e KOVAC, 2005, estudando aço semi-processado recozido em atmosfera úmida de amônia craqueada a 790 °C e por De BOER e WIETING, 1997, com um aço elétrico baixo silício recozido a 650 °C durante 5 horas. Nessas condições consegue-se a descarbonetação do aço o que difere das condições do presente trabalho.

6.3 – Evolução do Crescimento dos Grãos

Uma das aplicações do programa de tratamento das imagens é a possibilidade de se identificar os planos cristalinos que se encontram paralelos à superfície da amostra. Nas Figuras 36 e 37 são apresentadas as imagens desses planos paralelos à superfície da amostra para os aços 2%Si e ABNT 1006, respectivamente, em duas temperaturas de recozimento. As direções apresentadas na legenda indicam que o vetor do plano específico está paralelo à normal da amostra.

Na amostra de aço 2%Si (Figura 36) conseguiu-se identificar todos os planos paralelos à superfície, $\langle hkl \rangle [001]$, da amostra na área analisada. As direções apresentadas na legenda indicam que o vetor do plano específico está paralelo à normal da amostra, logo, este vetor é perpendicular ao plano, estando, desse modo, paralelo à superfície da amostra, $[001]$. Os planos mais freqüentes que ocorrem após os dois recozimentos são $\langle 1\ 2\ 10 \rangle$, $\langle 123 \rangle$, $\langle 211 \rangle$, $\langle 113 \rangle$ e $\langle 122 \rangle$ presentes em frações acima de 10% da área analisada e representados na legenda de cores à direita das imagens. A distribuição desses planos aparentemente é homogênea sem se considerar a morfologia e o tamanho dos grãos aos quais estão associados.

240.0 μm = 80 steps IQ 31.048...280.292, Direction

laminado

Gray Scale Map Type: Image Quality
31.048...280.292 (31.048...280.292)

Color Coded Map Type: Crystal Direction

Direction	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
$\langle 0\ 0\ 1 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.038	0.038
$\langle 1\ 1\ 0 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.025	0.025
$\langle 1\ 1\ 1 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.160	0.160
$\langle 2\ 1\ 1 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.144	0.144
$\langle 2\ 1\ 0 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.093	0.093
$\langle 1\ 2\ 3 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.141	0.141
$\langle 1\ 2\ 2 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.091	0.091
$\langle 1\ 1\ 3 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.111	0.111
$\langle 1\ 2\ 10 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.195	0.195

Boundaries: <none>

240.0 μm = 80 steps IQ 37.949...263.09, Direction

10 minutos

Gray Scale Map Type: Image Quality
37.949...263.09 (37.949...263.09)

Color Coded Map Type: Crystal Direction

Direction	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
$\langle 0\ 0\ 1 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.012	0.012
$\langle 1\ 1\ 0 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.024	0.024
$\langle 1\ 1\ 1 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.030	0.030
$\langle 2\ 1\ 1 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.133	0.133
$\langle 2\ 1\ 0 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.089	0.089
$\langle 1\ 2\ 3 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.254	0.254
$\langle 1\ 2\ 2 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.100	0.100
$\langle 1\ 1\ 3 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.162	0.162
$\langle 1\ 2\ 10 \rangle [0\ 0\ 1]$	0°	10°	0.196	0.196

Boundaries: <none>

Figura 36: Representação dos planos paralelos à superfície da amostra de aço 2%Si na condição laminada e tratada por 10 minutos a 760 °C.

Na amostra de aço ABNT 1006 (Figura 37) também foi possível identificar todos os planos paralelos à superfície da amostra. Os planos que aparecem com frações acima de 10% são $\langle 1\ 2\ 10 \rangle$, $\langle 123 \rangle$, $\langle 211 \rangle$, $\langle 210 \rangle$, $\langle 113 \rangle$ e $\langle 122 \rangle$. Na amostra recozida por 10 minutos o plano que apresenta a maior fração na área analisada é o $\langle 1\ 2\ 10 \rangle$, ocorrendo tanto em grãos pequenos como em grandes. A distribuição de tamanho de grãos desse aço após o recozimento por 10 minutos é diferente do aço 2%Si. No aço ABNT 1006 alguns dos grãos crescidos estão associados aos planos paralelos à superfície que estão mais presentes ($\langle 1\ 2\ 10 \rangle$, $\langle 123 \rangle$, $\langle 113 \rangle$ e $\langle 211 \rangle$). Os grãos que não conseguiram crescer ou o fizeram muito pouco, após os 10 minutos de recozimento, são aqueles associados aos planos menos freqüentes ($\langle 001 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ e $\langle 110 \rangle$).

A comparação entre as imagens das condições laminada e recozidas a 10 minutos, nas Figuras 36 e 37, poderia levar a concluir que determinados grãos observados após o recozimento por 10 minutos, poderiam ser grãos presentes e observáveis na imagem da amostra apenas laminada.

Na Figura 38, após o recozimento, o grão de número 1, por exemplo, está na mesma região que o grão de número 1 na Figura da condição laminada. Ambos apresentam o mesmo plano paralelo à superfície da amostra, a mesma orientação e, completando os argumentos, outros grãos na região, que apresentavam o mesmo plano paralelo à superfície na condição laminada e que poderiam também ter gerado o grão 1 após o recozimento, não apresentavam a mesma orientação da condição laminada. Isso permitiria considerar a possibilidade de os dois grãos de número 1 nas duas condições serem os mesmos.

Para o aço 2%Si, os grãos numerados na condição laminada (1, 2, 7, 9, 13, 14, 16, 18, 32, 34 e 35), poderiam ser os mesmos que aparecem com esses números na condição recozida, ou seja, grãos que atuaram como núcleos de crescimento na condição de 5 minutos de recozimento. Já os grãos 3, 4, 5, 6, 8, 10, 11, 12, 15, 17, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31 e 33 não apresentando a mesma orientação após os 10 minutos de recozimento, teriam crescidos de novos núcleos. A partir dessa possibilidade, a fração dos grãos que teriam crescidos a partir de núcleos já existentes seria de

cerca de 31% e novos núcleos teriam dado origem aos outros 69% dos grãos crescidos.

224.0 μm = 80 steps IQ 36.1...283.595, Direction laminado

240.0 μm = 80 steps IQ 34.914...308.838, Direction 10 minutos

Gray Scale Map Type: Image Quality
36.1...283.595 (36.1...283.595)

Color Coded Map Type: Crystal Direction

Direction	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
<0 0 1> [0 0 1]	0°	10°	0.050	0.050
<1 1 0> [0 0 1]	0°	10°	0.036	0.036
<1 1 1> [0 0 1]	0°	10°	0.050	0.050
<2 1 1> [0 0 1]	0°	10°	0.065	0.065
<2 1 0> [0 0 1]	0°	10°	0.123	0.123
<1 2 3> [0 0 1]	0°	10°	0.172	0.172
<1 2 2> [0 0 1]	0°	10°	0.095	0.095
<1 1 3> [0 0 1]	0°	10°	0.129	0.129
<1 2 10> [0 0 1]	0°	10°	0.278	0.278

Boundaries: <none>

Gray Scale Map Type: Image Quality
34.914...308.838 (34.914...308.838)

Color Coded Map Type: Crystal Direction

Direction	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
<0 0 1> [0 0 1]	0°	10°	0.049	0.049
<1 1 0> [0 0 1]	0°	10°	0.023	0.023
<1 1 1> [0 0 1]	0°	10°	0.045	0.045
<2 1 1> [0 0 1]	0°	10°	0.093	0.093
<2 1 0> [0 0 1]	0°	10°	0.112	0.112
<1 2 3> [0 0 1]	0°	10°	0.155	0.155
<1 2 2> [0 0 1]	0°	10°	0.083	0.083
<1 1 3> [0 0 1]	0°	10°	0.147	0.147
<1 2 10> [0 0 1]	0°	10°	0.292	0.292

Boundaries: <none>

Figura 37: Representação dos planos paralelos à superfície da amostra de aço ABNT 1006 na condição laminada e tratada por 10 minutos a 760 °C.

Para o aço ABNT 1006, essa possibilidade de identificação do mesmo grão nas duas condições de recozimento seria bem menor, Figura 39. Dos 5 grãos identificados (A, B, C, D e E) na condição recozida por 10 minutos, somente o grão C teria grão correspondente, nas condições discutidas anteriormente para o aço 2%Si, na amostra laminada.

As Figuras 40, 41 e 42 delimitam regiões na amostra laminada (aço 2%Si) correspondentes à posição e área aproximada de grãos presentes na amostra recozida por 10 minutos. Esses grãos na amostra recozida por 10 minutos foram escolhidos por apresentarem orientações que não estavam presentes na mesma região na amostra laminada, ou seja, que cresceram de novos núcleos.

Figura 42: Identificação das regiões, na amostra laminada, que deram origem a grãos (5, 15, 23 e 26) com orientações distintas das existentes nas regiões correspondentes a estes mesmos grãos na amostra após 10 minutos de recozimento. Aço 2%Si.

Por exemplo, na Figura 40, o círculo que contém o número 3 representa aproximadamente a área ocupada pelo grão 3 na amostra recozida por 10 minutos (Figura 38), sendo que a posição do número 3 na Figura 40 representa a posição do centro do grão 3 na Figura 38 (recozida). Esse grão apresenta a orientação $\langle 113 \rangle [001]$. A legenda da Figura 40, informa que grãos que têm a mesma orientação do grão 3 ($\langle 113 \rangle [001]$, Figura 38, recozida) deverão estar coloridos de vermelho. Na área delimitada por esse círculo não existem grãos coloridos de vermelho, o que significa que o grão 3 da Figura 38 (recozida) cresceu de núcleos com orientações diferentes presentes na condição laminada. Essa consideração é válida para todas as regiões (círculos) apresentadas nas Figuras 40, 41 e 42, para o aço 2%Si e para a Figura 43

para o aço ABNT 1006. Para o aço 2%Si, são apresentados somente 5 círculos por figura para não sobrecarregar a imagem com muitos círculos e grãos coloridos dificultando a percepção da abrangência de cada círculo, ou seja, de cada grão representado.

Figura 43: Identificação das regiões, na amostra laminada, que deram origem a grãos (A, B, D e E) com orientações distintas das existentes nas regiões correspondentes a estes mesmos grãos na amostra após 10 minutos de recozimento. Aço ABNT 1006.

Na matriz de grãos da amostra de aço 2%Si apenas laminada, Figura 44, pode-se identificar a presença de grãos (grão 1 em azul, por exemplo) na mesma região e orientação de alguns grãos crescidos na amostra recozida por 10 minutos (Figura 38, recozida). Nessa Figura 44, observa-se a presença de outros grãos (em azul) com a mesma orientação do grão 1 na Figura 38 (recozida), porém em outras regiões. Associando-se a esses grãos, os

Figura 44: Identificação dos grãos com a mesma orientação daqueles que cresceram após 10 minutos de recozimento. Ângulos de rotação dos contornos dos grãos da matriz. Aço 2%Si.

Figura 45: Identificação dos grãos com a mesma orientação daqueles que cresceram após 10 minutos de recozimento. Ângulos de rotação dos contornos dos grãos da matriz. Aço 2%Si.

Figura 46: Identificação dos grãos com a mesma orientação daqueles que cresceram após 10 minutos de recozimento. Ângulos de rotação dos contornos dos grãos da matriz. Aço 2%Si.

Figura 47: Identificação dos grãos com a mesma orientação daqueles que cresceram após 10 minutos de recozimento. Ângulos de rotação dos contornos dos grãos da matriz. Aço 2%Si.

Figura 48: Identificação dos grãos com a mesma orientação daquele que cresceu após 10 minutos de recozimento. Ângulos de rotação dos contornos dos grãos da matriz. Aço ABNT 1006.

contornos de grão de alta energia (contornos em cor preta na legenda da Figura 44), percebe-se que praticamente todos os grãos em azul, neste exemplo, são semelhantes, pois, também apresentam contornos de alta energia. Os demais grãos em cor azul na Figura 44 aparentemente não geraram grãos crescidos com a mesma orientação após 10 minutos de recozimento, pois não se verifica a presença de grãos crescidos com essa orientação na Figura 38 (recozida) a não ser o grão 1.

Essa situação leva a concluir que o crescimento de grãos nesse aço, após 10 minutos de recozimento, não é inerente à presença de grãos com a mesma orientação numa condição anterior, isto é, após a laminação. Em outras palavras, deve haver núcleos de crescimento que estão determinando o crescimento dos grãos após os 10 minutos de recozimento. Essa mesma

situação ocorre para os grãos 2 e 9 na Figura 44 e para outros grãos nas Figuras 45, 46 e 47 para o aço 2%Si e Figura 48 para o aço ABNT 1006.

6.4 - Fator de Taylor

Nas Figuras 49 são apresentadas as imagens das amostras a partir de mapas de relação de orientação entre grãos, obtido por MIO, e mapas do fator de Taylor. Para o aço 2%Si, observa-se que após a laminação (12,9% de redução) muitas discordâncias foram criadas gerando células espalhadas por toda a superfície, Figura 49a. Porém, essa distribuição não é homogênea, já que essas células de discordâncias se concentram preferencialmente em determinados grãos ou tipos de grãos (De BOER e WIETING, 1997). CHOI e JIN, 2004, porém, estudando um aço baixo carbono laminado a frio (50% de deformação) observaram uma distribuição homogênea do fator de Taylor pelos grãos da matriz, porém, não aplicaram nenhum tratamento estatístico para realizar essa afirmação.

Na Figura 49 (fator de Taylor), os grãos são identificados com cores de acordo com o fator de Taylor, medido por MIO. A cor azul escura representa o menor fator de Taylor e a cor vermelha o valor maior, representando as cores intermediárias os valores desse intervalo. Desse universo de grãos do aço 2%Si foram selecionados 100 grãos dentre aqueles que menos apresentavam células de discordâncias. A avaliação desses grãos revelou que 21% apresentavam fator de Taylor com valores médios a baixos e 79% apresentavam fator de Taylor com valores médios a altos. Para os grãos com maior densidade de células de discordâncias os valores foram de 69,3% para grãos com fator de Taylor de médio a baixo e 31,7% para valores médios a altos. Isso demonstra que a deformação plástica (*skin-pass*) no aço 2%Si criou mais células de discordâncias nos grãos com menor fator de Taylor.

Esse comportamento foi também descrito por VANDERSHUEREN e col., 1996, analisando um aço IF (livre de intersticiais) onde se observou que um grão duro ($\{110\}<110>$, fator de Taylor $M = 4,33$) resistia mais à deformação que um grão mais mole ($\{001\}<110>$, fator de Taylor $M = 2,12$). RAJMOHAN e col., 1998, apontaram a mesma observação ao estudar um aço livre de

intersticiais laminado a frio com 80% de redução. Neste estudo os autores utilizaram a difração de nêutrons para as medições.

Figura 49: Mapa de relação de orientação entre grãos, obtido por MIO, e mapa do Fator de Taylor dos grãos. Aço 2%Si laminado.

HUTCHINSON, em um artigo de revisão em 1999, mostrou que deveria haver alguma correlação entre as energias armazenadas e o fator de Taylor ao longo da fibra α em ferro e aço laminados a frio. Porém, as deformações poderiam ser distribuídas de forma heterogênea devido a diversos fatores tanto relacionados ao material quanto ao tratamento aplicado. Semelhantemente a HUTCHINSON, RAJMOHAN e col., 1997, observaram que para um aço livre de

intersticiais deformado 80% a frio, as energias armazenadas ao longo da fibra γ apresentavam poucas variações. Ao longo da fibra α , esses autores encontraram uma correlação semelhante à apresentada por HUTCHINSON, fazendo somente uma ressalva que para altos ângulos Φ a energia armazenada e os valores do fator de Taylor não se correlacionavam. Estudando um aço laminado a frio (baixa redução), CHEONG e col., 2003, afirmaram que para laminações com baixa redução a distribuição da energia armazenada nos grãos não é homogênea. Assim, o potencial termodinâmico que definiria o padrão de qualidade durante o recozimento (QDA, *Quality Development Anneal*) não seria igual em todas as regiões da amostra o que resultaria em desvios nos comportamentos de determinados grãos. Os autores não conseguiram explicar todos os fenômenos a partir do modelo de Taylor, porém, confirmaram que o crescimento dos grãos Goss (baixo fator de Taylor) poderia ser explicado a partir dessa não-homogeneidade da distribuição da energia armazenada que poderia ser representada pelo fator de Taylor. Afirmaram ainda que, considerando-se que o crescimento dos grãos de uma forma geral não é dominado pelo crescimento dos grãos Goss, a matriz, ou seja, grãos da fibra γ mesmo não tendo o potencial termodinâmico dos grãos Goss, poderiam crescer. Essa concorrência entre os grãos Goss e os grãos da fibra γ poderia explicar a ocorrência dos grãos da fibra γ após o QDA. Considerando-se que grãos com baixo fator de Taylor possam ser mais deformados que os alto fator de Taylor, PARK e SZPUNAR, 2003, ressaltaram que os grãos Goss num aço baixo carbono laminado a frio poderiam nucleados primeiramente já que apresentam baixo fator de Taylor e, conseqüentemente, poderiam apresentar mais bandas de cisalhamento que os demais grãos. NAVE e BARNETT, 2005, tentando explicar a validade dos modelos derivados da teoria de Taylor, sugeriram que sendo as regiões dos contornos dos grãos mais finas que a parte interna, os modelos cujas imposições são mais relaxadas (*Relaxed Constraints*) poderiam explicar de forma mais precisa. Essas regiões dos contornos

estariam separadas das partes internas do grão por bandas de deformação. Num artigo recente, CASTRO e col., 2006, discutem a importância da utilização do fator de Taylor para a análise do comportamento da microestrutura. Comentam sobre a posição de alguns autores que não alcançaram boas correlações a partir do fator de Taylor, porém, afirmam que parte dessas más correlações poderiam estar associadas aos elevados graus de deformação plástica que conduz à rotação de grãos. Para deformações mais amenas afirmaram que o fator de Taylor ainda é um bom parâmetro para o estudo das deformações plásticas. Para isso se basearam em resultados de microdureza de grãos individuais e observações por microscopia de transmissão.

De uma forma menos pronunciada, esse mesmo comportamento foi observado também na amostra de aço ABNT 1006, Figura 50. Para os grãos com poucas células de discordâncias (168 grãos selecionados) a distribuição foi de 50% tanto para os grãos com fator de Taylor de médio para baixo quanto para valores de médio para alto. Para os grãos com maior densidade de células de discordâncias (137 grãos selecionados) a distribuição foi de 58,4% para os grãos de fator de Taylor de médio para baixo e de 41,6 % de grãos com valores de médio a alto.

Essa diferença entre os dois aços pode estar associada à presença de silício no primeiro aço. No caso do aço ABNT 1006, a falta desse elemento de liga provoca recuperação mais rápida e pode definir um comportamento um pouco mais homogêneo para os grãos deformados.

A nucleação e o crescimento de novos grãos foram avaliados a partir do fator de Taylor de cada grão a partir da amostra laminada. A Figura 51 mostra o mapa por MIO da amostra de aço 2%Si recozida por 5 minutos a 760 °C onde se vêem grãos identificados e que não estavam presentes no mapa gerado na condição laminada, Figura 49, ou seja, foram nucleados após o recozimento. As cores de identificação do fator de Taylor seguem a legenda imediatamente abaixo. Por esse código percebe-se que a maior parte dos grãos que nuclearam após o recozimento apresenta baixo fator de Taylor com valores entre 2,01 e 3,12, isto é, as deformações se concentram nos grãos de

baixo fator de Taylor. Esses grãos darão origem aos grãos crescidos com a mesma identificação na Figura 51 (recozidos por 10 minutos). Uma vez que o fator de Taylor é dependente da direção do deslizamento, supõe-se, então, que esses novos núcleos guardem alguma relação de orientação com a matriz deformada. CHOI e JIN, 2004, fizeram essa mesma observação avaliando um aço baixo carbono laminado a frio com 50% de deformação.

De BOER e WIETING, 1997, estudando um aço elétrico sem silício laminado por *skin-pass* (10% de redução) fizeram a mesma afirmação de que grãos com baixo fator de Taylor iniciariam o processo de nucleação.

Figura 50: Mapa de relação de orientação entre grãos, obtido por OIM, e mapa do Fator de Taylor dos grãos. Aço ABNT 1006 laminado.

Figura 51: Mapas do fator de Taylor para o aço 2%Si tratado a 760 °C durante 5 minutos e durante 10 minutos.

Como pode ser observado na Figura 51, os valores para o fator de Taylor permanecem praticamente inalterados nas duas condições, ou seja, recozidos por 5 e por 10 minutos. A identificação dos grãos no segundo mapa (10 minutos) foi possível a partir da verificação da presença de grão com a mesma orientação na mesma região nas duas condições. No mapa da condição recozida por 10 minutos os demais grãos crescidos não identificados possivelmente cresceram a partir de novos grãos que apareceram após os 5 minutos de recozimento. Os grãos não identificados na Figura 51 (5 minutos)

provavelmente foram consumidos pelos grãos que cresceram mudando a sua orientação.

Esses fatores também evidenciam que o fenômeno que ocorre nesse aço é a recristalização primária.

A distribuição dos grãos em função do fator de Taylor não parece obedecer a alguma tendência nas duas condições de recozimento e na condição laminada, ou seja, estão distribuídos homogeneamente pela superfície da amostra, conforme é apresentado nas Figuras 52 e 53.

Figura 52: Histograma de distribuição dos valores de fator de Taylor para o aço 2%Si nas condições laminada, recozida por 5 minutos, recozida por 10 minutos e recozida por 15 minutos.

Figura 53: Histograma de distribuição dos valores de fator de Taylor para o aço ABNT 1006 nas condições laminada, recozida por 5 minutos, recozida por 10 minutos e recozida por 15 minutos.

A avaliação da Figura 54 (aço 2%Si) mostra que grãos com fator de Taylor entre 2,1 e 3 tendem a prevalecer sobre os grãos que apresentam valores de fator de Taylor entre 3 e 4,2 à medida que a amostra laminada é recozida em tempos mais longos. A amostra laminada apresenta cerca de 51% dos grãos com baixo valor de fator de Taylor e aos 15 minutos de recozimento esses grãos representam 60% de todos os grãos. Esse ganho é mais representativo e constante para os grãos com fatores de Taylor de cerca de 2,17 e 2,95. Por outro lado, os grãos que mais desapareceram foram

aqueles com fator de Taylor entre 3,4 e 3,8 caindo de 32% na amostra laminada para cerca de 22% na amostra recozida por 15 minutos. Esse comportamento está alinhado com o critério de energia armazenada do modelo de Taylor onde grãos com baixo fator de Taylor consumiria os grãos com alto fator de Taylor (LANDGRAF e col., 2003, CHEONG e col., 2003).

Aço 2%Si

Aço ABNT 1006

Figura 54: Evolução da participação dos grãos em função do fator de Taylor devido à laminação e recozimento.

2,1 a 3: Baixo fator de Taylor

3 a 4,2: Alto fator de Taylor

HONG e LEE, 2003, fizeram a mesma observação estudando um aço livre de intersticiais 1%Si laminado a frio (0,4% de redução). Verificaram que grãos que sofreram pouca deformação cresceram consumindo os demais grãos mais deformados. Afirmaram ainda, para grãos recozidos, que o mecanismo de crescimento era devido à migração de contornos de grão induzida por deformação e não pelas características do contorno de grão. Além disso, observaram que o crescimento anormal de grão não tinha nenhuma relação de orientação com a textura de recristalização primária. PARK e SZPUNAR, 2003, estudando um aço baixo carbono e baixo silício, mas deformado com 75% de redução afirmaram que os grãos pertencentes à fibra γ (alta energia armazenada, $\{111\}\langle 112 \rangle$ e $\{111\}\langle 110 \rangle$, por exemplo) seriam preferencialmente consumidos nos estágios iniciais da recristalização ao passo

que os grãos pertencentes à fibra α (baixa energia armazenada, $\{001\}<110>$ e $\{112\}<110>$, por exemplo) seriam consumidos nos estágios posteriores da recristalização. A diferença na energia armazenada a partir de laminação leve também foi descrita por SHIMAZU e col., 1994, a partir da avaliação de um aço elétrico semi-processado de grão não-orientado, observando maior armazenamento de energia nos grãos de orientação $\{110\}<112>$, ou seja, conhecidamente de alta energia. Ao que parece, a nucleação também em aços baixo carbono mesmo com elevado grau de redução se iniciará preferencialmente nos grãos pertencentes à fibra γ . CUNHA e PAOLINELLI, 2002, observaram num aço 2%Si de grão não-orientado laminado a frio (75% de redução) que a nucleação se inicia nos grãos pertencentes à fibra γ já com o recozimento a 660 °C. Observaram ainda que, mesmo após a recristalização, o crescimento de grão reforça a textura sendo que a fração volumétrica da fibra γ continua a crescer consumindo outras fibras tais como a η e a α . Porém, SAMAJDAR e col., 1999, estudando um aço ultra baixo carbono, verificaram que em reduções de 50% a preferência da nucleação nos grãos da fibra γ sobre os grãos da fibra α não ocorria havendo, dessa forma, a ocorrência do retardo ou de um tempo de incubação. Com 70% de redução a vantagem da elevada energia armazenada se manifestava com a nucleação dos grãos da fibra γ sobre os grãos da fibra α . Resultados semelhantes foram obtidos em 1998, por SAMAJDAR e col. estudando um aço Ti livre de intersticiais e laminado a frio com 90% de redução. Associado ao conceito e relações decorrentes da alta energia armazenada após a laminação, SAMAJDAR e col., 1997, apontam outros dois fatores que podem estar atuando na nucleação preferencial: a nucleação favorável/preferencial dos grãos da fibra γ próximos aos contornos de alta mobilidade (25° - 35° <110>) e a não homogeneidade das subestruturas das discordâncias.

Para o aço ABNT 1006 poucos são os grãos (C, D e E) que aparecem na Figura 55 (5 minutos) e que cresceram dando origem a grãos que aparecem aos 10 minutos. Da mesma forma que para o aço 2%Si esses grãos mantém praticamente inalterado o valor do fator de Taylor quando recozido por 10 minutos. Diferentemente do aço 2%Si, na condição recozida por 5 minutos o aço ABNT 1006 apresenta a maior parte de seus grãos com fator de Taylor

abaixo de 3 (as maiores porcentagens ao redor do valor 2,4), ou seja, com facilidade de sofrer deformações ou armazenar energia durante a laminação. Para os valores superiores a 3,8 a porcentagem não ultrapassa os 5% de grãos em qualquer condição de tratamento. Como pode ser visto na Figura 54, de uma forma geral, os grãos com fator de Taylor entre 2,1 e 3 representam cerca de 70% em qualquer condição de tratamento (laminado ou recozido), conseqüentemente, os grãos com fator de Taylor entre 3 e 4,2 representaram cerca de 30% nessas condições de tratamento.

Figura 55: Mapas do fator de Taylor para o aço ABNT 1006 tratado a 760 °C durante 5 minutos e durante 10 minutos.

Alguns grãos cresceram mais que os demais, porém, não há como associar esse crescimento a um determinado valor de fator de Taylor ou mesmo um intervalo, apresentando valores diversos. Os grãos que pouco cresceram ou não cresceram com 10 minutos de recozimento também não obedecem uma distribuição preferencial de valores de fator de Taylor.

6.5 - Os Contornos CSL e as Relações de Desorientação

Nesta seção será realizada uma análise dos fenômenos observados no aço 2%Si contra os fenômenos relatados por outros autores quando se estuda o crescimento exagerado de grãos sob a óptica da recristalização secundária, onde é enfocada por alguns autores a importância dos contornos CSL e por outros a importância da mobilidade dos contornos de grão de alta energia.

Os contornos CSL no aço 2%Si não apresentaram comportamento igual para os valores de $\Sigma < 29$ (Figura 56, somente os dados dos contornos CSL $\leq \Sigma 29$ serão apresentados, pois considera-se que os contornos CSL acima desse número não são relevantes em policristais, RANDLE, 1999). De uma forma geral, as frequências desses contornos CSL aumentam com o tempo de recozimento como pode ser observado na Figura 57 ($\pm 70\%$ em relação à condição laminada). Isso poderia ser interpretado como aumento daqueles contornos de maior estabilidade (menor energia) e mobilidade (especialmente, os contornos $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$). A variação da frequência dos contornos CSL observada alcançou quase 70% com 15 minutos de recozimento.

Os contornos que estão presentes em maior frequência no aço 2%Si laminado são $\Sigma 3$, $\Sigma 13b$, $\Sigma 11$ e $\Sigma 5$. Nas temperaturas de tratamento, as alterações não são tão intensas após 5 minutos, evidenciando somente o início do aumento da frequência dos contornos $\Sigma 3$ e $\Sigma 5$ e diminuição do contorno $\Sigma 11$. A partir dos 10 minutos de recozimento, os contornos CSL $\Sigma 3$, $\Sigma 13b$ e $\Sigma 5$ despontam como os três de frequência mais intensa, sendo que os contornos $\Sigma 3$ e $\Sigma 5$ apresentam um comportamento crescente e o contorno $\Sigma 13b$ comportamento estável. Com 15 minutos de recozimento, a distribuição das frequências dos contornos CSL é deferente da obtida por HAYAKAWA e col., 1998. Para esses autores, os contornos $\Sigma 3$ e $\Sigma 13b$ diminuiriam de frequência na

amostra recozida a uma temperatura mais elevada (975 °C). Segundo esses autores, os contornos $\Sigma 1$ e $\Sigma 3$ estavam associados a grãos pequenos, o que demonstra que são contornos de pequena mobilidade. Porém, no artigo de LIN e col., 1996, os autores afirmaram que a queda observada nos contornos $\Sigma 5$, $\Sigma 7$ e $\Sigma 9$ demonstraria a importância desses contornos mesmo em estágios avançados da recristalização.

Figura 56: Variação dos contornos CSL $<\Sigma 29b>$ para o aço 2%Si nas condições laminada e tratadas termicamente em atmosfera de argônio por 5, 10 e 15 minutos.

Figura 57: Variação da soma total das frequências dos contornos CSL de $\Sigma 3$ a $\Sigma 49c$. O tempo 0 corresponde à amostra laminada. Aço 2%Si.

Uma das possíveis explicações para que essas alterações somente se iniciem aos 10 ou 15 minutos de recozimento está no fato que a presença do silício no aço faz com que as discordâncias tenham menor mobilidade retardando a recuperação da microestrutura.

O recozimento levou a um aumento dos contornos $\Sigma 3$, mas não dos contornos $\Sigma 9$, pelo menos em valores expressivos. O encontro entre $\Sigma 3$ e $\Sigma 13b$ também poderia produzir $\Sigma 3$ (LIMA, 2005), porém, isso de certa forma levaria ao consumo de $\Sigma 13b$. Como a frequência dos $\Sigma 13b$ é estável no aço 2%Si, parece não ser comum o encontro desses contornos. O contorno CSL $\Sigma 13b$ apresenta comportamento estável desde a condição laminada até os 15 minutos de recozimento. Esse comportamento aliado ao fato de ser um contorno CSL de elevada frequência, faz crer que os contornos ao redor da direção $\langle 111 \rangle$ com ângulos próximos de $27,79^\circ$ sejam mais estáveis e não são consumidos por outros contornos durante o desenvolvimento da matriz.

Esse comportamento está de acordo com os resultados obtidos por HINZ e SZPUNAR, 1995, que aplicaram o Método de Monte Carlo para avaliar o efeito de diversos contornos CSL na evolução da textura Goss durante a recristalização secundária. Nesse artigo, outros contornos apresentaram comportamento diferente dos nossos resultados. É o caso do $\Sigma 3$ que está presente numa frequência elevada no presente trabalho (inicia com 2% na condição laminada e chega a 4,8% na amostra recozida por 15 minutos, Figura 27) e apresenta a tendência de crescimento com o tempo de recozimento, mas pela simulação desses autores, os resultados indicaram uma pequena diminuição na frequência que já iniciava baixa (0,4%) e que diminuiu ainda mais terminando com 0,3% após cerca de 13000 MCS. No aço 2%Si do presente trabalho, o contorno $\Sigma 5$ aumentou mais que o dobro de sua frequência inicial, iniciando com 0,6% na amostra laminada e alcançando 1,9% na amostra recozida por 15 minutos.

Analisando-se esse comportamento, supõe-se que os contornos CSL no aço 2%Si, pelo menos os de baixo Σ continuam ativos mesmo após 10 minutos de recozimento e, talvez, até após os 15 minutos de recozimento. Porém, HINZ e SZPUNAR afirmam que os contornos CSL são ativos somente nos estágios iniciais do crescimento de grão. Além disso, a partir de simulações utilizando o Método de Monte Carlo, concluíram que, apesar dos contornos CSL terem uma função importante nos processos que governam as alterações na textura, não constituem a parte mais significativa dos fatores que determinarão a cinética dos fenômenos.

Os contornos CSL observados ao redor da direção $\langle 100 \rangle$, a saber, $\Sigma 5(36,86^\circ)$, $\Sigma 17a(28,07^\circ)$ e $\Sigma 13a(22,62^\circ)$ apresentaram, para os tempos de recozimento, aumentos constantes da frequência em relação à condição laminada, como mostrado na Figura 56 e Tabela 3, sendo o comportamento para os contornos $\Sigma 17a(28,07^\circ)$ e $\Sigma 13a(22,62^\circ)$, muito parecidos. A fração obtida para o contorno $\Sigma 5$ foi muito significativa aumentando à medida que se aumentava o tempo de recozimento. Para a direção $\langle 111 \rangle$, os contornos com ângulos de desorientação $\Sigma 3(60^\circ)$ e $\Sigma 13b(27,79^\circ)$ são mais frequentes do que para o $\Sigma 7(38,21^\circ)$. O contorno $\Sigma 13b$, apesar de muito freqüente, apresenta-se bem estável. Na direção $\langle 110 \rangle$, o contorno CSL $\Sigma 9$ se manteve estável com

pequena variação nas freqüências e o contorno $\Sigma 11$, não apresentado na Tabela 3, diminuiu. No artigo de MORAWIEC e col., 1993, a simulação não gerou contornos $\Sigma 11$.

Tabela 3: Contornos CSL <21 para o aço 2%Si que apresentaram variação das suas freqüências em função do tempo. Temperatura de recozimento de 760 °C em atmosfera de argônio.

Σ	Direção <uvw>	Ângulo	Freqüência x 10 ⁻³			
			Condição/Tempo, min			
			laminada	5	10	15
3	111	60	20	24	38	48
7	111	38,21	4,4	5,7	8,4	8,3
13b	111	27,79	26	24	24	30
5	100	36,86	6,3	7,3	11	19
17a	100	28,07	1,4	1,0	2,6	3,8
13a	100	22,62	1,7	2,1	3,2	3,6
9	110	38,94	4,9	5,7	6,9	6,7
17b	221	61,9	2,1	3,1	6,8	5,9

Infelizmente, não existem informações de $\Sigma 1$ para o presente trabalho uma vez que as células de discordâncias, ao serem observadas durante a análise, se confundem com os contornos $\Sigma 1$. Em relação aos contornos $\Sigma 3$ - $\Sigma 29$, os resultados obtidos no presente trabalho apresentam comportamento bem diferente da simulação de HASSOLD e col., 2002 que não obteve alterações significativas para os contornos $\Sigma 3$ - $\Sigma 29$ pelo Método de Monte Carlo. Senão todos, mas os contornos $\Sigma 3$, $\Sigma 5$, $\Sigma 13b$, apresentaram grandes variações nas suas freqüências ao longo do recozimento.

Os resultados do presente trabalho para o intervalo de CSL $\Sigma 1$ - $\Sigma 23$, com exceção ao $\Sigma 1$ não medido no nosso trabalho, apresentaram incremento nas freqüências para alguns desses contornos, como discutido anteriormente, porém, em taxas diferentes. Por exemplo, o $\Sigma 9$ não aumenta tão

significativamente como no artigo de ONO e col., 1999. Por outro lado, $\Sigma 5$ tem um incremento muito grande no presente trabalho e não tão significativo no artigo de ONO. O contorno $\Sigma 3$ tem comportamento muito parecido.

6.6 - Ângulos de Desorientação

No presente trabalho, para o aço 2%Si pode-se dizer que quase não há alterações aos 5 minutos de recozimento a não ser por uma queda expressiva da frequência dos contornos no intervalo de $26,25^\circ$ a $31,25^\circ$ nos três tempos de recozimento, Figuras 58 e 59. ETTER e col., 2002, observaram um a pequena queda no intervalo entre 30° e 35° num estudo com um aço 3%Si. Nos intervalos entre $33,75^\circ$ e $36,25^\circ$ e entre $43,75^\circ$ e $46,25^\circ$ são observadas pequenas quedas na frequência aos 15 minutos. Aumentos na frequência um pouco mais expressivos ocorrem nos intervalos de $13,75^\circ$ e $16,25^\circ$, $31,25^\circ$ e $33,75^\circ$, $46,25^\circ$ e $48,75^\circ$ e entre $48,75^\circ$ e $51,25^\circ$, deslocando o máximo de frequência de $41,25^\circ$ a $48,75^\circ$ para $46,25^\circ$ a $51,25^\circ$, Figura 58. Em suma, não é possível afirmar como HAYAKAWA e col., 1998, que o crescimento de grão está associado ao consumo de contornos entre 25° e 45° .

Figura 58: Histograma dos ângulos de desorientação para os contornos de grão ao aço 2%Si nas condições laminada e recozida por 5, 10 e 15 minutos.

Figura 59: Razão das relações de orientação em relação da condição laminada ($t=0$) e variação da frequência em relação à condição laminada. Aço 2%Si.

Na Figura 60, observa-se que a maior frequência dos ângulos de desorientação para os contornos relacionados aos grãos Goss na condição laminada está no intervalo entre $36,25^\circ$ e $38,75^\circ$ e a maior frequência para os ângulos de desorientação dos grãos em geral está entre os ângulos $28,75^\circ$ e $31,25^\circ$. Quando recozido por 15 minutos, a maior frequência dos ângulos de desorientação associados aos grãos Goss se desloca para o intervalo $31,25^\circ$ - $33,75^\circ$.

Figura 60: Distribuição dos ângulos de desorientação dos contornos de grãos em geral e somente ao redor dos grãos Goss. Aço 2%Si laminado.

A Figura 61 mostra que se considerado os grãos em geral, a maior frequências dos ângulos de desorientação se desloca para o intervalo $56,25^\circ$ - $51,25^\circ$. O aparecimento desse máximo na região dos contornos de alta energia faz crer que nem sempre há consumo desses contornos considerados de alta mobilidade. No caso do presente trabalho e considerando-se o comentário de HAYAKAWA e col., 1998, o crescimento dos contornos de $31,25^\circ$ - $33,75^\circ$ ocorre com o consumo de outros ângulos. Não foi verificado se numa etapa posterior

de recozimento esses contornos serão consumidos. Na condição recozida, a amostra avaliada no presente trabalho apresenta comportamento mais divergente do que próximo ao obtido por HAYAKAWA e col., 1998. De qualquer forma, o máximo encontrado na amostra do presente trabalho comprova, mesmo que parcialmente, o que diversos autores (HAYAKAWA e SZPUNAR, 1997) afirmam, ou seja, os grãos Goss apresentam uma fração considerável de contornos de alta energia.

Figura 61: Distribuição dos ângulos de desorientação dos contornos de grãos em geral e somente ao redor dos grãos Goss. Aço 2%Si laminado e recozido a 760 °C por 15 minutos.

Quando considerada a amostra recozida a 1248K por HAYAKAWA e col., 1998, algumas semelhanças e diferenças são perceptíveis com a amostra do aço 2%Si recozido do presente trabalho. O histograma obtido por esses autores apresenta um máximo de frequência para os contornos relacionados aos grãos Goss no intervalo entre 30 e 35° com diminuição da distribuição quase que simétrica ao se afastar desse intervalo. Se considerados os grãos

em geral, esse máximo se desloca para o intervalo entre 50° e 55° . Os autores comentam que as diferenças são acentuadas após esse recozimento, tanto com o aumento da frequência dos contornos relacionados aos grãos Goss, quanto pela intensificação das frequências dos ângulos inferiores a 20° e superiores a 45° considerando-se os grãos de uma forma geral. Para o aço 2%Si do presente trabalho, o histograma mostra um máximo no intervalo entre $31,25^\circ$ e $33,75^\circ$, mas a distribuição não é simétrica ao redor desse intervalo, apresentando uma região com aumento da frequência no intervalo de $46,25^\circ$ a $48,75^\circ$. No caso dos ângulos de desorientação dos contornos em geral nesse intervalo, as frequências praticamente não se alteram. Quando HAYAKAWA e col. compararam as frequências entre os ângulos de desorientação para os grãos em geral nas condições recozida a 1248K e recristalizada, observaram um consumo dos contornos com ângulos de desorientação entre 25° e 45° . Uma comparação considerando-se o aço 2%Si nas condições laminada e recozida a 760°C durante 15 minutos, apresenta uma situação parecida (Figura 58), porém com decréscimo da frequência mais pronunciada no intervalo de $26,25^\circ$ a $31,25^\circ$. O consumo de contornos com determinados ângulos de desorientação pode ser explicado a partir da migração de alguns contornos que, ao se encontrarem com outros contornos desaparecem e um novo contorno se forma entre os grãos. Isso poderia explicar o decréscimo das frequências dos contornos de ângulos no intervalo entre 25° e 45° (no presente trabalho entre $26,25^\circ$ e $31,25^\circ$). Portanto, as condições são favoráveis ao crescimento de grãos Goss, mas isso não ocorre.

6.7 – Outras Observações

Na Figura 62 são apresentadas imagens do aço 2%Si obtidas por MIO recozidas a 760°C por 5, 10 e 15 minutos. Aos 5 minutos percebe-se muitos pequenos grãos Goss (em azul) espalhados pela matriz. Aos 10 minutos de recozimento a maior parte desses grãos desapareceu permanecendo poucos grãos Goss que cresceram (setas). Porém, continuando-se o recozimento (15 minutos), alguns desses grãos Goss simplesmente desaparecem (setas pretas, 10 minutos) e outros grãos Goss não conseguem crescer (setas vermelhas aos 10 e 15 minutos), mesmo estando rodeados por contornos de alta energia (20°

– 45° , ver código de cores na figura para identificar os ângulos de desorientação). Entretanto, observa-se o surgimento de um grande grão Goss (em azul, apontado por seta preta na condição 15 minutos) na região onde há grande densidade de células de discordâncias (10 minutos, seta azul claro). Esse fato indica que somente a presença de contornos de alto ângulo ao redor dos grãos Goss não faz com que haja garantia que irão crescer (ver discussão anterior sobre o tamanho dos grãos e a teoria dos contornos de alta energia). Além disso, o aço 2%Si utilizado neste trabalho é do tipo de grão não-orientado, do qual não se espera a ocorrência da recristalização secundária ou crescimento anormal de grão (LIMA, 2005).

Figura 62: Microscopia por Imagem de Orientação para o aço 2%Si laminado e recozido a 760°C por 5 minutos, 10 minutos e 15 minutos.

Um outro aspecto que se percebe na Figura 62 é que aos 5 minutos de recozimento a distribuição dos contornos apresenta uma estrutura bem definida para os contornos de ângulos inferiores a 20° e superiores a 45° , estando estes associados em muitos grãos. Os contornos com ângulos entre 20° e 45° também aparecem bem estruturados, porém aparentando estar distribuídos em uma rede de grãos quase que própria. Ângulos inferiores a 5° nessas imagens podem ser confundidos com outros componentes microestruturais. Aos 10 e 15 minutos de recozimento, com o crescimento dos grãos, os contornos com ângulos inferiores a 20° diminuíram muito a presença, passando a predominar os contornos superiores a 20° .

O tamanho do grão, que poderia ser um fator decisivo para o crescimento do grão, também está sujeito a contra-argumentações. O crescimento anormal do grão deveria obedecer o modelo clássico de Hillert, onde somente os grãos com raio duas vezes maior que o tamanho médio de todos os grãos poderia crescer anormalmente. Analisando-se as imagens dos mapas de orientação de grãos, Figura 63, observa-se que os dois grãos identificados com as setas contínua e tracejada aparecem no mapa para a condição laminada e para o tempo de recozimento de 15 minutos. Esses grãos apresentam tamanho mais que duas vezes maior que o tamanho médio de todos os grãos (Figura 63, laminado) e apesar disso, não crescem anormalmente após os 15 minutos de recozimento. Assim, o modelo de Hillert para a recristalização secundária não é válido para o aço 2%Si avaliado neste trabalho.

No artigo de LIN e col., 1996, são apresentados argumentos a favor do modelo dos contornos CSL para o desenvolvimento da textura Goss. Tomaram por base um aço 3%Si com MnS como inibidor de crescimento de grão. O material foi laminado a frio com 60% de redução, recristalizado a 380°C em atmosfera descarbonetante e recozido em atmosfera de $\text{H}_2\text{-N}_2$ a 950°C e 1000°C para o desenvolvimento da recristalização secundária. Na matriz primária recristalizada desse aço, poucos grãos próximos a Goss estão presentes (menos de 2% de todos os grãos), não sendo os maiores nem ocorrem em aglomerados como os primeiros estudos sugeriram como base do mecanismo da “vantagem do tamanho” para o desenvolvimento da textura Goss, Figura 64.

Os resultados do presente trabalho indicaram que os grãos com orientação próximos a Goss correspondem a 2,6%, não sendo também esses grãos os maiores e nem tampouco ocorrem em aglomerados, Figura 64. Esses valores indicam uma semelhança muito grande com o comportamento observado por esses autores. A distribuição dos contornos CSL para o artigo de LIN e col., mostrou que contornos de grão de baixo ângulo ($\Sigma 1$) e $\Sigma 3$ e $\Sigma 11$ são os contornos de grão CSL de baixo Σ mais freqüentemente observados ($\Sigma \leq 29$). No presente trabalho o contorno $\Sigma 11$ não ocorreu significativamente em nenhum dos aços estudados, sendo o $\Sigma 13b$, $\Sigma 3$ e $\Sigma 1$, os que ocorrem com maior freqüência ($\Sigma 1$ não foi apresentado, pois a sua observação é prejudicada pela presença de células de discordâncias).

Figura 63: Mapa de orientação de grãos para o aço 2%Si nas condições laminado e recozido por 15 minutos a 760 °C. As setas indicam dois grãos presentes nas duas condições que não variam de tamanho.

LIN e colaboradores

Aço 2%Si laminado

Figura 64: Imagem de orientação da matriz primária recristalizada do aço 3%Si, LIN e col., 1996 e micrografia do aço 2%Si laminado, do presente trabalho.

LIN e col., observaram que a baixa frequência dos contornos de grão CSL móveis e de baixo Σ ($\Sigma 3$ - $\Sigma 9$) na matriz primária não era um indicador relevante do papel dos contornos CSL no desenvolvimento da textura Goss já que os grãos de orientação próxima à Goss ocorrem em baixa frequência (<2%). Porém, observaram que alguns pequenos grãos de orientação próxima à Goss, Figura 64, estavam realmente ligados por contornos com alguma relação CSL. Esses grãos poderiam ser capazes de crescer mais rápidos do que outros grãos na matriz durante os primeiros estágios da recristalização secundária em função da diferença intrínseca na mobilidade e, conseqüentemente, poderiam contribuir para o desenvolvimento da textura Goss. Considerando-se o papel da mobilidade do contorno de grão, por outro lado, estudos anteriores (SHIMIZU e HARASE, 1989 e HARASE, 1995) mostraram que contornos de grão de baixo ângulo são relativamente imóveis e possivelmente possam atuar como inibidores de crescimento. O mapa de orientação obtido por LIN e colaboradores para a amostra recozida a 1000 °C, Figura 65, apresenta um grande grão Goss na matriz primária, com algumas interfaces de contornos CSL de baixo Σ definindo o perímetro, entretanto, a

freqüência de ocorrência desses contornos CSL não é significativamente diferente na matriz ao redor. Os autores observaram que poucos grãos Goss realmente crescem. No presente trabalho, Figura 65, de todos os grãos que cresceram, uma fração ínfima é de grãos Goss, porém sem configurar crescimento anormal de determinada orientação especial.

Figura 65: Imagem de orientação da matriz primária recozida a 1000 °C para o aço 3%Si, LIN e col., 1996 e micrografia do aço 2%Si recozido a 760 °C por 15 minutos, presente trabalho.

A partir da micrografia apresentada na Figura 64 (aço 2%Si, na condição laminada), foram selecionados somente os grãos Goss, Figura 66, para o cálculo da freqüência dos contornos de grão CSL. De um total de 3,8% de contornos CSL somente 1,3% correspondem a contornos $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$, ou seja, é insignificante. LIN e col., 1996, observaram para o aço 3%Si, cerca de 13% de contornos CSL $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$. Em função essa fração desses contornos CSL ($\Sigma 3$ - $\Sigma 9$), esses autores afirmaram que os grãos Goss têm um elevado potencial para

produzir contornos de grãos CSL ($\Sigma 1$, $\Sigma 3$, $\Sigma 5$, $\Sigma 7$ e $\Sigma 9$) na matriz primária durante o crescimento aleatório. Ainda afirmaram que, se considerarem que os contornos $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ são particularmente móveis, a orientação Goss irá apresentar uma maior probabilidade de formar essa interfaces durante o crescimento do que outros núcleos de orientação examinados. A importância das interfaces $\Sigma 5$ e $\Sigma 9$ no desenvolvimento da textura Goss já foi comentada nos trabalhos de LEE e col., 1995 e de YOSHITOMI e col., 1994, sem que nenhuma dessas interfaces tenha sido observada com frequência significativa na matriz primária.

Grãos Goss e vizinhos

Histograma de contornos CSL

Histograma de ângulos de desorientação

Figura 66: Mapa de imagem de orientação, mostrando os grãos Goss e os grãos que circunvizinham para o aço 2%Si laminado, histograma de frequência dos contornos de grãos CSL e histograma de ângulos de desorientação.

7 - CONCLUSÕES

Os dados obtidos neste trabalho permitem afirmar que, tanto para o aço 2%Si quanto para o aço ABNT 1006, o fenômeno que ocorre após a laminação por *skin-pass* (redução de 12,9% para o primeiro e 11,9% para o segundo) e tratamento térmico a 760 °C por 5 e 10 minutos em atmosfera de argônio é a recristalização primária.

Após 10 e 15 minutos de recozimento a 760 °C, os grãos não crescem mais do que tamanhos da ordem de 200-300 µm, sendo que o que se observa é a nucleação e crescimento de grãos em regiões de grande densidade de células de discordâncias, ou seja, o *skin-pass* aplicado permite que os grãos cresçam mas não mais do que um determinado tamanho nessa temperatura de recozimento.

Para o aço 2%Si, o *skin-pass* gera frações semelhantes de grãos com fator de Taylor baixo e alto, porém, para o aço ABNT 1006, a laminação gera mais grãos com baixo fator de Taylor.

Durante o recozimento, os grãos de baixo fator de Taylor consomem parte dos grãos de alto fator de Taylor no caso do aço 2%Si. No caso do aço ABNT 1006 a fração inicial (condição laminada) praticamente não se altera com o recozimento.

O *skin-pass* cria mais discordâncias em grãos com baixo fator de Taylor (aço 2%Si e 12,9% de deformação a frio). Os grãos de baixo fator de Taylor sofrem mais deformações que os grãos com fator de Taylor mais alto.

A presença do silício atrasa a recuperação favorecendo o aumento de subcontornos, o crescimento exagerado de grãos e a distribuição de tamanho de grão mais homogênea.

A ausência de silício favorece a recuperação diminuindo a densidade de discordâncias favorecendo uma distribuição bimodal de tamanho de grão.

Grãos maiores do que duas vezes o tamanho médio dos grãos da matriz deveriam crescer preferencialmente em relação aos demais (Teoria de Hillert). Essa condição não foi observada, tendo sido também contestada por outros autores.

A presença de grãos Goss não foi suficiente para que ocorresse o crescimento anormal de grãos. É possível notar que da mesma forma que alguns grãos Goss aparecem após 5 minutos de recozimento, aos 10 minutos de recozimento parte desses desaparecem e outros aparecem sem sequer observar o crescimento anormal de grão. Pela distribuição dos contornos de grãos, percebe-se que os contornos com desorientação entre $28,75^\circ$ e $31,25^\circ$, ou seja, contornos de alta energia diminuem com o aumento do tempo de recozimento, o que poderia levar a crer que a microestrutura está diminuindo a energia armazenada com o *skin-pass*. No caso do aço ABNT 1006 o comportamento quanto aos ângulos de desorientação é o mesmo.

Contornos CSL não garantem o crescimento do grão, além de, em muitos casos em ambos os aços, não estarem presentes em frações significativas. Contornos $\Sigma 3$ e $\Sigma 13b$ são contornos de baixa mobilidade.

O crescimento de grãos não depende da existência prévia de grãos com as orientações que serão desenvolvidas, ou seja, núcleos de crescimento de grãos darão origem a grãos com orientações distintas, mas não necessariamente com a mesma fração de orientação. Assim, o crescimento anormal de grãos não estaria relacionado necessariamente com os grãos Goss.

Os dados obtidos neste trabalho permitem afirmar que, tanto para o aço 2%Si quanto para o aço ABNT 1006, o fenômeno que ocorre após laminação por *skin-pass* (redução de 12,9% para o primeiro e 11,9% para o segundo) e

tratamento térmico a 760 °C em atmosfera de argônio por 5 e 10 minutos, é a *recristalização primária*.

Os argumentos que permitiram realizar esta afirmação foram:

- Para o aço 2%Si, após 10 e 15 de recozimento a 760 °C, os grãos não crescem mais do que tamanhos da ordem de 200-300 μm (Figura 62), sendo que o que se observa é a nucleação e crescimento de grãos em regiões de grande densidade de células de discordâncias, ou seja, o *skin-pass* aplicado permite que os grãos cresçam mas não mais do que um determinado nessa temperatura de recozimento.

- Grãos maiores do que duas vezes o tamanho médio dos grãos da matriz deveriam crescer preferencialmente em relação aos demais (Teoria de Hillert). Essa condição não foi observada (Figuras 63 e 65), tendo sido também contestada por outros autores (HAYAKAWA e col., 1998). Na Figura 63, dois grãos de tamanhos maiores que duas vezes o tamanho médio dos grãos não crescem como previsto pela Teoria de Hillert. Na Figura 65b (aço 2%Si) pode ser observada uma matriz com grãos crescidos após 15 minutos de recozimento que, mesmo com a presença de grãos pequenos, não há como afirmar que ocorreu crescimento anormal de determinado grão (recristalização secundária).

- A presença de grãos Goss não foi suficiente para que ocorresse o crescimento anormal de grãos. Pela Figura 62 (aço 2%Si) é possível notar que da mesma forma que alguns grãos Goss aparecem após 5 minutos de recozimento, aos 10 minutos de recozimento parte desses desaparecem e outros aparecem sem a observação de crescimento anormal de grão. Pela distribuição dos contornos de grãos (Figura 58), percebe-se que os contornos com desorientação entre 28,75° e 31,25°, ou seja, contornos de alta energia, diminuem com o aumento do tempo de recozimento, o que poderia levar a crer que a microestrutura está diminuindo a energia armazenada com o *skin-pass*.

- As Figuras 44-48 mostram que o crescimento de grãos não depende da existência prévia de grãos com as orientações que serão desenvolvidas, ou seja, núcleos de crescimento de grãos darão origem a grãos com orientações distintas, mas não necessariamente com a mesma fração de orientação.

Assim, o crescimento anormal de grãos não estaria relacionado necessariamente com os grãos Goss, por exemplo. Pelas Figuras em questão, qualquer grão ou agrupamento de grãos poderia gerar o crescimento normal de um grão.

8 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ANTONIONE, C., MARINO, F., RIONTINO, G., TABASSO, M.C. Effect of slight deformations on grain-growth in iron. *J. Mat. Sci.*, vol.12:747-750, 1977.
2. ASHBROOK Jr., R.W. e MARDER, A.R. The effect of initial carbide morphology on abnormal grain growth in decarburized low carbon steel. *Metallurgical Transactions*, vol. 16A:897 - 906, 1985.
3. ASSUMUS, F., DETERT, K., IBE, G. Über Eisen-Silizium mit Würfeltextr. *Z. Metallk.*, 48:344-349, 1957.
4. BACALTCHUK, C.M.B. Effect of magnetic annealing on texture and microstructure development in silicon steel. Tese de doutoramento. College of Engineering. The Florida State University, Florida, 2005.
5. BASINSKI, S. J. e BASINSKI, Z. S. The nature of the cold worked state. In : Recrystallization, grain growth and textures. Margolin, H. Ed. Seminar of the American Society of Metals, October 16 and 17, 1965, 1-44 pp, Chapman & Hall, Metals Park, 1966.
6. BATE, P.S., QUINTA DA FONSECA, J. Texture development in the cold rolling of IF steel. *Mat. Sci. Engineer. A*, 380:365-377, 2004.
7. BECK, P. A. e SPERRY, P. R. Strain induced grain boundary migration in high purity aluminum. *J. Appl. Phys.*, 21:150-152, 1950.
8. BLUM, W. e McQUEEN, H.J. Dynamics of recovery and recrystallization. *Mater. Sci. Forum*, 217-222:31-42, 1996.
9. BOWEN, A.W. Texture development in high strength aluminum alloys. *Mater. Sci. Tech.*, 6:1058-1071, 1990.
10. BOWEN, A.W. In: Microstructural characterization of high temperature materials. Ed. E. Metcalf, Londres, The institute of metals, 1988.
11. BUNGE, H.J. Experimental techniques of texture analysis. Ed. Bunge, H.J., Oberursel, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, 1986.

12. BUNGE, H.J. Texture analysis in materials science. Londres, Butterworths, 1982.
13. BUNGE, H.J. Zur Darstellung allgemeiner Texturen. *Zeitschrift fuer Metallkunde*, 56:872-874, 1965.
14. BURKE, J. E. e TURNBULL, D. Recrystallization and grain growth. In: *Progress in Metal Physics*, vol. 3, pp. 220-292, Pergamon Press, London, 1952.
15. CAHN, R. W. A new theory of recrystallization nuclei. *Proc. Phys. Soc. London*, vol. 63, no. 4A, p. 323-336, 1950.
16. CALEYO, F.; BAUDIN, T.; PENELLE, R. & VENEGAS, V. EBSD study of the development of cube recrystallization texture in Fe-50%Ni. *Scripta Materialia*, vol.45, pp. 413-420, 2001.
17. CAMPOS, M.F., LANDGRAF, F.J.G., FALLEIROS, I.G.S., FRONZAGLIA, G.C. KAHN, H. Texture evolution during the processing of electrical steels with 0.5% Si and 1.25% Si. *ISIJ Intern.* 44(10):1733-1737, 2004.
18. CASTRO, S.F., GALLEGÓ, J., LANDGRAF, F.J.G., KESTENBACH, H.-J. Orientation dependence of stored energy of cold work in semi-processed electrical steels after temper rolling. *Mater. Sci. Enginner. A*, 427:301-305, 2006.
19. CHEONG, S. W., HILINSKI, E. J. e ROLLETT, A. D. Grain growth in a low-loss cold-rolled motor-lamination steel, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 34A, pp. 1321-1327, 2003.
20. CHO, Y. K., ION, D. Y. e HENRY, M. The effects of deformation and pre-heat-treatment on abnormal grain growth in RENÉ 88 superalloy, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32A, pp. 3077-3090, 2001.
21. CHOI, S-H., JIN, Y-S. Evaluation of stored energy in cold-rolled steels from EBSD data. *Mat. Sci. Engineer. A*, 371:149-159, 2004.
22. COTTRELLI, A. H. Theory of dislocation. In : *Progress in metal physics. Ed. : Chalmers, B.*, vol. 4, p. 251-255, Pergamon Press, London, 1953.
23. CULLITY, B.D. e STOCK, S.R. *Elements of X-Ray Diffraction*. 3 ed., New Jersey, Prentice Hall, 2001.
24. CUNHA, M.A., PAOLINELLI, S.C. Effect of the annealing temperature on the structure and magnetic properties of 3% Si non-oriented steel. *J. Magnet. Magn. Mater.*, 254-255:379-381, 2003.

25. CUNHA, M.A., PAOLINELLI, S.C. Effect of the annealing temperature on the structure and magnetic properties of 2% Si steel. *Magn. Res.*, 5, 3:373-378, 2002.
26. De BOER, B. e WIETING, J. Formation of a near {001}<110> recrystallization texture in electrical steels. *Scripta Materialia*, vol. 37, pp. 753-760, 1997.
27. DINGLEY, D.J. e RANDLE, V. Microtexture determination by electron back-scatter diffraction (review). *Journal of Materials Science*, vol. 27, pp. 4545-4566, 1992.
28. DOHERTY, R.D.; HUGHES, D.A.; HUMPHREYS, F.J.; JONAS, J.J.; JENSEN, D.J.; KASSNER, M.E.; KING, W.E.; MCNELLEY, T.R.; MCQUEEN, H.J. e ROLLETT, A.D. Current issues in recrystallization: a review. *Materials Science and Engineering A*, vol. 238:(2), pp. 219-274, 1997a.
29. DZUBINSKY, M., SIDOR, Y. e KOVAC, F. Kinetics of columnar abnormal grain growth in low-Si non-oriented electrical steel. *Mat. Sci. Eng. A*, 385:449-454, 2004.
30. DZUBINSKY, M., KOVAC, F. Influence of heat cycling on microstructural parameters of Fe-3% Si grain oriented steel. *Scripta Materialia*, 45:1205-1211, 2001.
31. EMBURY, J. D. Strengthening mechanisms in Al alloys - an overview of natural limits and engineering possibilities. *Mater. Sci. Forum*, 217-222:57-70, 1996.
32. ENGLER, O. Nucleation and growth during recrystallization of aluminium alloys investigated by local texture analysis, *Mat. Sci. Technol.*, 12:859-872, 1996.
33. ETTER, A.L., BAUDIN, T., PENELLE, R. Influence of the Goss grain environment during secondary recrystallization of conventional grain oriented Fe-3% Si steels. *Scripta Materialia*, 47:725-730, 2002.
34. FISCHER e SCHNEIDER. Influence of deformation process on the improvement of non-oriented electrical steel. *J Magnet. Magn. Mater.*, 254-255:302-306, 2003.

35. GARMESTANI, H., KALU, P. e DINGLEY, D. Characterization of Al-8090 superplastic material using orientation imaging microscopy. *Mat. Sci. Eng. A*, 242:284-291, 1998.
36. GOTTSTEIN, G., SHVINDLERMAN, L.S. Grain boundary migration in metals. Thermodynamics, kinetics, applications. CRC Press, Boca Raton, 1999.
37. HALDAR, A., RAY, R.K. Microstructural and textural development in an extra low carbon steel during warm rolling. *Mater. Sci. Engineer. A*, 391:402-407, 2005.
38. HARASE, J. *Canadian Metall. Q.*, 34, 1885, 1995.
39. HARASE, J., SHIMIZU, R. Influence of annealing temperature before cold rolling and Cu content on the secondary recrystallization in nitrided Fe-3% Si alloy. *J. Magnet. Magn. Mater.*, 254-255:343-345, 2003.
40. HASSOLD, G.N., HOLM, E.A. e MIODOWNIK, M.A. *Mat. Sci. and Technol.*, 19:683-687, 2002.
41. HASSON, G., GOUX, C. *Scripta Metall.*, 5:889, 1971.
42. HATHERLEY, M. e HUTCHINSON, W.B. In: An introduction to textures in metals. Monograph no.5, The institution of metallurgist.
43. HAYAKAWA, Y., KUROSAWA, M. Orientation relationship between primary and secondary recrystallization texture in electrical steel. *Acta Materialia*, 50:4527-4534, 2002.
44. HAYAKAWA, Y., MURAKI, M. e SZPUNAR, J.A. The changes of grain boundary character distribution during the secondary recrystallization of electrical steel. *Acta Mater.*, 46(3):1063-1073, 1998.
45. HAYAKAWA, Y., SZPUNAR, J.A. The role of grain boundary character distribution in secondary recrystallization of electrical steels. *Acta Materialia*, 45(3):1285-1295, 1997.
46. HEO, N.H., KIM, S.B., CHOI, Y.S., CHO, S.S., CHAI, K.H. Interfacial segregation, nucleation and texture development in 3% silicon steel. *Acta Materialia*, vol. 15, pp. 4953-4964, 2003.
47. HINZ, D.C. e SZPUNAR, J.A. Modeling the effect of coincidence site lattice boundaries on grain growth textures. *Physical Review B*, 52(14):9900-9909, 1995.

48. HJELEN, J. ORSUND, R. e NESS, E. On the origine of recrystallization textures in aluminium. *Acta Metall. Mat.*, 39(7):1377-1404, 1991.
49. HOFF, R.T. e RHINES, F.N. Quantitative microscopy. McGraw-Hill, Nova York, 1968.
50. HOLM, E.A., HASSOLD, G.N. e MIODOWNIK, M.A. 2001.
51. HOMMA, H., HUTCHINSON, B. Orientation dependence of secondary recrystallization in silicon-iron. *Acta Mater.*, 51:3795-3805, 2003.
52. HONEYCOMBE, R.W.K. The plastic deformation of metals. Edward Arnold, Londres, 1984.
53. HONG, S-H., LEE, D.N. Grain coarsening in IF steel during strain annealing. *Mater. Engineer. A*, 357:75-85, 2003.
54. HUANG, Y., HUMPHREYS, F.J. e FERRY, M. *Acta Mater.*, 48:2543, 2000.
55. HUMPHREYS, F.J. Grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction. *J. Mat. Sci.*, 36:3833-3854, 2001.
56. HUMPHREYS, F. J. e HATHERLEY, M. Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Elsevier Science, Oxford, 1996.
57. HÚPALO, M. F. Estudo da recuperação e da recristalização de tântalo oligocristalino forjado rotativamente a frio. Dissertação de mestrado apresentado à Faculdade de Engenharia Química de Lorena, 1999.
58. HUTCHINSON, B. Deformation microstructures and textures in steels. *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*, vol. 357, pp. 1471 - 1485, 1999.
59. KEICHEL, J., CRUMBACH, M., SCHRAVEN, P., GOTTSTEIN, G. e FOCT, J. Recrystallization texture development in cold rolled super duplex stainless steel. In: 20th International conference on texture of materials. Proceedings of..., 1:817, 1999.
60. KOO, J. B., YOON, D. Y. & HENRY, M. F. The effect of small deformation on abnormal grain growth in bulk Cu. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33A, pp. 3803-3815, 2002.
61. KOVÁČ, F., DŽUBINSKY, M., SIDOR, Y. Columnar grain growth in non-oriented electrical steels. *J. Magnet. Magn. Materials*, 269:333-340, 2004.
62. KUHLMANN-WILSDORF, D. e HANSEN, N. *Scripta Mater.*, vol. 25, 1557, 1991
63. LANDGRAF, F.J.G., TAKANOHASHI, R. & CAMPOS, M.F. de. Tamanho de grão e textura dos aços elétricos de grão não-orientado. In: *Textura e*

- relações de orientação: deformação plástica, recristalização e crescimento de grão*. Ed. A. P. Tschiptschin et al., São Paulo, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 311 páginas, 2001.
64. LANDGRAF, F.J.G. & FERREIRA, E.D. Mais resultados acerca do crescimento de grão induzido por deformação em aço baixo carbono. *Anais do 51º Congresso da ABM - Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais* - São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1996.
65. LEE., K.T. e SZPUNAR, J.A. *Canadian metall. Q.*, 34, 257, 1995.
66. LIMA, L.M.F.G. Estudo da evolução da textura, da microtextura e da mesotextura de recristalização, após baixos graus de deformação a frio, em dois aços ferríticos com baixo teor de carbono. Tese de doutoramento. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2005.
67. LIMA, N.B., LIMA, L.M.G. e PADILHA, A.F. Texturas de recristalização. In: *Textura e relações de orientação. Deformação plástica, recristalização, crescimento de grão*. São Paulo, 2001.
68. LIMA, N.B. Influência da textura em medidas de tensão residual. Tese de doutoramento. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 1991.
69. LIMA, N.B., GALEGO, E., IMAKUMA, K. Análise de Textura por Meio de Figuras de Pólos Incompletas, *Boletim do INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES*, n. 95, São Paulo, 1986.
70. LIN, P., PALUMBO, G., HARASE, J., e AUST, K.T. Coincidence site lattice (CSL) grain boundaries and Goss texture development in Fe-3% Si alloy. *Acta Mater.*, 44(12)4677-4683, 1996.
71. LIU, Y.S., VAN HOUTTE, P. Simulation of plastic anisotropy in IF deep-drawing steels by Taylor theory. *Mater. Lett.*, 58, 3826-3830, 2004.
72. MACKENZIE, J.K. e THOMSON, M.J. Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes. *Biometrika*, vol. 45, pp. 229-240, 1958.
73. MACKENZIE, J.K. e THOMSON, M.J. Some statistics associated with the random disorientation of cubes. *Biometrika*, vol. 44, pp. 205-210, 1957.
74. MECKING, H., KOCKS, U.F., HARTIG, Ch. Taylor factors in materials with many deformation modes, *Scripta Mater.*, 35, 4:465-471, 1996.

75. MORAWIEC, A., SZPUNAR, J.A., e HINZ, D.C. Texture influence on the frequency of occurrence of CSL-boundaries in polycrystalline materials. *Acta Mater.*, 41(10):2825-2832, 1993.
76. MOSELEY, D., HU, Y., RANDLE, V., IRONS, T. Role of silicon content and final annealing temperature on microtexture and microstructure in non-oriented silicon steel. *Mater. Scie. Engineer. A*, 392:282-291, 2005.
77. MURAKAMI, K., TARASIUK, J., REGLÉ, H. e BACROIX, B. Study of the texture formation during strain induced boundary migration in electrical steel sheets, *Materials Science Forum*, vol. 467-470, pp. 893-898, 2004.
78. NAVE, M.D., BARNETT, M.R. Understanding the deformed microstructure of cold-rolled IF and LC steel. *Mater. Forum*, 29, 562-567, 2005.
79. ONO, N., KIMURA, K. e WATANABE, T. Monte Carlo simulation of grain growth with the full spectra of grain orientation and grain boundary energy. *Acta Mater.*, 47(3):1007-1017, 1999.
80. PADILHA, A.F., DUTRA, J.C. e RANDLE, V. Interaction between precipitation, normal grain growth, and secondary recrystallization in austenitic stainless steel containing particles. *Materials Science and Technology (UK)*, vol. 15, pp. 1009-1014, 1999.
81. PADILHA, A. F. e SICILIANO Jr., F. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, São Paulo, 1995.
82. PADILHA, A.F. e AMBRÓSIO FILHO, F. Técnicas de análise microestrutural, Hemus Editora, São Paulo, 1985.
83. PALUMBO, G., AUST, K.T. *Acta Mater.*, 38:2343, 1990.
84. PARK, J.T. e SZPUNAR, J.A. Evolution of recrystallization texture in nonoriented electrical steels. *Acta Materialia*, vol. 51, pp.3037-3051, 2003.
85. PARK, J.T., HAN, K.S., WOO, J.S., CHANG, S.K., RAJMOHAN, N. e SZPUNAR, J.A. Influence of primary annealing condition on texture development in grain oriented electrical steels. *Acta Materialia*, vol. 50, pp. 1825-1834, 2002.
86. PEETERS, B., KALIDINDI, S.R., TEODOSIU, C., VAN HOUTTE, P., AERNOUDT, E. A theoretical investigation of the influence of dislocation sheets on evolution of yield surfaces in single-phase B.C.C. polycrystals. *J. Mechan. Phys. Solid.*, 50, 783-787, 2002.

87. PINTO, A.L. e LOPES, A.M. A utilização da técnica de EBSD em estudos de microtextura e mesotextura, In: Textura e relações de orientação. Ed. Tschiptschin, A.P., Padilha, A.F., Schön, C.G., Landgraf, F.J.G., Goldenstein, H., Falleiros, I.G.S. e Lima, N.B. , São Paulo, 2001.
88. RAJMOHAN, N., SZPUNAR, J.A. e HAYAKAWA, Y. A role of fractions of mobile grain boundaries in secondary recrystallization of Fe-Si steels. *Acta Mater.*, 47(10)2999-3008, 1999.
89. RAJMOHAN, N., HAYAKAWA, Y., SZPUNAR, J.A., ROOT, J.H. The determination of orientation-dependent stored energy using neutron diffraction. *Physica B*, 241-243:1225-1227, 1998.
90. RAJMOHAN, N., HAYAKAWA, Y., SZPUNAR, J.A., ROOT, J.H. Neutron diffraction method for stored energy measurements in interstitial free steel. *Acta Mater.*, 45, 6:2485-2494, 1997.
91. RANDLE, V. Mechanism of twinning-induced grain boundary engineering in low stacking-fault energy materials. *Acta Mater.*, 47(15)4187-4196, 1999.
92. RANDLE, V. Microtexture investigation of the relationship between strain and anomalous grain growth, *Philosophical Magazine A*, vol. 67, pp. 1301-1313, 1993a.
93. RANDLE, V. Strain-induced secondary recrystallization. In: M. Fuentes and J. Gil Sevillano (eds.) *Recrystallization '92*, Trans Tech Publications, pp. 189-194, Aedermannsdorf, Switzerland, 1993b.
94. RIONTINO, G., ANTONIONE, C., BATTEZZATI, L., MARINO, F., TABASSO, M. Kinetics of abnormal grain growth in pure iron. *J. Mat. Sci.*, vol.14:86-90, 1979.
95. ROE, R.J. *J. Appl. Phys.*, 6:2024, 1965.
96. ROS-YAÑEZ, T., HOUBAERT, Y., FISCHER, O. e SCHNEIDER, J. Production of high silicon steel for electrical applications by thermomechanical processing. *J. Mater. Process. Technol.*, 143-144:916-921, 2003.
97. SAMAJDAR, I., VERLINDEN, B., KESTENS, L., VAN HOUTTE, P. Physycal parameters related to the developementes of recrystallization textures in an ultra low carbon steel. *Acta Mater.*, 47, 1:55-65, 1999.
98. SAMAJDAR, I., VERLINDEN, B., VAN HOUTTE, P. Development of recrystallization texture in IF-steel: An effort to explain developments in

- global texture from microtextural studies. *Acta Mater.*, 46, 8:2751-2763, 1998.
99. SAMAJDAR, I., VERLINDEN, B., VAN HOUTTE, P., VANDERSCHUEREN, D. γ -fibre recrystallization texture in IF-steel: an investigation on the recrystallization mechanisms. *Mater. Sci. Engineer. A*, 238:343-350, 1997.
100. SANDIM, H.R.Z., PADILHA, A.F., RANDLE, V. e BLUM, W. Grain subdivision and recrystallization in oligocrystalline tantalum during cold swaging and subsequent annealing. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials (UK)*, vol. 17, pp. 431-435, 2000.
101. SCHWARTZ, A.J., KUMAR, M., ADAMS, B.L. *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Plenum, Nova York, 2000.
102. SHIMANAKA, H., ITO, Y., MATSUMURA, K., FUKUDA, B. Recent development on non-oriented electrical steel sheets. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 26, pp. 57-64, 1982.
103. SHIMIZU, R. e HARASE, J. *Acta Metall.*, 37, 1241, 1989.
104. SHIMAZU, T., SHIOZAKI, M. & KAWASAKI, K. Effect of temper rolling on texture formation of semi-processed non-oriented steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 133, pp. 147 - 149, 1994.
105. SIDOR, Y., e KOVAC, F. Microstructural aspects of grain growth kinetics in non-oriented electrical steels. *Mater. Character.*, 55:1-11, 2005.
106. SIDOR, Y., KOVAC, F., PETRYCHKA, V. Secondary recrystallization in non-oriented electrical steels. *Metabk*, 44(3):169-174, 2005.
107. STOLLER, R.E., ZINKLE, S.J. On the relationship between uniaxial yield strength and resolved shear stress in polycrystalline materials. *J. Nucl. Mater.*, 283-287, 349-352, 2000.
108. UNDERWOOD, E.E. Quantitative stereology, Addison-Wesley, 1970.
109. USHIGAMI, Y., MIZOKAMI, M., FUJIKURA, M., KUBOTA, T., FUJII, H., MURAKAMI, K. Recent development of low-loss grain-oriented silicon steel. *J. Magnet. Magn. Mater.*, 254-255:307-314, 2003.
110. VANDERSCHUEREN, D., YOSHINAGA, N. e KOYAMA, K. Recrystallization of Ti IF steel investigated with electron back-scattering patterns (EBSP). *ISIJ Int.*, 36:1046-1054, 1996.

-
111. VERBEKEN, K., KESTENS., L. JONAS., J.J. Microtextural study of orientation change during nucleation and growth in a cold rolled ULC steel. *Scripta Materialia*, 48:1457-1462, 2003
 112. VERHOEVEN, J. D. Recovery and recrystallization. In: *Fundamentals of physical metallurgy*, John Wiley & Sons Inc., 1975.
 113. VIANA, C.S.C. e PAULA, A.S. Texturas de deformação. In: *Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização e crescimento de grão*. Ed. A. P. Tschiptschin e col., São Paulo, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 311 páginas, 2001.
 114. WENK, H-R. Preferred orientation in deformed metals and rocks: An introduction to modern texture analysis. Academic Press, Orlando, 1985.
 115. WILLIAMS, R.O. *Trans. Met. Soc. AIME*, 242:105, 1968.
 116. YOSHITOMI, Y., USHIGAMI, Y., HARASE, J., NAKAYAMA, T., MASUI, H. e TAKAHASHI, N. *Acta Metall. Mater.*, 42, 2493, 1994.
 117. YU, H., CHE, Q., KANG, Y., SUN, Y. Microstructural research on hot strips of low carbon steel produced by a compact strip production line under different thermal histories. *Mater. Character.*, 54:347-353, 2005.