UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

RODRIGO PINTO DE SIQUEIRA

**Efeitos de orientação na recristalização do aço inoxidável ferrítico AISI 430 com grãos
grosseiros e estabilizado ao nióbio**

Lorena
2010

RODRIGO PINTO DE SIQUEIRA

Efeitos de orientação na recristalização do aço inoxidável ferrítico AISI 430 com grãos grosseiros e estabilizado ao nióbio

Tese apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo como parte das exigências para a obtenção do título de Doutor em Ciências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais na Área de concentração: Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos.

Orientador: Prof. Dr. Hugo Ricardo Zschommler Sandim

Lorena
2010

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

Ficha Catalográfica

Elaborada pela Biblioteca Especializada em Engenharia de Materiais
USP/EEL

Siqueira, Rodrigo Pinto de

Efeitos de orientação na recristalização do aço inoxidável ferrítico AISI 430 com grãos grosseiros e estabilizado ao nióbio. / Rodrigo Pinto de Siqueira ; orientador Hugo Ricardo Zschommler Sandim. --Lorena, 2010.

168 f.: il.

Tese (Doutor em Ciências – Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais. Área de Concentração: Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos) – Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo.

1. Encruamento 2. Recristalização 3. Efeitos de orientação
4. Grãos grosseiros 5. Textura 6. PSN I. Título.

CDU 669.018

Dedico esta Tese de Doutorado aos meus pais,
Carlindo Pinto de Siqueira e Doralice de Faria
Siqueira, com amor, admiração e profunda gratidão.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Hugo R. Z. Sandim, pelo seu apoio constante ao longo do projeto de pesquisa, a quem sou muito grato.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo pela concessão da bolsa de Doutorado direto e pelo apoio financeiro para realização deste projeto de pesquisa (FAPESP 05/60.131-5).

À Escola de Engenharia de Lorena (EEL-USP), pela oportunidade de realização deste Doutorado.

Ao Dr. Tarcísio Reis de Oliveira (ArcelorMittal, Timóteo-MG), por fornecer o aço inoxidável AISI 430 com adição de nióbio e disponibilizar os laboratórios do Centro de Pesquisa para as medidas e análises de EBSD e microtextura. Esta colaboração foi fundamental para tornar este projeto de pesquisa em realidade.

Ao Prof. Dr-Ing. Dierk Raabe (*Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH*, Düsseldorf – Alemanha), por disponibilizar o FEG-SEM para a realização das medidas de EBSD de alta resolução e pelas suas orientações durante o meu estágio na Alemanha. Esta colaboração contribuiu muito na elaboração desta Tese de Doutorado.

Ao Prof. Dr. Carlos Alberto Baldan, pelo auxílio na laminação a frio das amostras do aço AISI 430 com adição de nióbio.

À Dr^a. Clara Herrera e a metalógrafa Katja Angenendt pelo auxílio na preparação metalográfica das amostras do aço AISI 430 com adição de nióbio e também na utilização do FEG-SEM.

Ao Prof. Dr. Alain Laurent Marie Robin, por ceder o eletrodo de platina utilizado no processo de extração dos precipitados presentes no aço AISI 430 com adição de nióbio.

Ao aluno de Iniciação Científica Edmilson Ricelli dos Passos (PIBIC-CNPq) pela colaboração na extração e identificação dos precipitados presentes no aço AISI 430 com adição de nióbio.

Aos funcionários do Centro de Pesquisa da ArcelorMittal-Timóteo, em especial à Dirceni de Souza Costa Amorim e ao Paulo César Luna, pela amizade e apoio durante a preparação, medida e análise das amostras para EBSD e microtextura.

Aos docentes, funcionários e colegas de Pós-graduação do Departamento de Engenharia de Matérias (DEMAR), pela inestimável amizade durante estes anos de convivência.

Finalmente, eu gostaria de agradecer à minha família que está sempre presente em minha vida e em especial à minha esposa, Audrea Priscila da Silva, que torna a minha vida possível.

"Science will stagnate if it is made to serve practical goals."

Albert Einstein

RESUMO

SIQUEIRA, R. P. **Efeitos de orientação na recristalização do aço inoxidável ferrítico AISI 430 com grãos grosseiros e estabilizado ao nióbio.** 2010. 168 p. Tese (Doutorado em Ciências) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2010.

O encruamento e a recristalização do aço inoxidável ferrítico AISI 430 com adição de nióbio e microestrutura formada por grãos grosseiros foram investigados. Os aços inoxidáveis ferríticos podem ser utilizados na indústria automotiva, por exemplo, nas partes mais quentes do sistema de exaustão de gases. Neste trabalho, três composições distintas foram investigadas, variando-se as quantidades de nióbio e de intersticiais (carbono e nitrogênio). Com o objetivo de se obter uma microestrutura formada por grãos grosseiros útil para o estudo dos efeitos de orientação, amostras dos aços laminado a quente foram recozidas a 1250°C por 2 h. Após recozimento, o tamanho de grão foi medido usando o método padrão dos interceptos lineares. Para o estudo do encruamento, as placas foram laminadas a frio entre reduções de 20% e 80%. As amostras com 80% de redução foram recozidas em temperaturas variando entre 400 e 1000°C por 15 min para o estudo da recristalização. As curvas de encruamento e de amolecimento isócrono foram realizadas mediante a determinação da variação da microdureza Vickers. A caracterização microestrutural das amostras foi realizada com o auxílio das microscopias ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV) no modo de elétrons retroespalhados (BSE). A macrotextura foi determinada com o auxílio da difração de raios X (DRX). A microtextura foi determinada mediante o mapeamento de amostras representativas via difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Os precipitados presentes na matriz ferrítica dos aços laminados a quente (FSS-B) foram extraídos utilizando duas rotas distintas: eletrolítica e química. A natureza cristalográfica dos precipitados foi determinada via DRX e a morfologia foi observada com o auxílio da MEV. As microestruturas recuperadas na condição inicial consistem de grãos alongados na DL e por partículas de Nb(C,N). A textura é caracterizada por componentes típicas de laminação no centro e de cisalhamento na superfície devido às grandes reduções por passe. Após recozimento, as macrografias revelaram que os aços FSS-A e FSS-B apresentam tamanho de grão similar, enquanto que o aço FSS-C apresentou tamanho de grãos menor. Os resultados de textura apresentaram as componentes CH (centro), Goss e *Brass* (superfície). A laminação a frio ocorreu de forma homogênea para as reduções inferiores a 50%. A partir desta redução, regiões bandeadas surgem na microestrutura. Notou-se que existe uma relação de orientação entre os grãos originais e as regiões bandeadas de modo que volumes regulares do grão giram na DT. Esta relação também foi observada nas regiões ao redor das partículas de Nb(C,N). A textura de laminação a frio é constituída pelas fibras α e γ . A recristalização dos aços investigados ocorre em temperaturas entre 650 e 850°C. A partir da microtextura, não foram observadas componentes de textura associadas ao mecanismo PSN. O aço FSS-R apresentou componentes pertencentes à fibra γ , enquanto que os aços FSS-A, FSS-B e FSS-C apresentaram além da fibra γ , componentes CH e fibra η . O recozimento em temperaturas elevadas promove o crescimento de grão e a conseqüente formação das componentes CH e fibra η .

Palavras-chave: Encruamento. Recristalização. Efeitos de orientação. Grãos grosseiros. Textura. PSN.

ABSTRACT

SIQUEIRA, R. P. **Orientation effects on recrystallization of coarse-grained Nb-bearing 430 ferritic stainless steels.** 2010. 168 p. Thesis (Doctoral of Science) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2010.

Work hardening and recrystallization behaviors of coarse-grained Nb-containing AISI 430 ferritic stainless steels were investigated. Ferritic stainless steels can be used in automotive industry in hot parts of the gas exhaust system. In this work, three different compositions were investigated varying niobium and interstitial contents (carbon and nitrogen). Aiming to obtain a useful coarse-grained microstructure for the study of orientation effects, hot-rolled samples were annealed at 1250°C for 2 h. After annealing, grain size was determined using a standard linear intercept method. Samples were cold rolled to reductions varying from 20% up to 80%. Samples after 80% cold rolling were annealed at temperatures ranging from 400°C up to 1000°C for 15 min to investigate their recrystallization behavior. Vickers microhardness testing was performed to follow hardening and softening behaviors in the samples. Microstructural characterization of the samples was performed using both light optical and scanning electron (SEM) microscopies in the backscattered electron mode (BSE). The macrotexture was determined by X-ray diffraction. Electron backscatter diffraction (EBSD) measurements were carried out in representative samples to determine microtexture. Precipitates in hot-rolled samples (FSS-B) were both electrolytically and chemically extracted. The crystallography of precipitates was determined by X-ray diffraction and their morphology was observed using SEM. The microstructures in hot-rolled condition consist of elongated recovered grains and dispersed Nb(C,N) particles. Texture is characterized by typical rolling components in the center layer, whereas shear components appear in the surface layers. After annealing, FSS-A and FSS-B steels displayed similar grain size, whereas FSS-C displayed a finer one. The results of macrotexture show CH in the center layer and both Goss and Brass components at the surface layer. The microstructure of samples cold rolled up to reductions below 50% do not display banding. Above 50% reduction, deformation heterogeneities (bands) appear in the microstructure. The banded regions and those around coarse particles tend to rotate in TD. Cold-rolling texture displays both α and γ fiber components. Recrystallization takes place in temperature between 650 and 850°C. Texture due to PSN mechanism was not observed. The FSS-C steel displayed only components belonging to γ fiber, whereas FSS-A, FSS-B e FSS-C steels displayed besides γ fiber, components CH and those belonging to η fiber. Grain-growth annealing at high temperature contributes to increase CH and η fiber components.

Keywords: Work hardening. Recrystallization. Orientation effects. Coarse Grain. Texture. PSN.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1.** Desenho esquemático mostrando a microestrutura do estado deformado após: a) pequenas ou médias deformações e b) altas deformações ($\epsilon > 1$). Adaptado de (HANSEN, 1990). 35
- Figura 2.** Desenho esquemático mostrando o espaço de Euler reduzido com as principais fibras e orientações presentes nos metais. Adaptado de (RAABE; LÜCKE, 1993). 37
- Figura 3.** Desenho esquemático do mecanismo de nucleação da recristalização: (a) células de discordâncias, (b) formação de um subgrão, (c) crescimento de um subgrão contendo um segmento de alto ângulo (N). Adaptado de (HUMPHREYS, 2004). 39
- Figura 4.** Gráficos mostrando: a) diferença de orientação entre a matriz e a zona de deformação ao redor de uma partícula grosseira presente numa liga de alumínio laminada a frio; b) relação entre deformação e tamanho de partícula para que ocorra PSN. Adaptado de (HUMPHREYS, 1977). 43
- Figura 5.** Desenho esquemático ilustrando a retirada das placas da chapa laminada a quente. As direções normal (DN), de laminação (DL) e transversal (DT) são indicadas. 52
- Figura 6.** Desenho esquemático ilustrando o arranjo experimental da célula eletrolítica. 57
- Figura 7.** Desenho esquemático ilustrando o arranjo experimental para a extração dos precipitados na rota química. 58
- Figura 8.** Micrografia do aço AISI 430 com adição de nióbio na condição inicial (plano longitudinal): a) FSS-A; b) FSS-B e c) FSS-C (MEV-BSE). A DL é indicada pela barra. 60
- Figura 9.** Difratoograma referente às partículas extraídas do aço FSS-B na condição inicial: a) extração utilizando a rota química (Berzelius); b) extração utilizando a rota eletrolítica. 62
- Figura 10.** Micrografia das partículas extraídas da amostra do aço FSS-B na condição inicial. Extração utilizando a rota química (MEV, SE). 63
- Figura 11.** Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-A na condição inicial mostrando a microtextura ao longo da espessura até o centro da amostra: a) OIM; b) ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2) da região próxima à superfície; c) ODFs ao longo da espessura; d) mapa de orientações. 65
- Figura 12.** Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-A na condição inicial mostrando as regiões indicadas na Figura 11: a) grãos recristalizados próximo à superfície; b) grãos alongados que sofreram recuperação dinâmica (ou recristalização) durante a laminação a quente; e c) mapas de orientações. 66
- Figura 13.** Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B na condição inicial mostrando a microtextura ao longo da espessura até o centro da amostra: a) OIM; b) ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2) da região próxima à superfície; c) ODFs ao longo da espessura; d) mapa de orientações. 67

Figura 14. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-C na condição inicial mostrando a microtextura ao longo da espessura até o centro da amostra: a) OIM; b) ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2 constante) da região próxima à superfície; c) ODFs ao longo da espessura; d) mapas de orientações.....	68
Figura 15. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-C na condição inicial mostrando as regiões indicadas na Figura 14: a) grãos recristalizados próximo à superfície; b) grãos alongados que sofreram recuperação dinâmica (ou recristalização) durante a laminação a quente; e c) mapa de orientações.	69
Figura 16. Macrotextura dos aços FSS-A, FSS-B e FSS-C na condição inicial representada na forma de ODFs utilizando as seções 0 e 45° de ϕ_2 constante: a-c) região próxima à superfície da placa; d-f) metade da espessura da placa (centro).....	72
Figura 17. Macrografias das amostras do aço FSS-A laminadas a quente e recozidas a 1250°C por 2 h (plano de laminação).	74
Figura 18. Macrografias das amostras do aço FSS-B laminadas a quente e recozidas a 1250°C por 2 h (plano de laminação).	74
Figura 19. Macrografias das amostras do aço FSS-C laminadas a quente e recozidas a 1250°C por 2 h (plano de laminação).	75
Figura 20. Mapeamentos de EBSD convencional na metade da espessura (centro) do aço FSS-B com grãos grosseiros mostrando em detalhe os grãos que cresceram anormalmente: a-c) OIM das diferentes regiões mapeadas e suas respectivas ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2 constante).	77
Figura 21. Mesotextura do centro da amostra do aço FSS-B com grãos grosseiros mostrando em detalhe a distribuição dos contornos nos mapas 1 e 2. Os contornos com diferença de orientação de até 20° são marcados com linha cinza fina, entre 20° e 45° com linha preta e com linha cinza grossa para valores acima de 45°.....	78
Figura 22. Figuras de pólo {011} dos grãos que cresceram anormalmente mostrados na Figura 21: a) orientação ideal; b) grãos selecionados a partir do mapa 1; c) grãos selecionados a partir do mapa 2.....	79
Figura 23. Gráfico mostrando a mesotextura no centro para dois mapeamentos do aço FSS-B.	80
Figura 24. Contornos CSL para os dois mapeamentos do aço FSS-B (centro).	80
Figura 25. Macrotextura dos aços FSS-A, FSS-B e FSS-C na condição com grãos grosseiros representada na forma de ODFs utilizando as seções 0° e 45° de ϕ_2 constante. As ODFs seguem a notação de Bunge para os ângulos de Euler; a-c) região próxima à superfície da placa; d-f) centro da placa.	82
Figura 26. Curvas de encruamento do aço AISI 430 com adição de nióbio após laminação a frio: a) FSS-A, b) FSS-B e c) FSS-C.	84

Figura 27. Exemplos de efeitos de orientação na condição laminado a frio (redução de 80%) em amostras do aço FSS-A (MEV-BSE). A DL é indicada pela barra.	86
Figura 28. Exemplos de efeitos de orientação na condição laminado a frio (redução de 80%) em amostras do aço FSS-B (MEV-BSE). A DL é indicada pela barra.	87
Figura 29. Exemplos de efeitos de orientação na condição laminado a frio (redução de 80%) em amostras do aço FSS-C: a) duas regiões fragmentadas de forma bastante distintas, b) ampliação da região bastante fragmentada do item (a) (MEV-BSE). A DL é indicada pela barra.	88
Figura 30. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com redução de 20% mostrando: a) OIM (mapa 1), as figuras de pólo {011} correspondente: b) ao grão 1, c) ao grão 2 e d) ao grão 3, respectivamente.	93
Figura 31. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com redução de 20% mostrando: a) OIM (mapa 2), b) perfil de desorientação ao longo do grão 1 e c) perfil de desorientação ao longo do grão 2.	94
Figura 32. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com redução com 40% de redução na espessura, mostrando: a) OIM (mapa 1), as figuras de pólo {011} correspondente: b) ao grão 1, c) ao grão 2 e d) perfil de desorientação ao longo do grão 1.	95
Figura 33. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com 40% de redução na espessura, mostrando: a) OIM (mapa 2), as figuras de pólo {011} correspondente: b) ao grão 1, c) ao grão 2 e d) ao grão 3, respectivamente.	96
Figura 34. Perfis de desorientação indicados no OIM da Figura 33: a) ao longo do grão 1, b) ao longo do grão 3 e c) ao longo do grão 4, respectivamente.	97
Figura 35. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com 50% de redução na espessura, mostrando: a) OIM (mapa 1), figuras de pólo {011} correspondente: b) ao grão 1, c) ao grão 2 e d) ao grão 3, respectivamente.	98
Figura 36. Perfis de desorientação dos grãos do mapa 1 indicados na Figura 35a: a) ao longo do grão 1, b) ao longo do grão 3 e c) ao longo do grão 4, respectivamente.	99
Figura 37. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com 50% de redução na espessura, mostrando: a) OIM (mapa 2), as figuras de pólo {011} correspondente: b) ao grão 1, c) ao grão 2, d) ao grão 3 e e) ao grão 4, respectivamente.	100
Figura 38. Perfis de desorientação ao longo da linha teste para os grãos do mapa 2 indicados na Figura 37a: a) grão 1, b) grão 2, c) grão 3 e d) grão 4, respectivamente.	101
Figura 39. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com redução de 60%, mostrando: a) OIM, as figuras de pólo {011} correspondente ao: b) grão 1, c) grão 2 e d) grão 3, respectivamente.	102
Figura 40. Perfis de desorientação ao longo da linha teste dos grãos com redução de 60% indicados na Figura 39a: a) grão 2 e b) grão 3, respectivamente.	103

- Figura 41.** Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% mostrando a zona de deformação ao redor de uma partícula de Nb(C,N) numa matriz deformada com orientação próxima à cubo girado. Todo o campo mapeado nesta figura encontra-se no interior de um único grão grosseiro. 105
- Figura 42.** Figuras de pólo {011} correspondentes às regiões indicadas na Figura 41: a) matriz deformada, b) região 1, c) região 2 e d) região 3, respectivamente. 105
- Figura 43.** Perfis de desorientação ao longo da linha teste das regiões indicadas na Figura 41: a) diagonal 1 – D1 e b) diagonal 2 – D2, respectivamente. 106
- Figura 44.** Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% mostrando a zona de deformação ao redor de uma partícula de Nb(C,N) e uma outra região bandeada na matriz deformada com orientação cubo girado. Todo o campo mapeado nesta figura encontra-se no interior de um único grão grosseiro. 107
- Figura 45.** Figuras de pólo {011} correspondentes às regiões indicadas na Figura 44: a) matriz deformada, b) região 1, c) região 2, d) região 3 e e) perfil de desorientação ao longo da linha teste vertical indicada na Figura 44. 107
- Figura 46.** Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% mostrando a zona de deformação ao redor de uma partícula esférica de Nb(C,N) na matriz deformada com orientação CH. Todo o campo mapeado nesta figura encontra-se no interior de um único grão grosseiro. 109
- Figura 47.** Figuras de pólo {011} correspondentes às regiões indicadas na Figura 46: a) matriz deformada, b) região 1, c) região 2, d) região 3 e e) região 4, respectivamente. 109
- Figura 48.** Perfis de desorientação ao longo da linha teste das regiões indicadas na Figura 46: a) diagonal 1 – D1 e b) diagonal 2 – D2, respectivamente. 110
- Figura 49.** Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% mostrando a zona de deformação ao redor de três partículas de Nb(C,N) numa matriz deformada com orientação (111)[123]. Todo o campo mapeado por EBSD e mostrado nesta figura encontra-se no interior de um único grão grosseiro. 111
- Figura 50.** Figuras de pólo {011} correspondentes às regiões indicadas na Figura 49: a) matriz deformada, b) região 3, c) região 2, d) região 1. 111
- Figura 51.** Perfis de desorientação ao longo da linha teste das regiões indicadas na Figura 49: a) linha horizontal b) diagonal 1 – D1 e c) diagonal 2 – D2, respectivamente. 112
- Figura 52.** Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% mostrando a zona de deformação ao redor de uma partícula facetada de Nb(C,N) numa matriz deformada com orientação próxima a (322)[011]. Todo o campo mostrado nesta figura encontra-se no interior de um único grão grosseiro. 113
- Figura 53.** Figuras de pólo {011} correspondentes às regiões indicadas na Figura 52: a) matriz deformada, b) região 1, c) região 2. 113

Figura 54. Perfis de desorientação ao longo da linha teste das regiões indicadas na Figura 52: a) diagonal 1 – D1 e b) diagonal 2 – D2, respectivamente.....	114
Figura 55. ODFs (seções 0° e 45° de φ_2 constante) das amostras com redução de 40%. As ODFs seguem a notação de Bunge para os ângulos de Euler: a-c) superfície, d-f) centro.....	118
Figura 56. ODFs (seções 0° e 45° de φ_2 constante) das amostras com redução de 60%. As ODFs seguem a notação de Bunge para os ângulos de Euler: a-c) superfície, d-f) centro.....	119
Figura 57. ODFs (seções 0° e 45° de φ_2 constante) das amostras com redução de 80%. As ODFs seguem a notação de Bunge para os ângulos de Euler: a-d) superfície, e-h) centro....	120
Figura 58. Curvas de amolecimento para as amostras dos aços AISI 430 com adição de nióbio (FSS-A, FSS-B e FSS-C), As linhas tracejadas indicam o intervalo no qual a recristalização ocorre para as três composições investigadas.	121
Figura 59. Micrografias do aço FSS-A com redução de 80% e recozimento isócrono por 15 min mostrando o início da recristalização. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é indicada pela barra.....	123
Figura 60. Micrografias do aço FSS-A com redução de 80% e recozimento isócrono por 15 min. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é indicada pela barra.	124
Figura 61. Micrografias do aço FSS-A com redução de 80% e recozimento isócrono por 15 min mostrando: a) em detalhe a nucleação nas regiões bandeadas, b) a variação no tamanho de grão. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é indicada pela barra.....	125
Figura 62. Mapeamento de EBSD da amostra recozida a 725°C por 15 min, mostrando: a) OIM, b) as ODFs da região 1 recristalizada, c) as ODFs da região 2 parcialmente recristalizada, d) as figuras de pólo da região 3, e) as figuras de pólo da região 4.	126
Figura 63. Mapeamento de EBSD da amostra recozida a 725°C por 15 min, mostrando: a) OIM, b) as figuras de pólo da região 1 somente recuperada, c) as figuras de pólo da região 2 parcialmente recristalizada.	127
Figura 64. Mapeamento de EBSD da amostra recozida a 800°C por 15 min, mostrando: a) OIM, b) as figuras de pólo da região 1, c) as ODFs da região 2 parcial recristalizada, d) as ODFs da região 3 recristalizada, e) as figuras de pólo da região 4.	128
Figura 65. Mapeamento de EBSD da amostra recozida a 850°C por 15 min, mostrando: a) OIM, b) as ODFs da região 1 recristalizada, c) as figuras de pólo da região 2, somente a região recuperada d) as figuras de pólo da região 2 completa.....	129
Figura 66. Micrografias do aço FSS-B com redução de 80% e recozimento isócrono em 700°C por 15 min mostrando o início da recristalização: a) visão geral mostrando poucos grãos recristalizados, b) detalhe da nucleação por PSN. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é indicada pela barra.....	131
Figura 67. Micrografia da amostra do aço FSS-B com redução de 80% e recozimento isócrono em 725°C por 15 min mostrando o avanço da recristalização: a) visão geral da	

microestrutura parcialmente recristalizada, b) detalhe de um grão predominantemente recuperado entre duas regiões recristalizadas. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é indicada pela barra. 132

Figura 68. Micrografia da amostra do aço FSS-B com redução de 80% e recozimento isócrono por 15 min mostrando os estágios finais de recristalização: a) microestrutura parcialmente recristalizada, b) maior detalhe da região parcialmente recristalizada, c) região totalmente recristalizada. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é indicada pela barra. 133

Figura 69. Mapeamento de EBSD da amostra recozida a 725°C por 15 min, mostrando: a) OIM, b) as ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2 constante) da região 1 recristalizada, c) as figuras de pólo da região 2, d) as figuras de pólo da região 3, e) as figuras de pólo da região 4. 134

Figura 70. Mapeamento de EBSD da amostra recozida a 800°C por 15 min, mostrando: a) OIM, b) as ODFs da região 1 recristalizada, c) as figuras de pólo da região 2 recuperada... 135

Figura 71. Mapeamento de EBSD convencional da amostra recozida a 850°C por 15 min totalmente recristalizada: a) OIM, b) as ODFs da região 1, c) as ODFs da região 2, d) as ODFs da região 3. 136

Figura 72. Micrografias do aço FSS-C com redução de 80% e recozimento isócrono em 725°C por 15 min mostrando o início da recristalização: a) visão geral mostrando o início da recristalização, b) detalhe da nucleação via PSN. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é indicada pela barra. 138

Figura 73. Micrografias do aço FSS-C com redução de 80% e recozimento isócrono a 800°C por 15 min mostrando o início da recristalização: a) microestrutura recristalizada com variação local do tamanho de grão, b) detalhe da região deformada indicada no item (a). A DL é indicada pela barra. 139

Figura 74. Micrografias do aço FSS-C com redução de 80% e recozimento isócrono por 15 min mostrando o início da recristalização nas temperaturas de: a) 800°C e b) 850°C. A DL é indicada pela barra. 140

Figura 75. Mapeamento de EBSD convencional da amostra recozida a 725°C por 15 min mostrando: a) OIM, b) as ODFs da região 1 recristalizada, c) as ODFs da região 2 recristalizada, d) as figuras de pólo da região 3 recuperada, e) as figuras de pólo da região 4 parcialmente recristalizada. 141

Figura 76. Mapeamento de EBSD convencional da amostra recozida a 800°C por 15 min mostrando: a) OIM, b) as ODFs da região 1 recristalizada, c) as ODFs da região 2 recristalizada, d) as ODFs da região 3 recristalizada. 142

Figura 77. Mapeamento de EBSD convencional da amostra recozida a 800°C por 15 min mostrando: a) OIM, b) as ODFs da região 1 recristalizada, c) as ODFs da região 2 recristalizada, d) as ODFs da região 3 parcialmente recristalizada. 143

- Figura 78.** Mapeamento de EBSD convencional da amostra recozida a 850°C por 15 min mostrando: a) OIM, b) as ODFs da região 1 recristalizada, c) as ODFs ao longo da espessura, d) as figuras de pólo da região 2 parcialmente recristalizada. 144
- Figura 79.** Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e recozido a 700°C por 15 min mostrando a nucleação via PSN em um grão grosseiro com orientação próxima à cubo girado. a) OIM, b) figura de pólo {011} da matriz recuperada, c) figura de pólo {011} do novo grão (região 1). 147
- Figura 80.** Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e posteriormente recozido a 700°C por 15 min mostrando a nucleação de vários grãos via PSN. 148
- Figura 81.** Figuras de pólo {011} e figuras de pólo inversas [001] correspondentes à OIM da Figura 4.63: a-c) orientação da matriz deformada, b-d) orientações da matriz deformada e dos novos grãos recristalizados via PSN. 148
- Figura 82.** Mapeamentos de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e posteriormente recozido a 700°C por 15 min mostrando duas regiões dentro do mesmo grão grosseiro com orientação (113)[110] na qual o processo de nucleação via PSN está apenas no início: a-b) OIMs, c-d) figura de pólo {011} e figura de pólo inversa [001] da matriz deformada, e) figuras de pólo inversa [001] do item (a), f) figuras de pólo inversa [001] do item (b). 149
- Figura 83.** Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e posteriormente recozido a 700°C por 15 min mostrando o início do processo de nucleação via PSN num grão recuperado com orientação (113)[110]. 150
- Figura 84.** a) Figura de pólo {011} e b) figura de pólo inversa [001] correspondente a OIM da Figura 83 mostrando as orientações da matriz deformada e dos núcleos de recristalização (PSN). 150
- Figura 85.** Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e posteriormente recozido a 715°C por 15 min num grão com orientação (112)[110] mostrando a nucleação de vários grãos via PSN: a) OIM, b) figura de pólo {011} da região 1, c) figura de pólo {011} da região 2, d) figura de pólo inversa [001] da região 2 e e) figura de pólo inversa [001] da região 2 juntamente com as orientações dos novos grãos nucleados via PSN. 151
- Figura 86.** Mapeamentos de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e posteriormente recozido a 715°C por 15 min num grão com orientação (112)[110] mostrando a nucleação de vários grãos via PSN: a) OIM e sua respectiva figura de pólo inversa [001] mostrando as orientações da matriz recuperada juntamente com as orientações dos novos grãos nucleados via PSN, b) idem ao item (a) para uma outra região amostrada. 152
- Figura 87.** Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e posteriormente recozido a 725°C por 15 min num grão com orientação cubo girado mostrando a nucleação de vários grãos via PSN em diferentes partículas de Nb(C,N): a) OIM, b) figura de pólo {011} mostrando as orientações da matriz recuperada e dos novos grãos recristalizados via PSN, c) figura de pólo inversa [001] da mesma região do item (b). 153

Figura 88. ODFs das amostras com redução de 80% e posteriormente recozidas a 750°C por 15 min. As ODFs seguem a notação de Bunge para os ângulos de Euler: a-c) região próximo à superfície da placa; d-f) centro da placa. 156

Figura 89. ODFs das amostras com redução de 80% e posteriormente recozidas a 800°C por 15 min. As ODFs seguem a notação de Bunge para os ângulos de Euler: a-d) região próximo à superfície da placa; e-h) centro da placa. 157

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Principais componentes de textura de deformação presentes nos metais ccc.	37
Tabela 2 - Principais fibras para os metais ccc.....	37
Tabela 3 - Composição química das amostras do aço AISI 430 com diferentes teores de nióbio e intersticiais (teores expressos em % em peso).....	51
Tabela 4 - Resultado das medidas de tamanho de grão (D) e seus respectivos desvios-padrão (σ) para as amostras recozidas a 1250°C por 2 h.	75
Tabela 5 - Principais componentes de textura para o aço inoxidável Fe-16%Cr e o alumínio após laminação em condições de deformação plana e em condições de cisalhamento.....	116

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	23
2 REVISÃO DA LITERATURA	24
2.1 HISTÓRICO DOS AÇOS INOXIDÁVEIS FERRÍTICOS	24
2.2 CLASSIFICAÇÃO DOS AÇOS INOXIDÁVEIS	25
2.3 OS AÇOS INOXIDÁVEIS FERRÍTICOS	27
2.4 O ESTADO DEFORMADO	29
2.4.1 ACOMODAÇÃO MACROSCÓPICA NA DEFORMAÇÃO	30
2.4.2 HETEROGENEIDADES DE DEFORMAÇÃO	31
2.4.2.1 BANDAS DE DEFORMAÇÃO E DE TRANSIÇÃO	32
2.4.2.2 BANDAS DE CISALHAMENTO	33
2.4.3 EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DURANTE A DEFORMAÇÃO	33
2.4.4 TEXTURA DE DEFORMAÇÃO EM METAIS CCC	35
2.5 RECRISTALIZAÇÃO	38
2.5.1 NUCLEAÇÃO DA RECRISTALIZAÇÃO	39
2.5.1.1 CONTORNOS DE GRÃO ORIGINAIS	40
2.5.1.2 HETEROGENEIDADES DE DEFORMAÇÃO	41
2.5.1.3 NUCLEAÇÃO ESTIMULADA POR PARTÍCULAS	42
2.5.1.4 NUCLEAÇÃO JUNTO AOS CONTORNOS LAMELARES	44
2.5.2 CRESCIMENTO DAS REGIÕES RECRISTALIZADAS	45
2.5.2.1 QUANTIDADE E MODO DE DEFORMAÇÃO	45
2.5.2.2 TAMANHO E ORIENTAÇÃO DO GRÃO ORIGINAL	45
2.5.2.3 SOLUTOS	46
2.5.2.4 PARTÍCULAS	46
2.5.3 TEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO EM METAIS CCC	47
2.6 CRESCIMENTO DE GRÃO	48
2.6.1 FATORES QUE PROMOVEM A RECRISTALIZAÇÃO SECUNDÁRIA	49
2.6.2 DESENVOLVIMENTO DA TEXTURA GOSS NOS AÇOS ELÉTRICOS	49
3 MATERIAIS E MÉTODOS	51
3.1 CONDIÇÃO INICIAL	51
3.2 RECOZIMENTO DAS PLACAS NA CONDIÇÃO INICIAL	52
3.3 MACROGRAFIAS	52
3.4 LAMINAÇÃO A FRIO	53
3.5 RECOZIMENTO ISÓCRONO	53
3.6 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA	53
3.7 MICROSCÓPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA	54
3.8 MEDIDAS DE MICROTEXTURA	55
3.9 MICRODUREZA VICKERS	55
3.10 MEDIDAS DE MACROTEXTURA	55
3.11 EXTRAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DOS PRECIPITADOS DO AÇO FSS-B	56
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	59
4.1 CONDIÇÃO INICIAL	59
4.1.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL VIA MEV	59
4.1.2 IDENTIFICAÇÃO DOS PRECIPITADOS	61
4.1.3 MICROTEXTURA	63
4.1.4 MACROTEXTURA	70
4.2 PLACAS RECOZIDAS A 1250°C POR 2 h	73
4.2.1 MACROGRAFIAS	73
4.2.2 MICROTEXTURA DAS PLACAS DO AÇO FSS-B	75

4.2.3 MACROTEXTURA	81
4.3 PLACAS LAMINADAS A FRIO	83
4.3.1 CURVAS DE ENCRUAMENTO	83
4.3.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL (REDUÇÃO DE 80%)	84
4.3.3 MICROTEXTURA DE DEFORMAÇÃO.....	88
4.3.3.1 REDUÇÕES ENTRE 20 E 60% (MEDIDAS DE EBSD CONVENCIONAL).....	89
4.3.3.2 REDUÇÃO DE 80% (MEDIDAS DE EBSD DE ALTA RESOLUÇÃO)	104
4.3.4 MACROTEXTURA DE DEFORMAÇÃO.....	116
4.4 PLACAS RECOZIDAS (RECRISTALIZAÇÃO PRIMÁRIA)	121
4.4.1 CURVAS DE AMOLECIMENTO ISÓCRONAS	121
4.4.2 CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA E MICROTEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO.....	122
4.4.2.1 AÇO FSS-A	122
4.4.2.2 AÇO FSS-B	130
4.4.2.3 AÇO FSS-C	137
4.4.3 NUCLEAÇÃO ESTIMULADA POR PARTÍCULAS (PSN).....	145
4.4.4 MACROTEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO	153
5 CONCLUSÕES	158
5.1 CONDIÇÃO INICIAL	158
5.2 PLACAS RECOZIDAS A 1250°C POR 2 h	159
5.3 PLACAS LAMINADAS A FRIO	159
5.4 PLACAS RECOZIDAS (RECRISTALIZAÇÃO PRIMÁRIA)	160
REFERÊNCIAS	162

1 INTRODUÇÃO

Os aços-carbono e os aços de baixa liga possuem, na maioria dos casos, boas propriedades mecânicas tais como elevada tenacidade à fratura e boa estampabilidade. No entanto, dependendo do ambiente no qual o material será exposto, não apenas excelentes propriedades mecânicas, mas alta resistência à corrosão e à oxidação são também exigidas. Nestes casos, utilizam-se os chamados aços inoxidáveis. Estes aços possuem alto teor de cromo em solução sólida (mínimo de 10,5% em peso), o que lhes confere alta resistência à corrosão e à oxidação em vários ambientes por meio da formação de um filme fino aderente e insolúvel de óxido de cromo na superfície do metal chamado camada ou filme passivo. Esta camada passiva reduz a taxa de corrosão do aço a níveis desprezíveis. Outros elementos, além do cromo, são frequentemente adicionados aos aços inoxidáveis com o propósito de modificar suas propriedades, permitindo que o aço seja utilizado em uma aplicação específica.

A produção mundial de aços inoxidáveis e resistentes ao calor vem aumentando significativamente nos últimos anos. Vários setores como o alimentício, mineração, automotivo e arquitetura estão cada vez mais utilizando aços inoxidáveis nas mais diversas aplicações. O interesse particular no consumo e no desenvolvimento dos aços inoxidáveis ferríticos atualmente está relacionado com o aumento do preço do níquel no mercado mundial. Como a maioria dos aços inoxidáveis ferríticos não contém níquel na composição, eles possuem preços mais competitivos quando comparados aos aços inoxidáveis austeníticos. Portanto, os aços inoxidáveis ferríticos surgem como uma alternativa economicamente viável aos austeníticos em muitas aplicações, reduzindo consideravelmente o custo do produto final.

O objetivo do presente trabalho é investigar o comportamento do aço inoxidável ferrítico AISI 430 com adição de nióbio e estrutura grosseira de grãos frente ao processamento termomecânico e posterior recozimento, em particular os efeitos de orientação no encruamento e na recristalização. Nesta investigação é possível acompanhar ambos os comportamentos – a subdivisão de cada grão grosseiro durante a etapa de processamento termomecânico e a recristalização ou a recuperação destes grãos após o recozimento, para as diferentes composições químicas (diferentes teores de nióbio, carbono e nitrogênio).

Do ponto de vista tecnológico, o entendimento dos fenômenos que ocorrem durante o processamento termomecânico e o posterior recozimento deste aço com esta microestrutura de partida é bastante pertinente, uma vez que as propriedades do aço estão diretamente ligadas à microestrutura, em particular o tamanho de grão e a textura cristalográfica.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 HISTÓRICO DOS AÇOS INOXIDÁVEIS FERRÍTICOS

Com a descoberta do cromo, principal elemento de liga dos aços inoxidáveis, em 1797 na França pelo químico francês Prof. Louis-Nicolas Vauquelin, as primeiras investigações do sistema ferro-cromo (Fe-Cr) foram viabilizadas, o que mais tarde levaria a descoberta dos aços inoxidáveis. Os primeiros estudos reportados na literatura foram feitos pelo francês P. Berthier já no início do século XIX. Os resultados de Berthier mostravam que a adição de cromo aos aços da época, ainda com altos teores de carbono, aumentava a resistência ao ataque ácido. O primeiro estudo científico envolvendo a constituição e as propriedades do sistema ferro-cromo-níquel (Fe-Cr-Ni) foi publicado em 1906 por L. B. Guillet na França. Em 1911, P. Monnartz publicou uma das mais importantes contribuições para a descoberta dos aços inoxidáveis, o artigo intitulado “*A study on iron-chromium alloys with emphasis on its chemical resistance to acids*”. Esta publicação esclareceu o efeito do cromo nos aços inoxidáveis, mostrando claramente que a partir de aproximadamente 12% em peso de cromo, o aço tornava-se resistente ao ataque químico do ácido nítrico e de outros meios corrosivos. Estes resultados foram explicados com base na teoria da apassivação, na qual uma fina e contínua camada aderente de óxido de cromo se forma sobre a superfície do metal. Portanto, no início do século XX foram publicados os primeiros artigos que estabeleceram os conceitos científicos fundamentais para a descoberta e utilização dos aços inoxidáveis. Estes artigos fundamentais para o desenvolvimento dos aços inoxidáveis foram discutidos recentemente (BEDDOES; PARR, 1999; PADILHA; PLAUT; RIOS, 2007).

No início do século XX, junto aos primeiros estudos científicos, alguns metalurgistas que trabalhavam independentemente na Inglaterra e Alemanha buscavam obter um aço capaz de resistir aos ataques químicos dos ácidos. Em Sheffield na Inglaterra, H. Brearley produziu o primeiro aço inoxidável da classe dos martensíticos contendo cerca de 13% de cromo e 0,24% de carbono (% em peso). Dentro de um ano da descoberta de Brearley, Dr. E. Maurer e o Dr. B. Strauss (F. Krupp inc.) durante experimentos com adição de níquel desenvolveram na Alemanha o primeiro aço inoxidável da classe dos austeníticos contendo cerca de 35% de níquel e 14% de cromo (% em peso). Nesta mesma época, C. Dansitzen e F. Becket nos EUA estudavam ligas similares àquelas que Brearley estava investigando, mas com baixo teor de carbono, portanto o aço inoxidável ferrítico foi descoberto. A partir dessas invenções, logo

antes da primeira guerra mundial, as principais classes de aços inoxidáveis já haviam sido desenvolvidas, patenteadas e comercializadas (BEDDOES; PARR, 1999).

O desenvolvimento do aço inoxidável trouxe uma nova classe de material para as indústrias química e de materiais para alta temperatura. A produção mundial de aços inoxidáveis aumentou consideravelmente no início da década de 1950 mostrando como este material causou impacto na indústria da época. Devido aos processos metalúrgicos ineficientes de redução de intersticiais (carbono e nitrogênio), a primeira geração de aços inoxidáveis ferríticos possuía alto teor de intersticiais e cromo. Os aços AISI 430 e AISI 446 (sigla do inglês, *American Iron and Steel Institute* – AISI) são os principais representantes desta geração. O desenvolvimento tecnológico de processos de produção como o lingotamento contínuo – LC nas décadas seguintes foi decisivo para a consolidação da produção mundial. Os teores de intersticiais foram reduzidos na segunda geração, além disso, elementos de liga tais como nióbio e titânio foram adicionados com o propósito de se obter uma microestrutura totalmente ferrítica. O AISI 409 é o típico representante desta geração, possuindo um teor de cromo de cerca de 11% em peso. Na década de 1970, o desenvolvimento dos processos metalúrgicos de redução de intersticiais como o *Argon-Oxygen Decarburization* – AOD possibilitou a produção dos aços da terceira geração com maior qualidade e teores de carbono e nitrogênio ainda mais baixos, cerca de 0,02% em peso. Estes aços eram estabilizados ao nióbio ou ao titânio e freqüentemente possuíam adição de molibdênio, o que aumentava sua resistência à corrosão. O AISI 444 é um típico exemplo desta geração. Na busca pelo desenvolvimento de novos aços inoxidáveis ferríticos, a adição ainda maior de cromo e molibdênio foi feita, o que possibilitou a adição de níquel ao aço e a estrutura permaneceu predominantemente ferrítica. Desta forma, a tenacidade à fratura e a resistência à corrosão foram bastante melhoradas. Estes aços são comumente chamados de superferríticos e são bastante estudados atualmente (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2007).

2.2 CLASSIFICAÇÃO DOS AÇOS INOXIDÁVEIS

Os aços inoxidáveis desempenham papel fundamental em vários setores industriais, obviamente, cada aplicação necessita de um conjunto de propriedades específicas. Desta forma, os aços inoxidáveis são normalmente classificados por alguns autores em cinco classes de acordo principalmente com a sua condição metalúrgica (TRUMAN, 2005; COBB, 1999).

- I. Austeníticos – O teor de carbono é mantido em níveis baixos, geralmente abaixo de 0,08%. O cromo é o principal elemento de liga com teor variando entre 16 e 28% e o

níquel é o segundo principal elemento com teor variando entre 3,5 e 22% (% em peso). Nesta classe de aço, a microestrutura austenítica é mantida durante o resfriamento a partir de temperaturas elevadas. Estes aços são não-magnéticos e não endurecem por tratamento térmico, possuem excelente resistência à corrosão, ductilidade e propriedades mecânicas adequadas, como por exemplo, para o processo de estampagem profunda.

II. Ferríticos – Nesta classe de aço, assim como nos austeníticos, o teor de carbono também é mantido em níveis baixos (no máximo 0,2%). O teor de cromo varia normalmente entre 10,5 e 30% (% em peso). Os aços inoxidáveis ferríticos são magnéticos e não endurecem por tratamento térmico. A resistência à corrosão aumenta com o aumento progressivo do teor de cromo, especialmente, em meios contendo íons cloreto. A adição de elementos de liga tais como molibdênio, nióbio e titânio melhoram a resistência à corrosão nas regiões de solda e a resistência à fluência.

III. Martensíticos – Estes aços possuem alto teor de carbono, variando de 0,08 a 1,2%, já o teor de cromo pode variar de 11,5 a 18% (% em peso). São aços tratados na condição austenítica para formar martensita. Outros elementos freqüentemente adicionados nestes aços são o níquel e o molibdênio. Estes elementos são adicionados para aumentar a resistência à corrosão e a tenacidade à fratura. Vale ressaltar que estas propriedades são ainda menores que as encontradas nos aços ferríticos e austeníticos, porém esta classe de aço é adequada para aplicações que demandam alta resistência mecânica e dureza em ambientes não muito agressivos. Estes aços são magnéticos e podem ser endurecidos por tratamento térmico.

IV. Duplex – Os teores de cromo e níquel variam de 18 a 29% e de 3 a 8%, respectivamente. Os aços inoxidáveis duplex possuem baixo teor de carbono com valores entre 0,01 e 0,08%. Estes aços são geralmente trabalhados a frio e posteriormente tratados termicamente. A microestrutura duplex é alcançada com um correto balanço entre os elementos estabilizadores da fase alfa – α (molibdênio, titânio, nióbio e silício) e os elementos estabilizadores da fase gama – γ (níquel, manganês, carbono e nitrogênio). Outros aços desta classe que possuem alto teor de carbono, com valores entre 0,3 e 0,5% são usados na condição bruta de fusão e também após um recozimento de solubilização (% em peso). Estes aços possuem partes iguais de austenita e ferrita. A resistência mecânica e a ductilidade são superiores às encontradas nos aços ferríticos e austeníticos. Possuem também excelente resistência à corrosão intergranular e à corrosão sob tensão quando comparados aos aços austeníticos. Esta combinação apropriada de propriedades leva esta classe de aço a uma grande variedade de aplicações na indústria (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006).

V. Endurecíveis por precipitação (PH) – Os aços que endurecem por precipitação são desenvolvidos com o objetivo de oferecer superior resistência mecânica, tenacidade à fratura e resistência à corrosão quando comparado com os aços inoxidáveis martensíticos. O teor de carbono é mantido baixo, cerca de 0,1%. Os teores de cromo e níquel variam de 11 a 18% e de 4 e 27%, respectivamente. O molibdênio é adicionado com o objetivo de aumentar a resistência mecânica e à corrosão, com teor variando entre 0,5 e 3,25% (% em peso). Os aços PH possuem uma microestrutura inicial austenítica ou martensítica. Os aços que possuem uma microestrutura inicialmente austenítica são transformados em martensíticos por meio de um tratamento térmico de solubilização por volta de 1000°C. Em seguida, estes aços sofrem um tratamento térmico de envelhecimento em temperaturas entre 480 e 620°C com a formação de fases intermetálicas responsáveis pelo aumento da resistência mecânica. As principais fases intermetálicas formadas são, por exemplo, γ' – $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$, β – NiAl , Laves – $\text{Fe}_2(\text{Mo}, \text{Nb})$, dentre outras. Vale ressaltar que a presença ou não dos intermetálicos citados depende da composição química do aço. Esta classe de aço é comumente usada na indústria de alta tecnologia como, por exemplo, o aeroespacial (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2007).

2.3 OS AÇOS INOXIDÁVEIS FERRÍTICOS

Os aços inoxidáveis ferríticos possuem estrutura cúbica de corpo centrado (ccc) e são basicamente ligas do sistema Fe-Cr, com teor mínimo de 10,5% em peso de cromo. A adição de outros elementos de liga ao sistema Fe-Cr pode modificar a microestrutura e consequentemente gerar distintas propriedades. Elementos muitas vezes indesejáveis como o fósforo e o enxofre podem estar presentes em pequenas quantidades como resultado do processo de produção ou a partir de impurezas presentes na matéria-prima.

As ligas do sistema Fe-Cr com mais de 13,4% em peso de cromo possuem estrutura ferrítica – Fe- α em todas as temperaturas. No entanto, a adição de elementos de ligas pode aumentar o campo de estabilidade da fase austenítica (Fe- γ) que possui estrutura cristalina cúbica de face centrada (cfc). Elementos como carbono, nitrogênio, níquel, cobalto, manganês e cobre, por exemplo, aumentam a estabilidade da fase Fe- γ em temperaturas mais baixas que aquelas previstas no diagrama de equilíbrio de fases do sistema Fe-Cr. Por outro lado, a adição apropriada de elementos de liga tais como nióbio, titânio, vanádio, molibdênio, tungstênio, alumínio e o silício tendem a suprimir a fase Fe- γ até que a microestrutura seja totalmente Fe- α em todas as temperaturas (TRUMAN, 2005).

Para os aços inoxidáveis ferríticos baseados no sistema ferro-cromo-carbono (Fe-Cr-C), o resfriamento rápido leva a formação de uma estrutura martensítica além da fase Fe- α . Tratamentos térmicos por tempos longos destes aços em alta temperatura levam a decomposição da martensita em Fe- α mais carboneto do tipo (Cr,Fe)₂₃C₆ (BHADESHIA; HONEYCOMBE, 2006). A precipitação destes carbonetos pode levar à diminuição do teor do cromo nas regiões próximas dos contornos de grão favorecendo a corrosão intergranular (sensitização). Elementos como o nióbio e o titânio são adicionados com o propósito de estabilizar esta classe de aço além de garantir que a microestrutura seja totalmente Fe- α . A estabilização consiste na formação de carbonetos ou carbonitretos de nióbio ou titânio, evitando assim a formação de carbonetos de cromo que empobrece, em especial, a região de contorno de grão.

A adição de altos teores de elementos de liga pode causar a diminuição da ductilidade e da resistência à corrosão do aço inoxidável ferrítico quando este é submetido a determinados tratamentos térmicos devido a precipitação de fases indesejáveis. Por exemplo, aços inoxidáveis ferríticos com cerca de 18% em peso de cromo são susceptíveis a fragilização quando expostos a temperatura entre 300°C e 500°C devido à precipitação da fase *alpha prime* (α'). Os aços inoxidáveis ferríticos chamados superferríticos possuem altos teores de cromo e molibdenio. Estes aços são susceptíveis à precipitação das fases sigma – σ e chi – χ quando submetidos a tratamentos térmicos em altas temperaturas (acima de 550°C) (PADILHA; PLAUT; RIOS, 2007).

Os aços inoxidáveis ferríticos são amplamente utilizados em diversos setores industriais. O aumento progressivo do teor de cromo e a adição de elementos de liga tornam-no mais resistente à corrosão e com melhores propriedades mecânicas. A organização de pesquisa denominada *International Stainless Steel Forum* – ISSF sugere a classificação dos aços inoxidáveis ferríticos em cinco grupos de acordo com a adição de cromo e outros elementos de liga (COBB, 1999; BAUCCIO, 2007):

- I. O grupo 1 compreende os aços com baixo teor de elemento de liga, com o cromo variando entre 10 e 14% em peso. Estes aços possuem custo relativamente baixo e são utilizados em aplicações que demanda pouca resistência à corrosão. O aço AISI 409, por exemplo, foi originalmente desenvolvido para ser utilizado na parte mais externa do sistema de exaustão dos automóveis (silenciador). Este grupo representa cerca de 30% da produção dos aços inoxidáveis ferríticos.

- II. O grupo 2 é formado por aços com teor de cromo entre 14 e 18% em peso. Este grupo é o mais amplamente utilizado entre os aços inoxidáveis ferríticos, representando cerca de 48% da produção mundial. Devido ao elevado teor de cromo, os aços deste grupo possuem resistência à corrosão comparada com o AISI 304 da classe dos austeníticos. O principal representante desta classe é o AISI 430, bastante utilizados em eletrodomésticos, utensílios para cozinha, tanques de armazenamento de combustíveis entre outras aplicações.
- III. O grupo 3 é formado também por aços com teor entre 14 e 18% em peso de cromo, mas estes aços possuem adições de elementos estabilizadores como nióbio e titânio. Comparado ao grupo 2, este grupo possui aços de melhor soldabilidade e formabilidade. Este grupo representa cerca de 13% da produção dos aços inoxidáveis ferríticos. Sendo muito utilizados nas indústrias do açúcar e álcool e em usinas de energia como tubos trocadores de calor, peças soldadas e também nas partes mais internas e quentes do sistema de exaustão automotivo (coletor). O aço AISI 430 com adição de nióbio utilizado nesta Tese de Doutorado pertence a esta classe de aço.
- IV. O grupo 4 é formado por aços com cerca de 18% em peso de cromo, estabilizados ao nióbio ou titânio e com adição de molibdênio acima de 0,5% em peso. A adição de molibdênio aumenta ainda mais a resistência à corrosão. O aço AISI 444 é um típico representante deste grupo, possuindo excelente resistência à corrosão sob tensão. Este grupo representa cerca de 7% da produção mundial dos aços inoxidáveis ferríticos. As principais aplicações incluem tubos em refinarias de petróleo, tanques de água quente, tanques de fermentação, equipamentos para caldeiras entre outras aplicações.
- V. O grupo 5 é formado pelos aços inoxidáveis superferríticos. Estes aços possuem alto teor de elementos de liga, entre 18 e 30% de cromo e 4% de molibdênio, além de cerca de 2% níquel (% em peso). Possuem resistência à corrosão equivalente ou até superior ao AISI 316. A produção deste aço é limitada devido ao alto custo, representando apenas 2% da produção mundial dos aços inoxidáveis ferríticos. As principais aplicações que justificam o uso deste tipo de aço são em ambientes marinhos e outros ambientes muito corrosivos.

2.4 O ESTADO DEFORMADO

O conhecimento do estado deformado é fundamental para o entendimento dos mecanismos e fenômenos que ocorrem durante o recozimento (recuperação e recristalização)

dos metais e suas ligas, das propriedades mecânicas e da textura de deformação e recristalização após o recozimento. Uma parte significativa da energia utilizada para deformar o material é perdida na forma de calor. Apenas uma parte pequena (entre 2 a 8%) da energia é armazenada no metal principalmente na forma de discordâncias, as quais fornecem o potencial necessário para a recuperação e recristalização (PADILHA; SICILIANO JR., 2005).

A deformação plástica de um agregado policristalino envolve a acomodação e o rearranjo dos defeitos cristalinos introduzidos (discordâncias e lacunas). A deformação plástica pode ser analisada tanto na escala macroscópica como na microscópica. Os modelos macroscópicos tentam explicar a deformação contínua dos grãos, levando em consideração as restrições impostas pelos grãos vizinhos e o número de sistemas de deslizamento independentes necessários para a compatibilidade da deformação. Do ponto de vista microscópico, a subdivisão do grão continua com a formação de subestruturas de discordâncias para acomodar a diferença de orientação crescente entre as regiões deformadas (SANDIM, 2003). Vários fatores podem influenciar a microestrutura do estado deformado num policristal: estrutura cristalina, modo e taxa de deformação, temperatura, deformação verdadeira, composição química e a energia de defeito de empilhamento – EDE. A distribuição e a quantidade de discordâncias presentes no estado deformado são bastante dependentes da sua mobilidade, que é proporcional ao valor da EDE. Portanto, a EDE desempenha papel fundamental tanto na recuperação como na recristalização do metal deformado (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

2.4.1 ACOMODAÇÃO MACROSCÓPICA NA DEFORMAÇÃO

O primeiro modelo para explicar macroscopicamente a acomodação da deformação num metal policristalino foi proposto por Sachs em 1928. O modelo sugeria que cada grão no policristal se deformava como um monocristal, ignorando as restrições impostas pelos grãos vizinhos. No entanto, este comportamento levaria à desagregação na região dos contornos de grão, de tal modo que a deformação contínua não seria mantida. Este equívoco foi corrigido pelo modelo proposto por Taylor em 1938, o qual sugeria que todos os grãos no policristal se deformavam homogeneamente, mediante a ativação simultânea de pelo menos cinco sistemas de deslizamentos independentes. Este modelo explicava bem a acomodação da deformação em metais com grãos finos e equiaxiais, mas falhava ao tentar explicar a deformação para os grãos com morfologia não equiaxial tais como os encontrados em materiais com grãos grosseiros (bicristais, tricristais ou oligocristais). Nesta situação, uma modificação ao modelo

de Taylor denominado *Relaxed Constraints Model* – RC Model foi proposta por Kocks e Canova na década de 1980. Neste modelo levou-se em consideração que nas regiões próximas aos contornos de grão era possível que um número maior de sistemas de deslizamentos fosse ativado para acomodar a deformação, enquanto que mais próximo ao centro do grão um número menor já fosse suficiente. Portanto, a continuidade da deformação poderia ser mantida com um número menor do que cinco sistemas de deslizamento (HANSEN, 1985).

A literatura reporta que os metais com microestrutura formada por grãos grosseiros deformam-se plasticamente de forma heterogênea dentro do mesmo grão. Desta forma, diferentes sistemas de deslizamento podem ser ativados em distintas regiões do grão. Portanto, para que a compatibilidade da deformação seja mantida num policristal formado por grãos grosseiros é necessário que ocorram significativas rotações naqueles grãos com orientações menos favoráveis ao carregamento (instáveis) (FLECK et al., 1994). Do ponto de vista macroscópico, os grãos grosseiros podem se fragmentar em diferentes orientações, dando origem às heterogeneidades de deformação tais como as bandas de transição, de deformação e de cisalhamento (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; McQUEEN; SPIGARELLI, 2007).

2.4.2 HETEROGENEIDADES DE DEFORMAÇÃO

As principais heterogeneidades de deformação presentes nos metais ccc e de alta EDE são as bandas de transição, deformação e cisalhamento. As heterogeneidades de deformação ocorrem prontamente em metais que possuem microestrutura formada por poucos grãos. Isto se deve ao fato que os grãos grosseiros tendem a se subdividir em escala macroscópica durante a deformação gerando regiões com distintas orientações cristalográficas. Por outro lado, a formação de heterogeneidades de deformação em metais com grãos finos é menos freqüente (LEE; SMALLMAN; DUGGAN, 1993).

As heterogeneidades de deformação apresentam grande quantidade de defeitos cristalinos e, em geral, subdividem regiões dentro de um mesmo cristal com grandes diferenças de orientação, desempenhando papel fundamental na formação da textura de deformação e na recristalização como locais preferenciais para a nucleação da recristalização. Do ponto de vista tecnológico, o conhecimento destes fenômenos relacionados à deformação plástica é bastante importante (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; SANDIM, 2003).

2.4.2.1 BANDAS DE DEFORMAÇÃO E DE TRANSIÇÃO

As bandas de deformação são regiões vizinhas do mesmo grão que sofreram rotações distintas devido à ativação de mais de um conjunto de sistemas de deslizamento em diferentes regiões do grão. Existem dois mecanismos que explicam a formação das bandas de deformação. O primeiro mecanismo leva em consideração que a deformação imposta pode ser acomodada por mais de um conjunto de sistemas de deslizamento dentro do grão, o que leva a rotações em diferentes direções. No segundo mecanismo, diferentes regiões do mesmo grão experimentam diferentes deformações, desde que a energia necessária para formar a banda de deformação seja menor do que a necessária para a ocorrência de deformação homogênea. Com a rotação dos grãos, interfaces entre as bandas de deformação são criadas. Estas regiões de fronteira são delimitadas por contornos bidimensionais formados por células de discordâncias bastante estreitas e alongadas conhecidas como bandas de transição. Estas bandas têm o propósito de acomodar gradualmente a diferença de orientação entre as bandas de deformação (KUHLMANN-WILSDORF, 1999; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; LEE; DUGGAN, 1993).

A literatura reporta a ocorrência de bandas de deformação em vários metais e ligas metálicas de importância tecnológica, tais como: ligas de alumínio, cobre, nióbio e aços inoxidáveis ferríticos (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Tsuji e colaboradores identificaram alguns tipos de bandas de deformação em um aço inoxidável ferrítico com cerca de 19% em peso de cromo laminado a frio. Observou-se a formação de bandas de deformação alongadas em grãos com orientação (001)[100] – cubo. Com o recozimento, estes grãos prontamente recrystalizaram. Para os grãos com a orientação (001)[110] – cubo girado não foi observada a presença de bandas na subestrutura, o que indica uma deformação mais homogênea nestes grãos. Os grãos com orientações entre cubo e cubo girado, por exemplo, a orientação (001)[510], apresentaram finas bandas de deformação próximas ao contorno de grão e a ausência de bandeamento no centro (TSUJI; TSUZAKI; MAKI, 1992, 1993, 1994). Estes resultados permitem concluir que a ocorrência, a morfologia e a distribuição das bandas dependem da orientação original do grão (efeitos de orientação). Sandim e colaboradores também observaram comportamento distinto entre os grãos grosseiros presentes num bicristal de nióbio laminado a frio até 50% de redução. Observou-se a formação de diferentes bandas de deformação em cada grão. Enquanto que num grão as bandas formadas apresentavam grandes desorientações – ψ com a matriz deformada ($\psi > 15^\circ$), o outro grão que compõe o

bicristal apresentou apenas bandas com significativa fração de contornos de baixo ângulo (SANDIM et al., 2003).

A ocorrência das bandas de deformação depende fortemente do tamanho de grão inicial. Humphreys e colaboradores reportam que as bandas de deformação não ocorrem em alumínio com tamanho de grão menor que 20 μm . O modelo proposto por Lee e colaboradores prevê que o número de bandas de deformação em cada grão deve ser proporcional à raiz quadrada do tamanho de grão inicial (LEE; SMALLMAN; DUGGAN, 1993; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

2.4.2.2 BANDAS DE CISALHAMENTO

As bandas de cisalhamento são regiões na microestrutura que sofreram intensa atividade de deslizamento localizado durante a deformação plástica. Este bandeamento origina-se de uma instabilidade plástica que ocorre de forma independente da estrutura cristalina e orientação cristalográfica dos grãos. Nos metais laminados a frio, as bandas de cisalhamento estão dispostas à cerca de 35° com a direção de laminação – DL e não se limitam a apenas um determinado grão, podendo atravessar vários grãos consecutivos (HARREN; DÈVE; ASARO, 1988). Este bandeamento ocorre mais favoravelmente em metais com grãos grosseiros altamente deformados. A presença das bandas de cisalhamento na microestrutura deformada é influenciada por átomos de soluto, como por exemplo, a adição de manganês ao cobre e a adição de magnésio ao alumínio. A literatura reporta a presença de bandas de cisalhamento em ligas de alumínio e cobre laminadas a frio com redução de cerca de 90%. A literatura reporta ainda que as bandas de cisalhamento ocorrem em metais ccc como ferro puro laminado a frio com 85% de redução e para os aços baixo carbono (HUH; RAABE; ENGLER, 1995; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JR., 2005).

2.4.3 EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DURANTE A DEFORMAÇÃO

Do ponto de vista microscópico, a acomodação da deformação continua com a fragmentação mesmo dentro de pequenos volumes do grão. Para metais com baixo valor de EDE, as discordâncias que são geradas com a deformação distribuem-se de forma bastante homogênea na microestrutura. Por exemplo, o aço inoxidável austenítico tal como Fe-21%Cr-7%Ni-2,2Mo (% em peso) possui valor de EDE baixo, cerca de 10 mJ.m^{-2} . Isto implica em

menor mobilidade das discordâncias e conseqüentemente maior taxa de encruamento (CAMPOS; MORÉ; PADILHA, 1999). Para valores médios ou altos de EDE, as discordâncias que são geradas com a deformação se aniquilam parcialmente formando uma configuração de menor energia conhecida como célula de discordância. As células de discordâncias em alumínio diminuem de tamanho com o aumento da deformação para valores de deformação verdadeira – ϵ próximos a 0,5. Com o aumento da deformação, o tamanho das células de discordâncias tende a se manter constante (estado estacionário). A diferença de orientação entre as células de discordâncias é bastante pequena, cerca de 1° (HANSEN, 1990). Os aços inoxidáveis ferríticos estudados nesta Tese de Doutorado possuem estrutura ccc e os valores esperados de EDE para metais com esta estrutura cristalina são bastante elevados. A título de exemplificação, o valor estimado da EDE do Fe- α é cerca de 320 mJ.m^{-2} (CAMPOS; MORÉ; PADILHA, 1999). Portanto, a formação de células de discordâncias durante o processo de deformação plástica é bastante plausível.

Para pequenas ou médias deformações ($\epsilon < 1$), conjuntos de células de discordâncias conhecidos como blocos de células de discordâncias, são divididos por densas paredes de discordâncias (DDW) ou microbandas, como mostra a Figura 1a (DOHERTY et al., 1997). Recentemente, Hurley e Humphreys adotaram para deformações intermediárias uma nova terminologia de subdivisão dos grãos na qual os blocos de células de discordâncias são divididos por bandas de cisalhamento bastante finas conhecidas como – *microshear bands*, com espessura de 1 ou 2 μm (HURLEY; HUMPHREYS, 2003). O aumento na quantidade de deformação tende a aumentar a diferença de orientação entre os blocos de células de discordâncias.

Para altas deformações ($\epsilon > 1$), os grãos mudam de formato tornando-se mais alongados na direção de deformação (Figura 1b). A quantidade de área dos contornos por unidade de volume é consideravelmente aumentada. As densas paredes de discordâncias e as microbandas são substituídas por contornos de alto ângulo ($\psi > 15^\circ$) chamados de contornos lamelares. Portanto, a microestrutura deformada é formada por grãos alongados na direção de deformação separados por contornos lamelares com caráter de alto ângulo. O aumento da deformação torna os contornos lamelares cada vez menos espaçados e as heterogeneidades de deformação não são mais facilmente identificadas (HUGHES; HANSEN 1997).

Figura 1. Desenho esquemático mostrando a microestrutura do estado deformado após: a) pequenas ou médias deformações e b) altas deformações ($\epsilon > 1$). Adaptado de (HANSEN, 1990).

2.4.4 TEXTURA DE DEFORMAÇÃO EM METAIS CCC

Durante a deformação plástica de policristais, os grãos deformam-se de maneira homogênea por deslizamento de planos quando possuem orientação favorável ao carregamento (orientação estável). No entanto, o reticulado cristalino pode sofrer sucessivas rotações quando os grãos possuem certas orientações menos favoráveis ao carregamento (orientações instáveis). Este processo de rotação dos grãos leva à formação da textura de deformação que é influenciada por fatores como a orientação inicial dos grãos, a temperatura de deformação e a mudança de forma imposta durante a deformação. A textura em metais ccc laminados a frio pode ser adequadamente representada pela textura de chapa. Nesta configuração, a textura é representada por índices de Miller com o plano (hkl) paralelo ao plano da superfície da chapa laminada e a direção $[uvw]$ paralela à direção de laminação (RANDLE; ENGLER, 2000; GOTTSTEIN, 2004). As principais componentes de textura presentes nos aços ferríticos são apresentadas na Tabela 1.

A textura de laminação dos principais metais ccc (ferro, nióbio, tântalo e molibdênio) e dos principais aços ferríticos (baixo carbono, inoxidáveis e os elétricos) apresenta bastante similaridade. As principais componentes de textura de laminação dos metais ccc pertencem às fibras α e γ que são comumente representadas no espaço de Euler utilizando a seção 45° de ϕ_2 constante da função distribuição de orientação (*Orientation Distribution Function* – *ODF*). As componentes de textura pertencentes à fibra α possuem $\langle 110 \rangle$ paralelo á DL, com as orientações variando entre $(001)[0\bar{1}1]$ e $(111)[0\bar{1}1]$. As componentes de textura pertencentes à fibra γ possuem $\{111\}$ paralelos ao plano de laminação – PL, com as orientações variando de $(111)[0\bar{1}1]$ até $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ (HÖLSCHER; RAABE, LÜCKE, 1991). As principais fibras

presentes nos metais são mostradas na Figura 2. Na Tabela 2, as componentes de textura importantes presentes nestas fibras são mostradas.

Entre os aços ferríticos citados, existem algumas diferenças importantes entre as componentes de textura de laminação. Para os aços baixo carbono com redução de até 75%, ocorre um fortalecimento uniforme das componentes da fibra α e da componente $\{111\}\langle 112\rangle$ da fibra γ . Para maiores reduções, ocorre um fortalecimento preferencial da componente $\{111\}\langle 110\rangle$ (SCHLIPPENBACH; EMREN; LÜCKE, 1986; HUH et al., 2005). Os aços baixo carbono apresentam uma textura de laminação bastante fraca próxima à superfície devido às componentes de cisalhamento envolvidas no processo de laminação.

Com relação aos aços elétricos (Fe-3%Si), observam-se principalmente as componentes da fibra γ de forma bastante intensa. A componente $\{111\}\langle 112\rangle$ é a mais intensa, a componente $\{001\}\langle 110\rangle$ aparece de forma menos intensa e a componente $\{011\}\langle 100\rangle$ aparece fraca próxima à superfície (ZHONG-HAI; YI-FAN; JIA, 1990; MISHRA; DARMAN; LÜCKE, 1984). A orientação (011)[100] – Goss é bastante instável durante a deformação a frio. Monocristais com esta orientação quando laminados desenvolvem uma textura de laminação formada pela componente $\{111\}\langle 112\rangle$, que é bastante estável (DORNER; ZAEFFERER; RAABE, 2007).

Nos aços inoxidáveis ferríticos contendo cerca de 16% em peso de cromo, os resultados são bastante similares, mas algumas diferenças são observadas com relação aos aços carbono. De modo geral, quanto maior a deformação, mais intensas tornam-se as fibras α e γ . Próximo à superfície da placa, as componentes $\{112\}\langle 110\rangle$, $\{111\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle 112\rangle$ são intensas como nos aços carbono. De modo diferente dos aços carbonos, a componente $\{001\}\langle 110\rangle$ aparece como a componente mais pronunciada. Próximo ao centro da placa, as componentes pertencentes à fibra α como $\{001\}\langle 110\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$ são bastante intensas. Com relação à fibra γ , a componente $\{111\}\langle 110\rangle$ é a mais pronunciada (HÖLSCHER; RAABE; LÜCKE, 1991; TIKHOVSKIY; RAABE; ROTERS, 2006). Raabe e Lücke estudaram a textura de deformação (redução de 90%) de alguns aços inoxidáveis ferríticos (Fe-16,6%Cr-0,64%Nb e Fe-16,5%Cr-0,47%Ti) com a presença de carbonitreto finamente dispersos na matriz ferrítica provenientes da adição de elementos estabilizadores (nióbio e titânio). Os resultados mostraram que a adição destes não alterou significativamente a textura de deformação. As componentes mais intensas são aquelas pertencentes à fibra α tais como $\{001\}\langle 110\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$. Estas componentes já estavam presentes no material previamente laminado a quente, o que significa que elas são bastante estáveis (RAABE; LÜCKE, 1993).

2.5 RECRISTALIZAÇÃO

A recristalização é definida como uma reação no estado sólido que leva à diminuição da quantidade de defeitos cristalinos por meio da migração de contornos de alto ângulo, levando ao surgimento de uma nova estrutura de grãos a partir do material deformado (DOHERTY et al., 1997). Este fenômeno já vem sendo bastante estudado na literatura desde os anos de 1940 quando as chamadas “*Leis da Recristalização*” foram publicadas por Mehl (1948) e Burke (1952). Muitas informações relevantes a respeito da recristalização foram publicadas nestes últimos 50 anos. No entanto, sabe-se, atualmente, que a recristalização é um processo mais complexo do que o imaginado naquela época (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). As palavras orientação e textura, por exemplo, não são mencionadas nas chamadas “*Leis da Recristalização*”. Hoje em dia, com o desenvolvimento da técnica de difração de elétrons retroespalhados de alta resolução e de ferramentas computacionais para aquisição e análise dos dados, informações microestruturais numa escala mais ampliada são possíveis, como por exemplo, a mesotextura e a microtextura num material altamente deformado ($\epsilon > 1$). Este avanço tecnológico, por exemplo, possibilitou o desenvolvimento de uma nova área de pesquisa conhecida como engenharia de contornos de grão – Grain Boundary EngineeringTM, que associa a natureza e a fração de contornos com as propriedades do material (PALUMBO; LEHOCKEY; PIN, 1998).

O processo de recristalização pode ser basicamente dividido em dois estágios (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004):

- I. **Nucleação** – etapa que possui um tempo de incubação para o surgimento dos primeiros novos grãos a partir do crescimento de subgrão ou migração dos contornos de alto ângulo pré-existent na microestrutura deformada;
- II. **Crescimento** – etapa onde os novos grãos se expandem e substituem gradualmente a matriz deformada.

Embora os dois estágios ocorram consecutivamente no mesmo grão, ambos os estágios podem ocorrer em tempos distintos em outros grãos do material. Dependendo da orientação inicial do grão, a recristalização pode ocorrer prontamente, em outros casos, de forma mais lenta ou até mesmo apenas a recuperação. A microestrutura formada por grãos grosseiros evidencia os efeitos de orientação tanto no estado deformado como após o recozimento e é objeto de estudo nesta Tese de Doutorado.

2.5.1 NUCLEAÇÃO DA RECRISTALIZAÇÃO

A nucleação da recristalização está associada à formação de uma pequena região livre de defeitos cristalinos delineada por pelo menos um segmento de contorno de alto ângulo numa matriz deformada. A teoria clássica de nucleação homogênea devida tão somente a flutuações na rede cristalina não é uma hipótese plausível para explicar a formação dos núcleos de recristalização, tal como ocorre em outras transformações no estado sólido tais como solidificação e a precipitação no estado sólido. No estado sólido o potencial termodinâmico envolvido na recristalização é bastante baixo. Além disso, a energia associada à formação de um contorno de alto ângulo é bastante alta. Portanto, os núcleos de recristalização são regiões pré-existentes na microestrutura deformada. Estes núcleos são originados a partir de contornos de alto ângulo pré-existentes ou por meio do crescimento de subestruturas contendo contornos de baixo ângulo (subcontornos). A Figura 3a mostra o desenho esquemático da estrutura de discordância presente no material deformado. Durante o recozimento a recuperação ocorre levando à formação de um subgrão (Figura 3b). O mecanismo de formação de um núcleo de recristalização está associado ao crescimento anormal de subgrão. A presença de um gradiente de orientação promove o crescimento anormal de subgrão que ao migrar sobre seus vizinhos aumenta sua ψ e mobilidade, adquirido caráter de alto ângulo (Figura 3c). Este crescimento leva a uma diminuição da energia global armazenada pela aniquilação e rearranjo de discordâncias. Deste modo, o núcleo de recristalização está formado e apto a crescer mediante ativação térmica (HUMPHREYS, 2004). Apenas subestruturas com grande ψ com a matriz deformada possuem a mobilidade necessária para evoluir para um novo grão recristalizado (PADILHA; SICILIANO JR., 2005).

Figura 3. Desenho esquemático do mecanismo de nucleação da recristalização: (a) células de discordâncias, (b) formação de um subgrão, (c) crescimento de um subgrão contendo um segmento de alto ângulo (N). Adaptado de (HUMPHREYS, 2004).

A orientação dos núcleos desempenha um papel importante na determinação da textura final de recristalização. Os locais preferenciais para a nucleação da recristalização são regiões que possuem grande quantidade de defeitos cristalinos e grandes curvaturas (ψ) com a matriz deformada, destacam-se (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004):

- I. os contornos de grão originais ($\epsilon < 1$),
- II. as heterogeneidades de deformação,
- III. as zonas de deformação próximas às partículas grosseiras e
- IV. os contornos lamelares em materiais bastante deformados ($\epsilon > 1$).

2.5.1.1 CONTORNOS DE GRÃO ORIGINAIS

As regiões próximas aos contornos de grão são bastante propícias para a nucleação da recristalização. Entende-se por contornos de grão originais aqueles provenientes da estrutura de solidificação ou de recristalização prévia. Durante a deformação plástica, estas regiões podem acumular grandes quantidades de defeitos cristalinos na forma de discordâncias, uma vez que diferentes sistemas de deslizamento podem ser ativados originando um gradiente de orientação local. A nucleação da recristalização nestas regiões pode ocorrer devido à migração dos contornos de grão pré-existentes ou por meio do crescimento de subgrão (DOHERTY et al., 1997).

A nucleação da recristalização por meio da migração de contornos de grão pré-existentes ocorre normalmente quando dois grãos adjacentes deformam-se de maneiras diferentes armazenando distintas quantidades de energia na forma de discordâncias. Desta forma, o contorno de grão pode migrar preferencialmente para o interior do grão mais deformado. Este mecanismo é conhecido como *Strain Induced Boundary Migration* – SIBM e ocorre quando existe uma variação energética favorável entre a redução da energia armazenada devido à eliminação de discordâncias e o aumento da energia devido ao aumento da superfície de contorno de grão (abaulamento). O modelo foi originalmente proposto por Beck e Sperry e aperfeiçoado por Bailey. Os estudos em metais como alumínio, cobre e níquel mostram que o fenômeno ocorre particularmente para pequenas ou médias deformações ($\epsilon \sim 0,7$) (PADILHA; SICILIANO JR., 2005). O fenômeno foi também reportado por Theyssier e colaboradores em bicristais de alumínio deformados a quente (THEYSSIER; DRIVER, 1999). Hutchinson reportou a ocorrência de SIBM em bicristais de

ferro laminado a frio com orientações iniciais pertencente às fibras α e γ . Os grãos recristalizados a partir de grão original com orientação fibra γ possuíam orientações variando cerca de 30° em torno de $\langle 111 \rangle$. Observou-se também que núcleos $\{111\}\langle 112 \rangle$ foram formados nos grãos $\{111\}\langle 110 \rangle$ próximos à região de contornos de grão (HUTCHINSON, 1989). Tsuji e colaboradores estudaram a recristalização de um aço inoxidável ferrítico com 19% de cromo laminado a frio até 40% de redução e recozido a 700°C . Os resultados mostram que a nucleação ocorre preferencialmente nos contornos de grão, em especial, em pontos triplos. Alguns contornos de grão iniciais apresentaram SIBM. As bandas de deformação não são locais preferenciais para a nucleação nesta condição de deformação (TSUJI; TSUZAKI; MAKI, 1994).

O gradiente de orientação e a alta densidade de discordâncias acumulada nas regiões próximas ao contorno de grão também favorecem a nucleação da recristalização por meio do crescimento anormal de subgrão.

2.5.1.2 HETEROGENEIDADES DE DEFORMAÇÃO

Heterogeneidades de deformação como as bandas de transição, de deformação e de cisalhamento são tipicamente encontradas na microestrutura de metais com grãos grosseiros. Estas regiões concentram grandes quantidades de defeitos e diferença de orientação com a matriz deformada. Portanto, a nucleação da recristalização pode ocorrer preferencialmente nestas regiões (SANDIM et al., 2003; SANDIM; RAABE, 2004; SANDIM, 2008).

A literatura reporta que as bandas de transição são regiões que possuem grande diferença de orientação para acomodar a diferença de orientação entre as regiões adjacentes que sofreram rotação, portanto, são locais ideais para o processo de nucleação. O crescimento de subgrão nesta região é bastante rápido, o que leva ao aumento da sua diferença de orientação até que um contorno de alto ângulo é produzido. Este mecanismo é o mais provável para explicar a nucleação em bandas de transição (HUMPHREYS, 2004). Os grãos recristalizados a partir de bandas de transição possuem orientação preferencial. Huang e Humphreys reportaram a nucleação de grãos com orientação cubo em bandas de transição durante deformação plástica a quente de alumínio (HUANG; HUMPHREYS; FERRY, 2000). A nucleação em bandas de transição de grãos com orientação cubo também foi observada por Ridha e colaboradores num aço inoxidável austenítico contendo 36% em peso de níquel (RIDHA; HUTCHINSON, 1982).

As bandas de cisalhamento são locais bastante propícios para a nucleação da recristalização e também foi reportada na literatura. Estas regiões foram altamente deformadas e possuem alta densidade de discordâncias e gradiente de orientação local. A literatura mostra a nucleação da recristalização para ligas de alumínio altamente deformadas. Os resultados mostram uma diminuição da textura cubo com o surgimento de grãos recristalizados em bandas de cisalhamento com orientações Goss e $\{013\}<231>$ (ENGLER, 2001; DUCKHAM; ENGLER; KNUTSEN, 2002).

2.5.1.3 NUCLEAÇÃO ESTIMULADA POR PARTÍCULAS

As ligas metálicas comerciais como as de ferro e alumínio geralmente contêm partículas grosseiras (maiores que 1 μm). A nucleação da recristalização pode ocorrer preferencialmente nas regiões próximas destas partículas. Este mecanismo de nucleação é conhecido como nucleação estimulada por partículas e o termo em inglês *Particle Stimulated Nucleation* – PSN é consagrado. Do ponto de vista tecnológico e industrial, há alguns aspectos relevantes acerca da nucleação por PSN nestas ligas. PSN pode tanto acelerar a cinética de recristalização como alterar a textura final. Ao contrário de outros mecanismos de recristalização, este mecanismo (PSN) possui sítios de nucleação bem definidos na microestrutura. Assim, o número de sítios de nucleação pode ser controlado por meio da adição de elementos de liga ou do processamento termomecânico. O fenômeno foi originalmente observado por Leslie na década de 1960 que reportou a presença de grãos recristalizados ao redor de inclusões de óxidos numa amostra de aço carbono. No entanto, Humphreys foi o primeiro a estudar o fenômeno em ligas de alumínio deformadas a frio (HUMPHREYS, 1977). Os estudos de Humphreys mostram que as regiões próximas às partículas indeformáveis (zonas de deformação) armazenam grande quantidade de discordância durante o processo de deformação para acomodar a diferença de orientação com relação à matriz (Figura 4a). Durante as etapas iniciais do recozimento, os núcleos originam-se dentro da zona de deformação por meio de um rápido processo de poligonização (nucleação por migração de subcontorno) ou por meio da migração de contornos de alto ângulo pré-existent. Após a formação dos núcleos, o seu crescimento dependerá principalmente do tamanho de partícula e da deformação aplicada. Humphreys reportou que PSN ocorre normalmente para ligas contendo partículas indeformáveis com diâmetro maior que 1 μm . No entanto, o diâmetro de partícula necessário para que ocorra PSN aumenta com a diminuição da deformação aplicada, como mostra a Figura 4b (HUMPHREYS, 1979).

Figura 4. Gráficos mostrando: a) diferença de orientação entre a matriz e a zona de deformação ao redor de uma partícula grosseira presente numa liga de alumínio laminada a frio; b) relação entre deformação e tamanho de partícula para que ocorra PSN. Adaptado de (HUMPHREYS, 1977).

Nos anos seguintes, vários trabalhos na literatura reportaram a influência da nucleação por PSN na textura de recristalização de ligas de alumínio contendo partículas grosseiras. Engler e colaboradores reportam uma diminuição da textura de recristalização devido ao grande número de grãos recristalizados com orientação aleatória via PSN. Engler reportou também a ocorrência de grãos com orientação próxima a $(011)[\bar{1}\bar{2}2]$ nucleados próximo as partículas grosseiras (ENGLER; YANG; KONG, 1996, 1997; ENGLER; VATNER; NES, 1996; ENGLER, 1997). Este resultado também foi observado por Ryu e colaboradores em uma liga de alumínio (AA8011) com partículas grosseiras de FeAl_3 (RYU; LEE, 2002). Troeger e colaboradores, objetivando alcançar a superplasticidade, reportaram para uma liga de alumínio (AA6013) a ocorrência de PSN. A microestrutura final possuía uma fraca textura de recristalização com tamanho de grão médio de 10 μm (TROEGER; STARKE, 2000). De modo geral, as ligas de alumínio contendo partículas grosseiras possuem textura de recristalização mais fraca, grãos mais refinados e experimentam um aumento na cinética de recristalização devido ao maior número de sítios para a nucleação.

Recentemente, a literatura reportou a ocorrência de PSN em ligas de níquel contendo partículas grosseiras de sílica. Humphreys reporta que a nucleação da recristalização ocorre preferencialmente ao redor de partículas indeformáveis de sílica (HUMPHREYS, 2000). Os novos grãos apresentam contornos facetados, bastante diferentes dos que se observa em outras ligas metálicas de alumínio, cobre e ferro que mostram contornos curvos ou irregulares. A mobilidade destes contornos facetados está mais relacionada com a cristalografia do contorno do que com a natureza da própria matriz deformada. A orientação dos grãos nucleados por PSN não é aleatória nestas ligas de níquel e está relacionada com a orientação da matriz

deformada (XU et al., 2007). Outro trabalho recente em PSN foi publicado por Konrad e colaboradores, no qual partículas de fase de Laves – $(\text{Fe,Al})_2\text{Zr}$ estão dispersas numa matriz de Fe_3Al (KONRAD; ZAEFFERER; RAABE, 2006). Neste trabalho, o gradiente de orientação associado à deformação plástica em torno destas partículas e a mesotextura foram caracterizados via EBSD de alta resolução. Os resultados mostraram que a microestrutura ao redor da partícula de $(\text{Fe,Al})_2\text{Zr}$ possui grande curvatura. As regiões imediatamente próximas às partículas apresentaram regiões livres de deformação devido à recristalização ou a recuperação durante a laminação a morno e foram chamadas de “regiões núcleos”.

Estudos sistemáticos envolvendo PSN em metais ccc ainda são escassos na literatura. Inagaki reportou (INAGAKI, 1987) a influência da cementita lamelar apenas na formação da textura de laminação em aços com diferentes teores de carbono (até 0,2% em peso). Os resultados mostraram que a presença das lamelas de cementita gera zonas de deformação com uma distribuição aleatória de orientações. Portanto, o aumento da fração de cementita lamelar enfraquece a textura de deformação. A microscopia eletrônica de transmissão foi a principal técnica de caracterização utilizada. Recentemente, De Cock e colaboradores (DE COCK et al., 2009) propuseram um modelo para a cinética de recristalização de aços de baixo carbono contendo diferentes frações de Fe_3C . Os resultados experimentais apresentaram uma razoável concordância com o modelo proposto. De Cock e colaboradores mostraram que o aumento da fração volumétrica de cementita alterou a textura de recristalização de aços com 0,014 e 0,08% em peso de carbono. Por outro lado, a textura de laminação foi pouco influenciada.

2.5.1.4 NUCLEAÇÃO JUNTO AOS CONTORNOS LAMELARES

Os contornos lamelares são produzidos durante a deformação plástica de metais de média e alta EDEs (para detalhes, ver item 2.4.3). Eles diferem dos contornos originais quanto à origem (estrutura proveniente da solidificação ou de recristalização prévia). Sua morfologia característica, alongados com a direção de deformação, torna-se evidente após grandes deformações. De um modo geral, tendem a apresentar uma larga distribuição de desorientações, a maioria delas com caráter de alto ângulo (HUGHES; HANSEN, 1997). Os subgrãos que se desenvolvem no material deformado são confinados por estes contornos lamelares. Deste modo, mediante ativação térmica, estes cristalitos podem se tornar núcleos potenciais para a recristalização em diversas regiões do metal no estado encruado ajudando a uniformizar a nucleação. Estes sítios de nucleação são comumente observados em metais com grãos grosseiros (SANDIM, 2008).

2.5.2 CRESCIMENTO DAS REGIÕES RECRISTALIZADAS

Com os núcleos de recristalização formados, o crescimento das regiões recristalizadas envolve a migração de contornos de alto ângulo sob a matriz deformada, finalizando quando estes se encontram mutuamente. A recristalização é um processo termicamente ativado, no entanto, existem vários outros fatores importantes que afetam o progresso da recristalização, dentre eles: a quantidade e o modo de deformação, tamanho e orientação do grão original, a presença de solutos e partículas (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

2.5.2.1 QUANTIDADE E MODO DE DEFORMAÇÃO

Quanto maior a deformação aplicada ao material, maior será a quantidade de energia armazenada na forma de discordâncias (potencial termodinâmico da recristalização) e o número de núcleos efetivos. Existe uma quantidade mínima de deformação necessária para que a recristalização ocorra, cerca de 1-3%. Acima deste valor, a taxa de recristalização aumenta com o aumento da deformação até valores de ϵ entre 2 e 4. O modo de deformação também é um fator relevante que afeta o progresso da recristalização. Dependendo do modo de deformação, o arranjo de discordância formado pode não conter heterogeneidades de deformação e gradientes de orientação suficientes para formar núcleos de recristalização. Deste modo, o material pode amolecer apenas por recuperação. Isto ocorre em metais com estrutura cristalina hexagonal que deformam de forma homogênea, como por exemplo, por deslizamento nos planos basais.

2.5.2.2 TAMANHO E ORIENTAÇÃO DO GRÃO ORIGINAL

A quantidade de energia armazenada durante a deformação é fortemente dependente da orientação inicial do grão, em especial no caso de monocristais, influenciando decisivamente no crescimento das regiões recristalizadas. Hibbard e Tully laminaram vários monocristais de aços ao silício até 80% de redução e observaram que a taxa de recristalização variava fortemente com a orientação (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Monocristais com orientação (111)[$\bar{1}\bar{2}1$] recristalizaram prontamente, enquanto que monocristais com orientação cubo recristalizaram tardiamente. Monocristais com orientação cubo girado não recristalizaram, apenas sofreram recuperação. Resultados similares foram observados em monocristais de tântalo deformados (VANDERMEER; SNYDER, 1979).

No caso de metais policristalinos, tanto a textura inicial (antes da deformação) como a textura de deformação influenciam no crescimento das regiões recristalizadas. Outro fator que desempenha papel relevante no avanço das regiões recristalizadas nos policristais são os contornos de grão. Como visto no item 2.5.1.1, os contornos de grão são regiões preferenciais para a nucleação da recristalização. Quanto maior a fração de contornos de grão (menor tamanho de grão), maior a taxa de nucleação observada. De um modo geral, pode-se dizer que os materiais policristalinos recristalizam muito mais rápido que os monocristais e oligocristais (materiais com grãos grosseiros).

2.5.2.3 SOLUTOS

As ligas metálicas comerciais normalmente apresentam teores apreciáveis de elementos em solução sólida. A adição destes elementos pode diminuir a EDE de vários metais, dificultando o rearranjo e a aniquilação de discordâncias e a formação de células. Portanto, o processo de nucleação por crescimento de subgrão é bastante retardado. Além disso, a adição de soluto exerce efeito retardador na migração dos contornos de alto ângulo das regiões recristalizadas. Quanto maior a diferença de tamanho entre os átomos de solvente e soluto, maiores os campos de tensão elástica e maior o efeito retardador. Um exemplo clássico da influência de elementos de liga na recristalização de ligas de alumínio é o ferro. A adição de pequenas quantidades de ferro em alumínio de alta pureza aumenta a temperatura de recristalização em 100°C (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Vale ressaltar que os efeitos do soluto na recristalização de ligas metálicas são mais pronunciados quando eles são adicionados em pequenas quantidades e em metais de alta pureza. Portanto, descartada a possibilidade de precipitação de alguma outra fase, pode-se dizer que a recristalização atrasa com a adição de elementos em solução sólida.

2.5.2.4 PARTÍCULAS

No item 2.5.1.3 discutiu-se que partículas grosseiras promoviam a nucleação da recristalização, ou seja, aumentavam a taxa de nucleação. O crescimento das regiões recristalizadas também é favorecido em ligas contendo dispersão de partículas grosseiras. As regiões em torno das partículas grosseiras armazenam grande quantidade de discordâncias e, portanto, aumentam localmente a mobilidade dos contornos de alto ângulo.

De um modo geral, para as partículas menores que 0,1 μm (100 nm) e homogeneamente distribuídas, a taxa de nucleação e a cinética de recristalização são diminuídas com a diminuição do espaçamento entre as partículas. A velocidade de migração dos contornos de alto ângulo é retardada devido à força de arraste – *Zener pinning* exercida pela dispersão de partículas finas. Vale ressaltar que quanto maior a fração volumétrica de partículas maior será a força de arraste (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

2.5.3 TEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO EM METAIS CCC

Para baixas temperaturas de recozimento, o metal deformado sofre apenas recuperação e a textura de deformação praticamente não se altera. Por outro lado, altas temperaturas de recozimento levam à recristalização gerando uma nova estrutura de grãos com uma nova textura, geralmente diferente da textura de deformação, convenientemente chamada de textura de recristalização. Além da temperatura, outros fatores também influenciam na textura de recristalização, tais como, o tempo de recozimento, a composição química, o grau de deformação e a taxa de aquecimento (PADILHA; SICILIANO JR., 2005).

A textura de recristalização típica dos metais ccc apresenta componentes pertencentes às fibras α e γ . No entanto, as intensidades nesta condição são diferentes com relação ao estado deformado. Emren e colaboradores estudaram a textura de recristalização de aços de baixo carbono para estampagem profunda. As componentes pertencentes à fibra α tiveram suas intensidades bastante reduzidas, enquanto que as componentes pertencentes à fibra γ são fortalecidas. Destaca-se a redução das componentes $\{112\}\langle 110\rangle$ e $\{001\}\langle 110\rangle$ pertencentes à fibra α e o fortalecimento da componente $\{111\}\langle 112\rangle$. Já a componente $\{111\}\langle 110\rangle$ manteve-se relativamente constante (EMREN; SCHLIPPENBACH; LÜCKE, 1986). Raabe e colaboradores explicam a redução das componentes pertencentes à fibra α com o recozimento. Os resultados mostram que a recristalização da orientação cubo girado é bastante suprimida prevalecendo apenas intensa recuperação. A nucleação é dificilmente observada em grãos com esta orientação. Geralmente, estas regiões são consumidas com o avanço da recristalização (RAABE, 1995). Resultados similares foram observados em monocristais de tântalo deformados a frio e recozidos (VANDERMEER; SNYDER, 1979). Para a componente de textura de laminação $\{112\}\langle 110\rangle$, o recozimento leva à nucleação de grãos $\{111\}\langle 112\rangle$. Os aços inoxidáveis ferríticos não estabilizados contendo cerca de 16% em peso de cromo e os aços elétricos – Fe-3%Si apresentam componentes de textura de

recristalização bastante semelhantes (HÖLSCHER; RAABE; LÜCKE, 1991). Na região próxima à superfície, a componente $\{111\}\langle 110 \rangle$ é a mais intensa. Para os aços elétricos, diferentemente dos aços inoxidáveis ferríticos, a componente $\{011\}\langle 100 \rangle$ é fortalecida na região próxima da superfície durante a recristalização. Estes grãos com orientação Goss favorecem o crescimento anormal de grão durante o recozimento em altas temperaturas. Nas regiões próximas ao centro, a componente $\{111\}\langle 112 \rangle$ é a mais intensa, enquanto que a componente $\{111\}\langle 110 \rangle$ aparece de forma discreta. Para os aços inoxidáveis ferríticos estabilizados ao nióbio ou titânio, ocorre a formação de carbonitretos na matriz ferrítica com tamanho médio menor que 1 μm . Raabe e Lücke reportam que estes precipitados finamente dispersos levam ao surgimento da componente $\{557\}\langle 583 \rangle$, ao invés do clássico crescimento da componente $\{111\}\langle 112 \rangle$ pertencente à fibra γ . Apenas o aço inoxidável ferrítico com 11% de cromo e adição de 0,21% em peso de titânio apresentou a nucleação clássica da componente $\{111\}\langle 112 \rangle$ (RAABE; LÜCKE, 1993).

2.6 CRESCIMENTO DE GRÃO

Quando a recristalização se completa, a estrutura resultante ainda é metaestável. Ou seja, a energia interna global pode ser ainda reduzida com a redução da área total de contornos de grão presente no metal. Portanto, a continuação do recozimento ou recozimentos em temperaturas mais elevadas após a recristalização leva à migração dos contornos de grão na microestrutura recristalizada, produzindo uma microestrutura formada por grãos grosseiros.

Este processo ocorre mediante ativação térmica e é conhecido como crescimento de grão e pode ocorrer de duas maneiras: contínua ou descontínua. O processo contínuo ou crescimento normal de grão ocorre quando a microestrutura engrossa uniformemente. Isto significa que os grãos crescem de forma homogênea mantendo a distribuição de tamanho de grão estreita durante todo o tempo de recozimento. Quando o crescimento normal de grão é inibido por algum motivo, o crescimento anormal de grão inicia-se. Este processo descontínuo ocorre quando alguns grãos crescem de forma exagerada na microestrutura, consumindo os outros grãos menores. No início deste processo, a microestrutura é composta por grãos com tamanhos relativamente próximos, sugerindo uma distribuição estreita de tamanho de grão. Com o avanço do processo, uma distribuição bimodal de tamanho de grão se desenvolve. Nesta etapa intermediária, a microestrutura é formada por alguns grãos grosseiros e outros grãos menores. Na etapa final do processo, a distribuição de tamanho de grão torna-se estreita novamente. Os grãos menores são totalmente consumidos restando apenas os grãos grosseiros

na microestrutura. Devido à similaridade com a cinética de recristalização (nucleação e crescimento), o crescimento anormal de grão é também conhecido, ainda que erroneamente, como “*recristalização secundária*” (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JR., 2005).

2.6.1 FATORES QUE PROMOVEM A RECRISTALIZAÇÃO SECUNDÁRIA

Existem alguns fatores que promovem a recristalização secundária. Estes fatores causam a instabilidade do crescimento normal de grão, e são eles: presença de partículas finas, textura pronunciada, limitações impostas pela espessura da amostra e vantagem no tamanho de grão. A recristalização secundária é amplamente estudada nos aços ao silício ou aços elétricos. Para os aços elétricos comerciais, a recristalização secundária ocorre devido à presença de ambos os fatores, partículas finas tais como MnS e AlN e a presença de uma forte textura de recristalização primária (MAY; TURNBULL, 1958; MISHRA; DARMAN; LÜCKE, 1984). Por outro lado, estudos realizados por Dunn e Walter em ferro puro e na liga Fe-3%Si de alta pureza também demonstraram a ocorrência de recristalização secundária (DUNN, 1953). Neste caso, o crescimento normal de grão pode ser inibido devido às limitações impostas pela espessura da amostra ou quando certas regiões apresentam distintos tamanhos de grãos.

2.6.2 DESENVOLVIMENTO DA TEXTURA GOSS NOS AÇOS ELÉTRICOS

Os aços elétricos são utilizados em transformadores de alta permeabilidade magnética. Tecnologicamente, isso pode ser obtido pela formação de uma textura Goss pronunciada mediante recristalização secundária.

Existem atualmente duas linhas de pesquisa que tentam explicar qual é o papel da mesotextura no desenvolvimento da textura Goss em aços elétricos durante a recristalização secundária. Shimizu e colaboradores reportam que os grãos Goss são circundados (preferencialmente) por contornos de alta mobilidade do tipo coincidence site lattice – CSL, ressaltando a importância de alguns contornos do tipo CSL tais como $\Sigma 5$, $\Sigma 7$ e $\Sigma 9$ (SHIMIZU; HARASE; DINGLEY, 1990). Por outro lado, Hayakawa e Rajmohan argumentam que a fração de contornos do tipo CSL é muito baixa (cerca de 10%) para explicar as alterações na textura (HAYAKAWA; SZPUNAR, 1997a, 1997b). Os autores reportam que os contornos com diferença de orientação entre 20 e 45° possuem alta mobilidade e que a probabilidade

deste tipo de contorno delimitar um grão Goss é maior (RAJMOHAN; SZPUNAR; HAYAKAWA, 1999). Em um artigo recente, os autores investigaram o comportamento dos aços elétricos não orientados durante a recristalização secundária (PARK; SZPUNAR, 2005). Eles reportaram que não só a vantagem no tamanho de grão é uma condição suficiente para o fortalecimento da textura durante o crescimento de grão, mas também uma grande fração de contornos de alto ângulo e energia. A possibilidade de um efeito topológico no desenvolvimento da textura Goss também foi investigada por Chen e colaboradores. No entanto, os resultados mostram que o efeito topológico ainda não pode ser comprovado (CHEN et al., 2003). Apesar dos esforços realizados e dos resultados obtidos por vários pesquisadores nos últimos 50 anos, a origem da textura Goss nos aços elétricos após a recristalização secundária ainda não está totalmente esclarecida.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 CONDIÇÃO INICIAL

O aço inoxidável ferrítico AISI 430 com adição de nióbio utilizado neste projeto de pesquisa foi obtido a partir do processo de lingotamento contínuo – LC e fornecido pela ArcelorMittal-Timóteo. As placas foram lingotadas com 200 mm de espessura por 1000 mm de largura. As placas foram enforadas em um forno do tipo *Walking Beam* com temperatura entre 1100 e 1250°C e posteriormente laminadas a quente num laminador quádruplo reversível (tipo desbastador), atingindo a espessura de cerca de 30 mm. A próxima etapa consistiu na laminação a quente num laminador tipo *Steckel* reversível até a espessura de 4 mm. A temperatura nos últimos passes no laminador *Steckel* permaneceu entre 800 e 1000°C. Na própria linha de recozimento contínuo o material sofreu a decapagem da carepa da laminação a quente com jateamento de granalha de aço, decapagem sulfúrica, eletrolítica e química. As placas laminadas a quente (condição inicial) possuem 100 mm de largura por 300 mm de comprimento e 4 mm de espessura. A Figura 5 mostra o desenho esquemático de como as placas foram retiradas da chapa laminada a quente. Quatro lotes de placas com composições distintas (diferentes teores de nióbio, carbono, e nitrogênio) foram amostrados (FSS-A, FSS-B, FSS-C e FSS-R). O aço FSS-R foi processado em condições típicas para comercialização e a sua composição é próxima a do aço FSS-B (composição utilizada na indústria). Este aço foi utilizado neste Doutorado com o objetivo de comparação entre as microtexturas obtidas nos diferentes aços com grãos grosseiros e no aço processado convencionalmente. A Tabela 3 mostra a composição química das chapas utilizadas.

Tabela 3 - Composição química das amostras do aço AISI 430 com diferentes teores de nióbio e intersticiais (teores expressos em % em peso).

Elementos	Cr	Nb	C	N	Mn	Si	P
FSS-A	16,14	0,31	0,02	0,02	0,16	0,29	0,03
FSS-B	16,22	0,37	0,02	0,02	0,15	0,30	0,03
FSS-C	16,23	0,56	0,03	0,03	0,15	0,24	0,03
FSS-R	16,29	0,38	0,02	0,02	0,19	0,34	0,03

Figura 5. Desenho esquemático ilustrando a retirada das placas da chapa laminada a quente. As direções normal (DN), de laminação (DL) e transversal (DT) são indicadas.

3.2 RECOZIMENTO DAS PLACAS NA CONDIÇÃO INICIAL

Com objetivo de se obter uma microestrutura formada por grãos grosseiros, adequada para o estudo dos efeitos de orientação na deformação plástica e na recristalização, placas na condição inicial foram recozidas ao ar na temperatura de 1250°C por 2 h para promover a recristalização secundária. Tempos superiores a 2 h não alteram o tamanho de grão final. O aço FSS-R foi recozido a 1030°C por 1 min para se obter uma microestrutura recristalizada. Os recozimentos foram realizados num forno Combustol modelo VF-1141 instalado na ArcelorMittal-Timóteo. Após atingir o tempo nominal de cada tratamento térmico, as placas foram retiradas do forno e resfriadas ao ar. Para a limpeza das placas, realizou-se uma decapagem química com uma solução na proporção de 3 mL HF: 20 mL HNO₃: 77 mL H₂O, mantida a 55°C e com tempo de imersão de 5 min.

3.3 MACROGRAFIAS

A partir das placas recozidas na temperatura de 1250°C por 2 h (recristalização secundária), amostras de 50 mm de largura, 50 mm de comprimento e 4 mm de espessura foram cortadas. Para melhor acabamento superficial, as amostras foram desbastadas na plaina em cerca de 2 mm para análise do centro da placa e em cerca de 0,4 mm para análise na superfície. Em seguida, foram lixadas de acordo com a seguinte sequência de granas: 80, 180, 220, 320, 500, 800, 1200 e 2400. Para revelação da macroestrutura, as amostras foram atacadas com uma solução na proporção em volume de 50 H₂O: 20 HCl: 10 H₂SO₄, mantida em temperatura ambiente e com tempo de imersão de 5 min. Para aquisição das imagens, utilizou-se uma copiadora da marca Hewlett-Packard modelo SCANJET 3770 com resolução de 600 dpi e no modo de alta nitidez de imagem. O tratamento das imagens foi realizado no programa *ImageJ* de domínio público. As medidas de tamanho de grão das placas recozidas foram feitas utilizando o método do intercepto linear a partir das imagens obtidas.

3.4 LAMINAÇÃO A FRIO

As placas de aço recozidas (FSS-A, FSS-B, FSS-C e FSS-R) foram laminadas a frio em múltiplos passes até 80% de redução na espessura, sem lubrificação, num laminador do tipo *two-high/four-high* modelo 4-105 da Fenn com largura útil máxima de 380 mm instalado no DEMAR-EEL-USP. As amostras foram cortadas das placas laminadas a frio com as reduções citadas utilizando uma guilhotina. As regiões próximas às bordas das placas foram descartadas com o auxílio de uma cortadeira modelo ISOMET 1000 da marca Buehler para evitar os artefatos induzidos pelo corte na guilhotina.

3.5 RECOZIMENTO ISÓCRONO

Amostras das placas laminadas a frio foram encapsuladas em tubos de quartzo e recozidas em temperaturas variando de 400 até 1000°C por 15 min para levantamento da curva de amolecimento isócrono. O aço FSS-R foi recozido a 800°C por 15 min para se obter uma microestrutura final recristalizada útil para comparar com os aços com grãos grosseiros. Os recozimentos foram realizados num forno tubular resistivo da marca Lindberg-Blue com temperatura máxima de 1350°C e zona de homogeneidade de aproximadamente 130 mm instalado no DEMAR-EEL-USP. Para todos os recozimentos, o forno foi aquecido numa taxa de 5°C.min⁻¹ até atingir a temperatura nominal de recozimento. Em seguida, as amostras foram colocadas dentro do forno na região de homogeneidade. Aguardaram-se 30 s para iniciar a contagem do tempo de recozimento visando homogeneizar a temperatura da amostra. Após atingir o tempo estipulado de recozimento, as amostras foram retiradas do forno e resfriadas ao ar.

3.6 PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

As amostras para análise metalográfica foram cortadas paralelas à DL utilizando-se uma cortadeira de baixa velocidade modelo ISOMET 1000 da marca Buehler. Para o embutimento a quente, utilizou-se uma resina fenólica da marca Struers. Em seguida, as amostras foram lixadas de acordo com a seguinte seqüência de granas: 600, 800, 1000, 1200 e 2400. Após lixamento, utilizou-se uma pasta de diamante policristalino da marca Struers modelo DIAPRO DAC com tamanho de grão de 6 µm, buscando eliminar os riscos grosseiros

remanescentes do lixamento. Para o polimento mecano-químico, a suspensão que propiciou os melhores resultados foi àquela formada por 200 mL de suspensão coloidal de alumina OP-A (Struers), 200 mL de água destilada e 1 mL HNO₃ (Merck). O pano de polimento utilizado foi do tipo OP-CHEM da marca Struers. As amostras foram polidas em uma politriz automática Jean Wirtz modelo 4000V/1. O polimento foi realizado a 150 rpm por cerca de 1 h com uma força constante de 25 N. O polimento final, quando necessário, foi realizado em uma politriz manual da marca Struers para retirar os riscos finos remanescentes da etapa anterior de polimento. Para a revelação da microestrutura, as amostras foram atacadas com uma solução (reagente Villela) na proporção em volume de 15 glicerol: 10 HCl: 5 HNO₃, mantida a 0°C em banho de gelo e com tempos de imersão entre 30 e 60 s.

As amostras do aço FSS-B utilizadas na investigação da microtextura via *difração de elétrons retroespalhados* – EBSD alta resolução foram polidas no *Max Planck Institut für Eisenforschung GmbH* – MPI-E. Primeiramente, utilizou-se uma pasta de diamante policristalino da marca Struers com tamanho de grão de 3 µm. Em seguida, as amostras foram polidas com OP-S (Struers) em uma politriz automática (Buehler). O polimento foi realizado a 150 rpm por cerca de 15 min com uma força constante de 25 N.

3.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

As amostras recozidas foram observadas junto ao microscópio eletrônico de varredura da marca LEO modelo 1450-VP com filamento de tungstênio, instalado no DEMAR-EEL-USP, operando no modo de elétrons retroespalhados – BSE e com tensão de aceleração de 20 kV. Nesta técnica é possível diferenciar as fases e as variações de composição presentes em função dos diferentes tons de cinza obtidos (diferentes valores de Z para cada elemento químico). Além disso, esta técnica permite observar em detalhes regiões adjacentes nas quais as diferenças de orientação são maiores que pelo menos 1° mediante a variação nos tons de cinza.

3.8 MEDIDAS DE MICROTTEXTURA

A microtextura foi investigada via EBSD convencional e de alta resolução, utilizando um detector de elétrons retroespalhados acoplado a um microscópio eletrônico de varedura. O mapeamento de EBSD convencional foi realizado no modelo Philips XL-30 com filamento de LaB₆, operando com tensão de aceleração de 20 kV, instalado na ArcelorMittal-Timóteo. Os dados foram coletados a partir do plano de laminação para as amostras com grãos grosseiros e na seção longitudinal para as amostras na condição inicial, deformadas a frio até 60% de redução e aquelas que sofreram recozimento isócrono. O espaçamento entre cada região medida – *step size* foi de 30 µm para as amostras com grãos grosseiros e de 1 µm para as amostras na condição inicial, as laminadas a frio e aquelas recozidas. O mapeamento de EBSD de alta resolução foi realizado no microscópio eletrônico de varedura da marca JEOL modelo JSM-6500 F com emissão de campo (FEG-SEM) e uma câmera CCD de alta resolução instalado no MPI-E. Nestas medidas de alta resolução o *step size* utilizado foi de 50 nm. Os dados coletados foram indexados e analisados com o auxílio do pacote de programas da empresa EDAX-TSL. (TSL OIM versão 5.2). Em todos os mapeamentos de EBSD analisados, os contornos de alto ângulo (acima de 15°) são marcados com linhas negras e os contornos de baixo ângulo (entre 2° e 14°) com linhas brancas. As direções DN, DT e DL referem-se sempre aos mapeamentos.

3.9 MICRODUREZA VICKERS

As medidas de microdureza Vickers foram realizadas na seção longitudinal das amostras laminadas a frio e também recozidas para o levantamento das curvas de encruamento e de amolecimento isócrono, respectivamente. Os ensaios foram realizados em um microdurômetro da marca Buehler modelo Micromet 2004 instalado no DEMAR-EEL-USP. A carga de penetração aplicada foi de 150 gf e tempo de impressão de 30 s. Os resultados são a média de 15 medidas por amostra após a preparação metalográfica.

3.10 MEDIDAS DE MACROTTEXTURA

A macrotextura foi determinada via DRX com o auxílio de um goniômetro de textura. As amostras foram analisadas na ArcelorMittal-Timóteo. As figuras de pólo foram obtidas utilizando-se um difratômetro (goniômetro) de textura da marca Philips modelo *X'Pert PRO*

MPD, com tubo de cobre operando a 40 kV e 40 mA. Foram avaliados os seguintes planos cristalográficos específicos: (110), (200), (211). As figuras de pólo medidas foram geradas pelo programa *X'PERT TEXTURE* da Philips. A partir destas figuras de pólo, foi possível determinar a Função Distribuição de Orientações (ODF) com o auxílio do programa *MTM-FHM software system* (Van Houtte, 1995). Este programa utiliza a notação de Bunge para os três ângulos de Euler – *PHI*, *PHI 1* e *PHI 2*. Para as análises foi adotada uma condição de simetria ortorrômbica. Nas seções de ϕ_2 constante, ϕ aparece na vertical e ϕ_1 na horizontal. Nos dois casos, a variação destes ângulos é de 0° a 90°.

As amostras analisadas possuíam cerca de 50 mm de largura, 50 mm de comprimento. A macrotextura foi determinada a partir do plano de laminação próximo às regiões superficial e central da amostra. Para melhor acabamento superficial, as amostras foram desbastadas na plaina até a metade da espessura e cerca de 0,04 mm para análise próxima à superfície. Em seguida, foram lixadas de acordo com a seguinte seqüência de granas: 80, 180, 220, 320, 500, 800, 1200 e 2400. Para revelação da macroestrutura, as amostras foram atacadas com uma solução na proporção em volume de 5 H₂O: 2 HCl: 1 H₂SO₄, mantida em temperatura ambiente e com tempo de imersão de 5 min.

3.11 EXTRAÇÃO E IDENTIFICAÇÃO DOS PRECIPITADOS DO AÇO FSS-B

Os precipitados presentes na matriz ferrítica foram extraídos utilizando-se duas rotas distintas – eletrolítica e química. As amostras provenientes do aço FSS-B na condição inicial foram escolhidas para extração e identificação dos precipitados contidos no aço AISI 430 com adição de nióbio. As amostras foram cortadas em filetes de 5 mm de largura e 6 mm de espessura. Em seguida, as amostras foram imersas em uma solução de decapagem na proporção de 5 mL H₂O: 2 mL HCl: 1 mL H₂SO₄, para eliminar possíveis contaminantes.

Para a extração dos precipitados na rota eletrolítica, utilizou-se uma célula eletroquímica constituída de um eletrodo de referência de calomelano saturado da marca Hanna Instruments modelo HI 5412, um contra eletrodo de platina, um eletrodo consumível (aço AISI 430), um suporte de PVC para fixar os eletrodos e um béquer de vidro de 500 mL para suportar a solução eletrolítica. O arranjo experimental da célula eletroquímica e seus componentes são mostrados esquematicamente na Figura 6. As amostras foram dissolvidas em uma solução eletrolítica com 1 % de cloreto de tetrametilamônio, 10% de acetilacetona em metanol (% em volume). A célula eletroquímica foi conectada a um potenciostato Jaisle modelo 10000T, instalado no DEMAR-EEL-USP, com um potencial entre 100 e 200 mV

mantido durante 72 h no eletrodo de referência. Este sistema permite que apenas a matriz ferrítica se dissolva deixando as partículas inalteradas quimicamente.

Para a extração dos precipitados na rota química, cerca de 2 g do material seco e decapado foram pesados em uma balança analítica com uma resolução de $\pm 0,01$ g. Em seguida, as amostras foram colocadas individualmente em béqueres de 300 mL e imersas em uma solução Berzelius composta de 20 g $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 17,5 g KCl, 1,25 g ácido tartárico, 115 mL de água destilada e 150 mL de HCl durante 3 h em temperatura ambiente. Durante o processo, um agitador magnético foi utilizado com o objetivo de acelerar o processo de dissolução das amostras, como mostrado na Figura 7.

Após o processo de extração, as soluções obtidas foram filtradas para separação dos precipitados. Neste processo, utilizou-se um filtro de papel (membrana de celulose) com uma abertura de $0,2 \mu\text{m}$ e $70 \pm 0,5$ mm de diâmetro. Este filtro foi colocado em um conjunto de filtração conectado a uma bomba de vácuo modelo TE-0581. As soluções eletrolítica e química obtidas nos processos de dissolução foram despejadas num recipiente para a filtração, passando pelo filtro de papel (sob vácuo) e armazenadas. Em seguida, o filtro de papel foi lavado para retirar o excesso de solução. Após a lavagem, o filtro contendo os resíduos foi secado à temperatura ambiente. Os resíduos foram identificados por meio da técnica de difração de raios X – DRX. O difratômetro utilizado foi o Shimadzu modelo XRD-6000 instalado no DEMAR-EEL-USP. Os difratogramas obtidos foram indexados utilizando as fichas cristalográficas JCPDS.

Figura 6. Desenho esquemático ilustrando o arranjo experimental da célula eletrolítica.

Figura 7. Desenho esquemático ilustrando o arranjo experimental para a extração dos precipitados na rota química.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste item, os resultados são apresentados de acordo com a condição metalúrgica das amostras investigadas. Primeiramente, os aços inoxidáveis ferríticos investigados foram caracterizados na condição inicial (como recebido) e após recozimento para crescimento de grão. Os principais resultados de caracterização nesta etapa foram a extração de precipitados para determinação das fases presentes, a microscopia eletrônica de varredura para determinação da microestrutura e a textura utilizando as técnicas de DRX (macrotextura) e EBSD (microtextura). Posteriormente, os resultados da caracterização microestrutural via MEV das amostras no estado deformado mostraram a fragmentação distinta dos grãos grosseiros e a formação das heterogeneidades de deformação em algumas orientações específicas. A microtextura foi caracterizada utilizando ambos EBSD convencional e de alta resolução. Os mapeamentos de EBSD convencional foram úteis para investigação de grandes áreas mostrando o comportamento de vários grãos grosseiros durante a deformação plástica e posterior recozimento. Já os mapeamentos de EBSD de alta resolução foram úteis para caracterizar a fragmentação dos grãos grosseiros altamente deformados (redução de 80%) e em especial as regiões ao redor das partículas grosseiras tanto no estado deformado como também após o recozimento (PSN).

4.1 CONDIÇÃO INICIAL

4.1.1 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL VIA MEV

As amostras na condição inicial foram caracterizadas com o auxílio da MEV no modo BSE. A Figura 8 mostra a seção longitudinal das amostras dos aços FSS-A, FSS-B e FSS-C, respectivamente. As microestruturas obtidas são bastante semelhantes entre si e consistem de grãos ferríticos alongados na DL (regiões com diferentes tons de cinza) e por partículas grosseiras (regiões brancas) distribuídas heterogeneamente na microestrutura e com uma larga distribuição de tamanhos. Nota-se que os grãos ferríticos após laminação a quente sofreram intensa recuperação dinâmica. Algumas regiões da microestrutura apresentam intensa fragmentação com a formação de subgrãos e em outras, por exemplo, no centro das micrografias, observa-se a presença de alguns grãos alongados que não exibem intensa fragmentação.

Figura 8. Micrografia do aço AISI 430 com adição de nióbio na condição inicial (plano longitudinal): a) FSS-A; b) FSS-B e c) FSS-C (MEV-BSE). A DL é paralela à horizontal.

Estes *efeitos de orientação* ocorrem devido à microestrutura advinda do LC na qual os grãos produzidos são grosseiros e com morfologia colunar. Desta forma, a fragmentação de cada grão durante o processo de deformação plástica ocorre de modo diferenciado e dependente da orientação inicial.

A presença de algumas pequenas regiões circulares e negras na microestrutura devido ao descolamento de partículas (*pull-out*) durante a preparação metalográfica foi minimizada, mas não eliminada com o aperfeiçoamento do processo.

4.1.2 IDENTIFICAÇÃO DOS PRECIPITADOS

Os resultados da identificação dos resíduos extraídos foram comparados com os padrões obtidos nas fichas cristalográficas JCPDS. Os difratogramas referentes aos resíduos extraídos pelas rotas eletrolítica e química são mostrados na Figuras 9. Em ambos os casos, o único composto identificado foi o carbonitreto de nióbio – Nb(C,N). Outras fases comumente encontradas nos aços inoxidáveis ferríticos contendo nióbio tais como fase de Laves e $\text{Fe}_3\text{Nb}_3\text{C}$ não foram detectadas. No estudo realizado por Fujita e colaboradores investigou-se a presença de precipitados de nióbio num aço inoxidável ferrítico com cerca de 19% de cromo e 0,4% de nióbio após laminação a frio e posterior recozimento a 900°C por 1 min (FUJITA; KIKUCHI; OHMURA, 2003). Identificou-se majoritariamente o composto Nb(C,N) e pequenas quantidades de $\text{Fe}_3\text{Nb}_3\text{C}$. O recozimento por tempos longos favoreceu o aumento da fração de $\text{Fe}_3\text{Nb}_3\text{C}$. No estudo realizado por Sim e colaboradores, o aço utilizado apresentava cerca de 15% de cromo e 0,37% de nióbio (SIM et al., 2005). Esta composição é razoavelmente semelhante a do aço FSS-B. Os resultados da identificação via DRX mostraram a presença do composto Nb(C,N) para amostras recozidas a 700°C por 2 h. Apenas as amostras recozidas por longos tempos (1000 h) apresentaram o composto $\text{Fe}_3\text{Nb}_3\text{C}$. De um modo geral, a literatura mostrou que a presença de um determinado precipitado de nióbio na microestrutura do aço dependerá não somente da composição, mas também do tempo de recozimento para uma dada temperatura.

A morfologia das partículas extraídas pela rota química foi observada utilizando a MEV, como mostra a Figura 10. Note que as partículas apresentam morfologia facetada e tamanhos variando entre 0,2 μm até 2 μm . A fração volumétrica destes precipitados para o aço FSS-B foi obtida pelo método dos interceptos lineares utilizando imagens obtidas via MEV. Os resultados mostram que a fração é muito baixa, menor que 1%. Partículas nesta faixa de tamanho atuam como sítios preferenciais para a nucleação (PSN) durante o

recozimento devido às zonas de deformação ao redor delas. Num trabalho realizado por El-Kashif e colaboradores, observou-se tamanho de partícula similar num aço inoxidável ferrítico contendo cerca de 18% de cromo e 0,2% de nióbio após a laminação a frio e recozimento a 1000°C por 1 h (EL-KASHIF et al., 2004). As partículas foram caracterizadas por meio da técnica de extração por réplica utilizando um microscópio eletrônico de transmissão – MET e determinou-se que o tamanho médio é próximo a 0,5 μm .

De modo geral, os resultados obtidos com a extração de resíduos foram bastante satisfatórios utilizando ambas as rotas. Deve-se ressaltar que a rota eletrolítica é mais seletiva, enquanto que a rota de dissolução química (reagente de Berzelius) é mais rápida, entretanto, é mais agressiva e pode levar à dissolução completa de outras fases.

a)

b)

Figura 9. Difratoograma referente às partículas extraídas do aço FSS-B na condição inicial: a) extração utilizando a rota química (Berzelius); b) extração utilizando a rota eletrolítica.

Figura 10. Micrografia das partículas extraídas da amostra do aço FSS-B na condição inicial. Extração utilizando a rota química (MEV, SE).

4.1.3 MICROTTEXTURA

A microtextura da condição inicial foi determinada, via EBSD convencional, ao longo da espessura das amostras no plano longitudinal (DN-DL). Com esta técnica foi possível investigar as orientações dos grãos ferríticos alongados na DL. As componentes de textura foram representadas nas ODFs utilizando as seções 0 e 45° de ϕ_2 constante.

Para o aço FSS-A, observou-se que tanto a microestrutura como a microtextura entre as regiões da superfície e do centro são bastante distintas como mostrado na Figura 11a. Com relação à microestrutura, percebe-se que próximo à superfície há grãos recristalizados, enquanto que ao longo da espessura a presença dos grãos ferríticos alongados com distinta fragmentação é observada. Próximo à superfície (Figura 11b), as componentes Goss e $\{001\}\langle uv0 \rangle$ prevalecem enquanto que, na região do centro (Figura 11c), prevalecem as componentes típicas de deformação pertencentes à fibra α . Estas componentes de laminação a quente são típicas de metais ccc e foram reportadas na literatura (RAABE, 2003). Os grãos ferríticos com orientação cubo girado apresentam discreta fragmentação e a recuperação prevaleceu. Já os grãos pertencentes à fibra γ apresentam uma quantidade apreciável de contornos tanto de baixo como de alto ângulo na microestrutura. Este resultado indica que não só a recuperação prevaleceu, mas também a recristalização preferencial dos grãos

pertencentes à fibra γ . Os detalhes mostrando os novos grãos Goss na superfície e a fragmentação dos grãos ferríticos pode ser vista na Figura 12.

Para o aço FSS-B, não houve diferenças pronunciadas em termo de microtextura ao longo da espessura (Figura 13). Os resultados mostram apenas a presença dos grãos ferríticos alongados na DL com orientações pertencentes à fibra α . Os resultados de EBSD representam um efeito local, enquanto que os resultados de macrotextura são mais representativos e foram apresentados no item 4.1.4.

Para o aço FSS-C (Figura 14a), percebe-se que a microestrutura é bastante semelhante a do aço FSS-A. Próximo à superfície prevalece uma microestrutura recristalizada, enquanto que ao longo da espessura os grãos são alongados. Os novos grãos próximos à superfície são pertencentes à componente Goss (Figura 14b). Segundo Raabe e colaboradores, o surgimento de grãos recristalizados próximo à superfície deve-se à ocorrência de intenso cisalhamento e a mudanças no perfil térmico. A diminuição local da temperatura na superfície leva ao aumento local da energia armazenada na forma de discordâncias que é o potencial para a recristalização uma vez que a recuperação dinâmica é prejudicada (RAABE; LÜCKE, 1993). Para o centro, as principais componentes de textura ao longo da espessura são as pertencentes à fibra α (Figura 14c), com destaque para a componente cubo girado que aparece de forma bastante intensa e as componentes da fibra γ que aparecem com menor intensidade. As regiões indicadas na Figura 14a são mostradas em detalhe na Figura 15. A Figura 15a mostra os novos grãos Goss próximos à superfície enquanto que a Figura 15b mostra os grãos alongados que sofreram intensa recuperação dinâmica.

De modo geral, a recristalização ocorre de forma discreta ou mesmo está ausente (orientação cubo girado) nas regiões mais próximas ao centro da amostra. Os mapeamentos de EBSD das regiões recuperadas dinamicamente não apresentam boa resolução (*step size* de 30 μm) prejudicando a identificação das subestruturas formadas. Como as regiões próximas aos precipitados de Nb(C,N) não foram mapeadas com resolução suficiente, a avaliação da possível formação de novos grãos por PSN ficou prejudicada. Vale ressaltar que este *step size* foi utilizado como o intuito de mapear grandes áreas.

Figura 11. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-A na condição inicial mostrando a microtextura ao longo da espessura até o centro da amostra: a) OIM; b) ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2 constante) da região próxima à superfície; c) ODFs ao longo da espessura; d) mapa de orientações.

Figura 12. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-A na condição inicial mostrando as regiões indicadas na Figura 11: a) grãos recristalizados próximo à superfície; b) grãos alongados que sofreram recuperação dinâmica (ou recristalização) durante a laminação a quente; e c) mapas de orientações.

Figura 13. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B na condição inicial mostrando a microtextura ao longo da espessura até o centro da amostra: a) OIM; b) ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2) da região próxima à superfície; c) ODFs ao longo da espessura; d) mapa de orientações.

Figura 14. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-C na condição inicial mostrando a microtextura ao longo da espessura até o centro da amostra: a) OIM; b) ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2 constante) da região próxima à superfície; c) ODFs ao longo da espessura; d) mapas de orientações.

a) FSS-C, superfície.

b) FSS-C, centro.

c)

Figura 15. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-C na condição inicial mostrando as regiões indicadas na Figura 14: a) grãos recristalizados próximo à superfície; b) grãos alongados que sofreram recuperação dinâmica (ou recristalização) durante a laminação a quente; e c) mapa de orientações.

4.1.4 MACROTEXTURA

As medidas de macrotextura foram obtidas via DRX. Esta técnica é bastante útil quando se deseja obter a maior área iluminada possível, ou seja, coletar informações cristalográficas do maior número de grãos possível. Desta forma, as amostras possuem maior representatividade do ponto de vista estatístico. As seções 0 e 45° de ϕ_2 constante foram escolhidas para análise das componentes de macrotextura presentes nos aços investigados nesta Tese de Doutorado.

As ODFs das amostras na condição inicial são mostradas na Figuras 16. Uma primeira observação é que as componentes de textura observadas no centro e na superfície são semelhantes entre si. O aumento dos teores de nióbio e de intersticiais (carbono e nitrogênio) não altera as componentes de textura presentes, apenas as respectivas intensidades. A Figura 16a-c mostra os resultados de macrotextura para a região próxima à superfície das amostras. A seção $\phi_2 = 0^\circ$ mostra a presença de várias componentes de textura entre Goss e $\{011\}\langle 211 \rangle$ (Brass) com os planos $\{011\}$ paralelos à DL. Estas componentes típicas de cisalhamento são as mais intensas na superfície da amostra. Para a seção 45° de ϕ_2 constante, a outra componente $\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8 \rangle$ (Taylor) aparece, porém com menor intensidade. Os resultados de macrotextura juntamente com os de EBSD sugerem que estas componentes de Goss até Brass estão relacionadas aos novos grãos (regiões parcialmente recristalizadas), enquanto que a componente de textura Taylor, não observada nos mapeamentos de EBSD, está relacionada com o cisalhamento próximo à superfície. Vale ressaltar que Goss e Brass também são reportadas na literatura como componentes típicas de cisalhamento em metais ccc (RAABE; LÜCKE, 1993). Para as amostras no centro (Figuras 16d-f), a textura cubo girado é a mais intensa nos aços estudados. Com o aumento do ângulo Φ , as componentes de textura da fibra α tornam-se cada vez menos intensas. As componentes da fibra γ , apesar de presentes, são pouco intensas em todas as composições. As fibras α e γ são típicas componentes de textura de laminação na condição de estado plano de deformação (RAABE; LÜCKE, 1992; RAABE, 2003).

A literatura reporta que outros metais ccc apresentam textura similar ao aço investigado na condição laminado a quente. Huh e colaboradores investigaram um aço inoxidável ferrítico com similar composição, mas sem adição de Nb (HUH et al., 2005). Os resultados mostram uma fraca textura de cisalhamento *Brass* próxima à superfície e componentes da fibra α intensas próximos ao centro. Outros aços, tais como os aços elétricos

e os aços de baixo-carbono (RAABE; LÜCKE, 1992), também apresentam textura de deformação semelhante aos aços estudados neste Doutorado. Deve-se ressaltar que os aços baixo-carbono apresentam textura homogênea ao longo da espessura quando o resfriamento durante a laminação ocorre a partir do campo austenítico (transformação de fase γ para α) (HÖLSCHER; RAABE; LÜCKE, 1991).

Durante o LC, os grãos colunares com planos $\{001\}$ paralelos à DN da placa experimentam um crescimento rápido. Estes grãos durante a laminação a quente dão origem a uma forte textura cubo girado (RAABE; LÜCKE, 1992; TSUJI; TSUZAKI; MAKI, 1994; HAMADA et al. 2003). O comportamento desta orientação durante a deformação plástica e o recozimento foi estudado por Raabe e colaboradores para vários metais ccc (RAABE; LÜCKE, 1992; RAABE, 1995). Durante a deformação a quente, os grãos com esta orientação tendem a se deformar de forma bastante homogênea e a ausência de núcleos de recristalização é observada, portanto, a recuperação dinâmica prevalece. Já os grãos $\{111\}_{uvw}$ pertencentes à fibra γ que foram gerados em menor quantidade durante o LC tendem a se fragmentar de forma efetiva, ou seja, armazenam grandes quantidades de energia na forma de contornos de baixo e de alto ângulo (HUTCHINSON, 1999). A partir destes grãos originais bastante fragmentados, novos grãos podem surgir desde que a redução e a temperatura de laminação a quente sejam suficientemente altas para ativar o processo de recristalização dinâmica.

Figura 16. Macrotextura dos aços FSS-A, FSS-B e FSS-C na condição inicial representada na forma de ODFs utilizando as seções 0 e 45° de ϕ_2 constante: a-c) região próxima à superfície da placa; d-f) metade da espessura da placa (centro).

4.2 PLACAS RECOZIDAS A 1250°C POR 2 h

4.2.1 MACROGRAFIAS

Neste item são apresentadas as macroestruturas (centro e superfície) das amostras na condição inicial após recozimento a 1250°C por 2 h. A partir delas, foi possível determinar o valor do tamanho de grão (D) para os aços FSS-A, FSS-B e FSS-C.

As macrografias (Figuras 17, 18 e 19) foram divididas aleatoriamente em 5 campos para determinação do valor de D . Os campos foram processados no programa ImageJ (ajuste de contraste) e as medidas foram feitas utilizando o método do intercepto linear. Comparando-se os resultados da Tabela 4, nota-se que a amostra do aço FSS-C apresentou um valor de D menor, como era esperado. Esta composição química possui o maior teor de nióbio (0,56% em peso) e teores de carbono e nitrogênio iguais a 0,03% em peso, o que sugere a presença de uma maior fração volumétrica de precipitados na microestrutura tendendo a inibir o crescimento de grão. Apesar da estrutura de grãos mais refinada, os grãos da amostra do aço FSS-C ainda continuam suficientemente grosseiros e aptos para a investigação dos possíveis efeitos de orientação.

Analisando-se as macrografias obtidas no centro e na superfície das placas do aço FSS-A, observou-se uma macroestrutura formada por grãos equiaxiais bastante grosseiros e com tamanho uniforme (Figura 17a). A superfície apresentou uma estrutura mais refinada (Figura 17b). Para o aço FSS-B na região central (Figura 18a), o crescimento anormal de grão foi observado. O eixo mais alongado destes grãos que cresceram anormalmente tende a alinhar-se com a DL (vertical). Para a amostra da superfície do aço FSS-B (Figura 18b), a distribuição de tamanho de grão é mais homogênea. As amostras do aço FSS-C (Figuras 19a e 19b) apresentaram uma microestrutura mais refinada e a presença de crescimento anormal de grão também foi observada. Portanto, estes resultados sugerem que o aumento da quantidade de nióbio e intersticiais inibiu o crescimento normal de grão. Este aumento da quantidade de nióbio em solução sólida dificultou o movimento dos contornos de grão. Desta forma, os contornos com maior mobilidade tendem a prevalecer na microestrutura e o crescimento anormal de grão é favorecido. Este é o mecanismo mais provável e amplamente discutido na literatura para explicar o crescimento anormal de grão, principalmente para os aços elétricos os quais possuem melhores qualidades após recristalização e crescimento anormal de grão com forte textura Goss (SHIMIZU; HARASE; DINGLEY, 1990; RAJMOHAN; SZPUNAR; HAYAKAWA, 1999).

Vale ressaltar que, além de átomos de soluto, outro obstáculo possível à migração dos contornos de grão é a presença de partículas finas de Nb(C,N) (menores que 100 nm). No entanto, a presença destas partículas finas não pode ser confirmada com a técnica de caracterização utilizada.

Figura 17. Macrografias das amostras do aço FSS-A laminadas a quente e recozidas a 1250°C por 2 h (plano de laminação).

Figura 18. Macrografias das amostras do aço FSS-B laminadas a quente e recozidas a 1250°C por 2 h (plano de laminação).

Figura 19. Macrografias das amostras do aço FSS-C laminadas a quente e recozidas a 1250°C por 2 h (plano de laminação).

Tabela 4 - Resultado das medidas de tamanho de grão (D) e seus respectivos desvios-padrão (σ) para as amostras recozidas a 1250°C por 2 h.

FSS	$D \pm \sigma$ (mm)
A - Centro	$1,2 \pm 0,2$
A - Superfície	$1,1 \pm 0,2$
B - Centro	$1,0 \pm 0,2$
B - Superfície	$1,0 \pm 0,2$
C - Centro	$0,64 \pm 0,09$
C - Superfície	$0,65 \pm 0,08$

4.2.2 MICROTTEXTURA DAS PLACAS DO AÇO FSS-B

As medidas de EBSD convencional foram realizadas no plano de laminação (DL-DT) próximo ao centro das amostras do aço FSS-B recozidas a 1250°C por 2 h, como mostra a Figura 20. O aço FSS-B foi o escolhido por apresentar uma coleção de grãos com crescimento anormal bastante destacável dentre os aços investigados nesta Tese de Doutorado e por apresentar a composição química mais próxima do produto comercial.

As ODFs e suas respectivas intensidades são mostradas nas seções 0° e 45° de ϕ_2 constante. Em todos os mapeamentos de EBSD, a presença de grãos que cresceram anormalmente é evidente sugerindo uma distribuição bimodal de tamanho de grão

característica da fase intermediária do processo. A microtextura e suas intensidades variam de uma região para outra devido à presença dos grãos anormais. No primeiro mapeamento (Figura 20a), temos que as componentes possuem intensidades próximas. São elas: Goss, Brass, CH e $\{113\}\langle 251\rangle$. No segundo mapeamento (Figura 20b), a componente Brass aparece de forma bastante intensa. No último mapeamento (Figura 20c), temos a componente CH como a mais forte. Note que a componente de textura $\{113\}\langle 251\rangle$ espalha para valores Φ mais altos, até cerca de 50° . Este conjunto de orientações denominado aqui como *fibra α deslocada* possui ângulos de Euler $\varphi_2 = 45^\circ$, $\varphi_1 = 10-25^\circ$ e $\Phi = 10-50^\circ$.

As Figuras 21a-b mostram a mesotextura do aço FSS-B com grãos grosseiros. Os contornos com diferença de orientação de até 20° foram marcados com uma *linha cinza* fina, entre 20° e 45° com *linha preta* e para diferença de orientação superior a 45° com *linha cinza grossa*. Os resultados foram organizados desta forma para que fosse possível comparar com os reportados na literatura (RAJMOHAN; SZPUNAR; HAYAKAWA, 1999). Observa-se nos dois mapas uma alta fração de contornos com diferença de orientação entre 20° e 45° distribuídos uniformemente na microtextura. Estes contornos não necessariamente estão associados aos grãos que cresceram anormalmente embora vários dos contornos destes grãos anormais estejam entre 20° e 45° . A análise cristalográfica de alguns grãos que cresceram anormalmente mostrou que a maioria possui orientação próxima a Brass e CH, como mostra a Figura 22. Para fins de comparação, as orientações ideais destas componentes são apresentadas. A fração de contornos entre 20 e 45° (Figura 23) no mapa 1 é cerca de 42,7%, enquanto que no mapa 2 é cerca de 44,5% (valores equivalentes). A fração de contornos de baixo ângulo foi de cerca de 18% em ambos os mapas, estes valores são justificados pela presença da textura pronunciada. Note que há um aumento na fração de contornos com diferença de orientação acima de 25° nos dois mapas. Um resultado similar foi reportado por Chang e colaboradores num estudo envolvendo recristalização secundária em um aço Fe-3%Si (CHANG, 2007). Com o objetivo de confrontar as linhas de pesquisa que tentam explicar qual é o papel da mesotextura no desenvolvimento da textura Goss em aços elétricos durante a recristalização secundária, os contornos especiais do tipo CSL também foram investigados. A Figura 24 mostra a frequência destes contornos na microestrutura mostrada nos mapas 1 e 2 da Figura 21. No mapa 1 a frequência de contornos CSL é de cerca de 5,5%, enquanto que no mapa 2 é cerca de 8,2%. Estes contornos estão distribuídos uniformemente na microestrutura e não apenas circundando os grãos que cresceram anormalmente.

Portanto, os resultados de mesotextura apresentados apóiam a idéia de que os contornos com diferença de orientação entre 20° e 45° atuam mais significativamente na recristalização secundária do que os contornos CSL pelos seguintes motivos:

- I. a fração dos contornos entre $20-45^\circ$ é elevada e está mais presente ao redor dos grãos que cresceram anormalmente;
- II. a fração de contornos do tipo CSL é baixa e apenas segmentos são observados delimitando os grãos que cresceram anormalmente.

Figura 20. Mapeamentos de EBSD convencional na metade da espessura (centro) do aço FSS-B com grãos grosseiros mostrando em detalhe os grãos que cresceram anormalmente: a-c) OIM das diferentes regiões mapeadas e suas respectivas ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2 constante).

Mapa 1

Mapa 2

Figura 21. Mesotextura do centro da amostra do aço FSS-B com grãos grosseiros mostrando em detalhe a distribuição dos contornos nos mapas 1 e 2. Os contornos com diferença de orientação de até 20° são marcados com linha cinza fina, entre 20° e 45° com linha preta e com linha cinza grossa para valores acima de 45°.

a)

b)

c)

Figura 22. Figuras de pólo $\{011\}$ dos grãos que cresceram anormalmente mostrados na Figura 21: a) orientação ideal; b) grãos selecionados a partir do mapa 1; c) grãos selecionados a partir do mapa 2.

Figura 23. Gráfico mostrando a mesotextura no centro para dois mapeamentos do aço FSS-B.

Figura 24. Contornos CSL para os dois mapeamentos do aço FSS-B (centro).

4.2.3 MACROTEXTURA

As ODFs das amostras recozidas a 1250°C por 2 h são mostradas na Figura 25. Os resultados obtidos mostram que a textura varia bastante da superfície para o centro. Note que a textura na superfície varou para os três aços investigados. Já a textura no centro permanece razoavelmente inalterada para os três aços investigados.

Na superfície (Figuras 25a-c), o aço FSS-A possui uma textura relativamente fraca, mas completa das componentes $\{001\}\langle uv0 \rangle$ com intensidade máxima em cubo girado. Nota-se que as componentes presentes no estado inicial (entre Goss e *Brass*) desapareceram após o recozimento. De modo diferente, o aço FSS-B conserva as componentes entre Goss e *Brass*, embora certo espalhamento ainda possa ser observado quando comparado às ODFs do estado inicial (Figura 16b). Dentre as componentes $\{001\}\langle uv0 \rangle$, as componentes Cubo e CH foram as únicas ainda presentes para o aço FSS-B. No aço FSS-C, apenas as componentes entre Goss e Brass foram preservadas, mas a máxima intensidade ficou deslocada cerca de 10° em Φ após o recozimento. Note que a componente Taylor presente antes do recozimento a 1250°C por 2 h desapareceu da superfície da amostra nos três aços.

Estes resultados mostraram que o aumento dos teores de nióbio e de intersticiais tende a preservar as componentes de textura encontradas na condição inicial, ou seja, componentes entre Goss e *Brass*. Já nas amostras com teores mais baixos (menor fração de partículas de Nb(C,N)), observa-se uma mudança pronunciada após a recristalização secundária, prevalecendo as componentes $\{001\}\langle uv0 \rangle$.

Para as amostras do centro (Figuras 25d-f), a componente de textura CH está presente de forma intensa nos três aços investigados. O aço FSS-A apresenta algumas componentes intensas da fibra α deslocada. Com menor intensidade, aparece a componente $\{011\}\langle 322 \rangle$. Para o FSS-B, a fibra α deslocada está mais completa. No aço FSS-C, as componentes CH e *fibra α deslocada* estão presentes. Comparando os resultados com a condição inicial, observa-se que as componentes de textura cubo girado e fibra α desaparecem para o surgimento das componentes de textura CH e fibra α deslocada. Para o aço FSS-C, as componentes de textura da fibra γ têm suas intensidades reforçadas.

Como reportado nos itens 4.2.1 e 4.2.2, a microestrutura após recozimento a 1250°C por 2 h é formada por grãos grosseiros que podem estar presentes tanto na superfície como no centro da amostra, portanto, estes grãos podem afetar tanto a macrotextura da superfície como a do centro. Note que as macrotexturas encontradas no centro e na superfície são similares

para o aço FSS-A (maior D), um pouco menos para o aço FSS-B e, por fim, completamente diferentes para o FSS-C. Estes resultados sugerem que as componentes Goss e *Brass* que apareceram na microtextura das amostras do aço FSS-B (centro) são efeitos locais associados aos grãos grosseiros anormais. Por outro lado, as componentes CH e fibra α deslocada são características da macrotextura após recozimento a 1250°C por 2 h na região central.

Figura 25. Macrotextura dos aços FSS-A, FSS-B e FSS-C na condição com grãos grosseiros representada na forma de ODFs utilizando as seções 0° e 45° de ϕ_2 constante. As ODFs seguem a notação de Bunge para os ângulos de Euler; a-c) região próxima à superfície da placa; d-f) centro da placa.

4.3 PLACAS LAMINADAS A FRIO

Nesta etapa, as placas dos aços com grãos grosseiros foram laminadas a frio em múltiplos passes até a redução de 80%. As curvas de encruamento foram levantadas para os aços FSS-A, FSS-B e FSS-C. A microestrutura das amostras com redução de 80% foi caracterizada via MEV. Com estes resultados, foi possível observar as heterogeneidades de deformação devido aos efeitos de orientação. Com a técnica de EBSD foi possível determinar o grau fragmentação dos grãos grosseiros presentes na microestrutura. Por fim, a evolução da microestrutura com a deformação também foi investigada.

4.3.1 CURVAS DE ENCRUAMENTO

O encruamento dos aços investigados neste trabalho foi avaliado com o auxílio dos resultados das medidas de microdureza Vickers. A Figura 26 mostra as curvas de encruamento para os aços investigados. Para o aço FSS-A, percebe-se que os valores de microdureza Vickers oscilam bastante com relação à curva de ajuste. De modo diferente, o aço FSS-C apresenta valores de microdureza Vickers mais próximos da curva de ajuste. Esta grande variação na microdureza Vickers é característica de metais com microestrutura constituída por bicristais, oligocristais ou por policristais com grãos grosseiros. A explicação deste comportamento está relacionada com os efeitos de orientação e com as subestruturas formadas após a deformação plástica. Tsuji e colaboradores reportam este comportamento para um aço inoxidável ferrítico com 19% em peso de cromo e com grãos colunares e grosseiros após redução de 70% na espessura. As medidas de microdureza Vickers feitas por Tsuji e colaboradores apresentaram cerca de 240 ± 10 HV para os grãos com orientação próxima de cubo, enquanto que os grãos com orientação próxima de cubo girado o valor foi de 200 ± 10 HV (TSUJI; TSUZAKI; MAKI, 1992). Sandim e colaboradores também observaram este efeito de orientação após laminação a frio de barras de tântalo (SANDIM; MARTINS; PADILHA, 2001; SANDIM et al., 2005) com microestrutura oligocristalina e em bicristais de nióbio (SANDIM et al., 2003b). Outro ponto relevante mostrado nestes artigos foi que os grãos mais subdivididos apresentaram os valores mais altos de dureza. Por outro lado, os grãos com orientação cubo girado, por exemplo, sofrem pouca fragmentação e tendem a apresentar os valores mais baixos de dureza.

Figura 26. Curvas de encruamento do aço AISI 430 com adição de nióbio após laminação a frio: a) FSS-A, b) FSS-B e c) FSS-C.

4.3.2 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL (REDUÇÃO DE 80%)

As micrografias das amostras com redução de 80% foram obtidas a partir da secção longitudinal das amostras (DN-DL). Todos os aços investigados apresentaram uma microestrutura bastante heterogênea.

A microestrutura do aço FSS-A laminado a frio é composta de poucos grãos grosseiros alongados em relação à DL, como mostra a Figura 27a. A subestrutura dentro destes grãos é bastante fina e constituída por bandas formando ângulo de 35° em relação à DL. A Figura 27b mostra com um pouco mais de detalhe estas bandas. Note que a disposição das regiões bandeadas é diferente de um grão para o outro. Para o aço FSS-B é possível observar grãos menos grosseiros ao longo de DL, como mostra a Figura 28a. Observa-se que o primeiro grão na parte superior apresenta uma subestrutura bandeada bastante fina também formando ângulo de 35° em relação à DL. Diferentemente, os grãos adjacentes possuem uma estrutura bandeada mais grosseira, porém com mesma inclinação em relação à DL. Outro fato relevante observado foi que os grãos se subdividem de forma diferente. A Figura 28b mostra duas regiões bandeadas distintas dentro do mesmo grão. Este resultado sugere que diferentes sistemas de deslizamento em diferentes partes do mesmo grão estão sendo ativados, uma vez que as restrições impostas pelos grãos vizinhos variam localmente. Já para o aço FSS-C, foi possível observar uma subestrutura ainda mais fina que as observadas nos outros aços (Figura

29). Por outro lado, próximo à região do contorno de grão, observa-se um bandejamento mais grosseiro. O grão inferior desenvolveu uma subestrutura menos fragmentada. Note que bandas de cisalhamento não foram observadas em nenhum dos aços investigados. Os bandeamentos observados estavam limitados ao interior de cada grão grosseiro.

A literatura reporta que metais com microestrutura formada por grãos grosseiros deformam plasticamente de forma heterogênea. Portanto, as heterogeneidades de deformação tais como as bandas de transição e de deformação são bastante comuns nesta situação e desempenham um papel importante na recristalização destes metais (TSUJI; TSUZAKI; MAKI, 1992, 1993, 1994). O tipo de heterogeneidade de deformação formado está relacionado com a sua disposição na microestrutura e a ψ das regiões adjacentes. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). A subdivisão de cada grão também é outro ponto relevante, pois reflete a quantidade de energia armazenada. Os grãos bastante fragmentados tendem a recristalizar prontamente com o recozimento, enquanto que os grãos que se deformam homogeneamente são consumidos durante o processo (SANDIM; RAABE, 2004). A discussão acerca do tipo de heterogeneidade e da fragmentação dos grãos grosseiros é bastante relevante e será apresentada no item 4.3.3 o qual contém informações de natureza cristalográfica (medidas de EBSD).

a)

b)

Figura 27. Exemplos de efeitos de orientação na condição laminado a frio (redução de 80%) em amostras do aço FSS-A (MEV-BSE). A DL é paralela à horizontal.

a)

b)

Figura 28. Exemplos de efeitos de orientação na condição laminado a frio (redução de 80%) em amostras do aço FSS-B (MEV-BSE). A DL é paralela à horizontal.

a)

b)

Figura 29. Exemplos de efeitos de orientação na condição laminado a frio (redução de 80%) em amostras do aço FSS-C: a) duas regiões fragmentadas de forma bastante distintas, b) ampliação da região bastante fragmentada do item (a) (MEV-BSE). A DL é paralela à horizontal.

4.3.3 MICROTTEXTURA DE DEFORMAÇÃO

A microtextura de deformação das amostras do aço FSS-B com reduções de até 80% foi determinada por meio de medidas de EBSD. Para as amostras com reduções entre 20% e 60% foi possível investigar o grau de fragmentação e o tipo de bandejamento formado. Já para as amostras com redução de 80%, além da fragmentação da matriz, a microtextura na região ao redor das partículas de Nb(C,N) também foi caracterizada. Para investigar essas regiões com detalhe, medidas de EBSD de alta resolução foram realizadas. A microtextura de deformação foi medida a partir do plano longitudinal (DN-DL) das amostras. A orientação das regiões deformadas foi determinada com o auxílio das figuras de pólo $\{011\}$. Perfis de desorientação traçados ao longo de uma linha teste foram utilizados tanto na matriz deformada como nas regiões ao redor das partículas. A fragmentação da subestrutura foi determinada com o auxílio da curva *ponto a ponto* e a desorientação acumulada foi medida utilizando a curva *ponto à origem*.

4.3.3.1 REDUÇÕES ENTRE 20 E 60% (MEDIDAS DE EBSD CONVENCIONAL)

Dois mapeamentos de EBSD distintos para o aço FSS-B com redução de 20% são mostrados nas Figuras 30 e 31. Note que, em ambos os mapeamentos, a microestrutura consiste de grãos grosseiros pouco fragmentados e com suas formas originais ainda mantidas. No primeiro mapeamento (Figura 30a), observa-se as bandas de transição próximas à região de contorno de grão nos grãos com orientação $(0\bar{1}2)[\bar{3}2\bar{1}]$ e $(00\bar{1})[\bar{2}10]$, indicados na OIM com os números 1 e 3, respectivamente. De modo diferente, o grão 2 com orientação $(112)[\bar{1}\bar{3}1]$ deformou-se de forma homogênea. No segundo mapeamento, mostrado na Figura 31a, observa-se que os grãos se deformaram de maneira bastante homogênea. Com exceção do grão 1 que acumula uma desorientação com relação à origem da linha teste de aproximadamente 18° para acomodar a deformação plástica (Figura 31b). Para o grão 2, o perfil de desorientação da Figura 31c mostra uma desorientação acumulada de aproximadamente 10° na subestrutura. Nos dois perfis de desorientação, nota-se que a fragmentação do cristal é menor que 5° (curva ponto a ponto). Portanto, estes resultados mostraram que a energia armazenada para esta deformação é muito baixa.

Para o aço FSS-B com redução de 40%, duas regiões distintas também foram mapeadas. A primeira região mapeada é apresentada na Figura 32a. Neste mapeamento, percebe-se claramente dois grãos adjacentes com fragmentação bastante distintas. Enquanto o grão 1 com orientação $(130)[\bar{3}12]$ apresenta uma subestrutura bastante fragmentada, o grão 2 com orientação $(110)[\bar{1}\bar{1}0]$ não apresenta bandejamento, o que indica uma deformação mais

homogênea neste grão. As bandas presentes no grão 1 são predominantemente formadas por contornos de baixo ângulo, portanto bandas de transição. No entanto, alguns segmentos com caráter de alto ângulo também foram observados, como mostrado no perfil de desorientação na Figura 32d. Estes contornos de alto ângulo podem estar relacionados às zonas de deformação das partículas de Nb(C,N). No segundo mapeamento (Figura 33), diferentes grãos apresentando distinta fragmentação foram investigados. Os grãos 1 e 2, separados por um contorno de baixo ângulo, possuem orientações próximas a $(001)[3\bar{2}0]$ e $(001)[3\bar{5}0]$, respectivamente (Figuras 33b-c). Note que para o grão 1, a subdivisão apresenta-se ao longo de todo o grão, enquanto que para o grão 2, a fragmentação ainda que discreta ocorre próximo ao contorno de grão. Ambos os grãos possuem em suas subestruturas apenas contornos de baixo ângulo. Os perfis de desorientação ao longo dos grãos 2 e 3 são mostrados nas Figuras 34a-b. Note que a desorientação máxima com relação à origem da linha teste é menor do que 15° para ambos os perfis. No entanto, o grão 3, com orientação $(112)[3\bar{5}1]$, aumenta sua desorientação progressivamente ao longo da linha teste. Por fim, o grão 4 está pouco subdividido, porém apresenta uma desorientação em relação à origem da linha teste de aproximadamente 15° (Figura 34c). Portanto, as amostras com 40% de redução apresentam uma fragmentação bastante razoável quando comparadas com as 20% deformadas. Bandas de deformação foram observadas com razoável ψ entre as regiões bandeadas, no entanto, bandas de deformação não foram observadas nestes mapeamentos.

Nos mapeamentos de EBSD das amostras com redução de 50%, a formação de contornos de alto ângulo entre as regiões bandeadas foi observada. No primeiro mapeamento (Figura 35a), a formação de contornos de alto ângulo é visível nos grãos 1 e 3 com orientação próxima a $(001)[1\bar{2}0]$, respectivamente. O grão 2 $(1\bar{1}1)[\bar{1}01]$ orientado e o grão 4, ambos deformam-se de maneira mais homogênea. Os perfis de desorientação dos grãos 1, 3 e 4 são mostrados na Figura 36. Note que os grãos 1 e 3 apresentaram contornos de alto ângulo com desorientação próxima de 25° . É bastante razoável presumir que estes segmentos de alto ângulo presentes nos grãos 1 e 3 representam o início da formação de bandas de deformação, ou seja, caráter de alto ângulo na região limite entre as bandas. Portanto, o aumento do grau de deformação pode levar a rotações maiores dos cristais e conseqüentemente a formação de bandas de deformação nos grãos orientados desta maneira. Estas regiões bastante desorientadas desempenham um papel fundamental na recristalização, atuando como sítios preferenciais para a nucleação da recristalização. Portanto, estas regiões bastante

fragmentadas são sítios para a recristalização. Já bem menos fragmentado, o grão 4 possui uma desorientação máxima de 12° ao longo da linha teste.

No segundo mapeamento (Figura 37), quatro grãos ao longo da espessura foram investigados quanto à subdivisão e à cristalografia. Cada grão apresentou um grau de fragmentação bastante distinto. Os grãos 1 e 2, com orientações $(100)[0\bar{1}2]$ e $(120)[\bar{2}12]$, respectivamente, deformaram-se de maneira relativamente homogênea. Os perfis de desorientação são mostrados nas Figuras 38a-b. De modo geral, apenas contornos de baixo ângulo foram observados ao longo da linha teste. Para o grão 3, com orientação $(001)[1\bar{1}0]$, a presença de bandas de deformação com orientação próxima a $(\bar{2}34)[1\bar{2}2]$ foi observada (Figura 37d). O perfil de desorientação (Figura 38c) mostra que estas bandas de deformação apresentam contornos de alto ângulo de cerca de 35° . Ou seja, a orientação cubo girado sofreu uma rotação de 35° com relação à DT, desprezando os desvios da orientação ideal, temos a orientação $(\bar{1}12)[1\bar{1}1]$. A formação de bandas de deformação em grãos cubo girado não foi observada na literatura pesquisada. Vários autores reportaram que a componente cubo girado é bastante forte e estável nos metais ccc laminados a frio (PARK; LEE; GOTTSTEIN, 1998; RAABE, 1995). Vandermeer e Snyder em um estudo em amostras de monocristais de tântalo laminados a frio obtiveram estes mesmo resultados após redução a frio de cerca de 80% (VANDERMEER; SNYDER, 1979). Raabe e colaboradores observaram também esta estabilidade da orientação cubo girado em amostras oligocristalinas de tântalo obtidas via fusão por feixe eletrônico (RAABE et al., 1994). Estes grãos possuem baixa energia armazenada, fraca tendência de formas núcleos de recristalização durante o recozimento e são consumidos durante a recristalização pelos grãos adjacentes. Por outro lado, alguns resultados da literatura reportam a instabilidade da orientação cubo girado em amostras de nióbio policristalino laminado a frio. Vandermeer e Ogler estudaram a formação da textura de laminação em nióbio utilizando DRX. Os resultados obtidos mostraram que a maioria dos grãos cubo girado eram realmente estáveis mesmo após cerca de 90% de redução a frio. No entanto, observou-se que alguns grãos cubo girado giravam durante a deformação, cerca de 35° na DN, para a orientação $(112)[1\bar{1}0]$ (VANDERMEER; OGLE, 1968). A formação de bandas de deformação não foi investigada pelos autores.

Os resultados obtidos nesta Tese de Doutorado foram comparados com os de Vandermeer e Ogler. Pode-se observar claramente que os resultados diferem quanto à direção de rotação. Em um trabalho para aços ferríticos inoxidáveis contendo 16% em peso de cromo, Hölscher e colaboradores atribuem o aumento da intensidade da componente cubo girado na

superfície devido à rotação de cerca de 35° em relação à DT da componente de cisalhamento $\{112\}\langle 111\rangle$ (HÖLSCHER; RAABE; LÜCKE, 1991). Nesta Tese de Doutorado, uma rotação em relação à DT, mas no sentido inverso, foi observada para a formação da banda de deformação no grão cubo girado (grão original). Vale ressaltar que este é o comportamento de um grão que é restringido pelos seus vizinhos durante a deformação plástica, diferentemente do observado por Hölscher e colaboradores (textura). Portanto, diante dos resultados expostos e discutidos, dois tipos de grãos cubo girado podem ser considerados:

- I. Aqueles que não sofrem rotação durante o processo de deformação plástica;
- II. Outros que ainda precisam girar para alcançar a orientação final mais estável.

Na parte inferior da microestrutura, o grão 4 está $(25\bar{1})[\bar{1}0\bar{2}]$ orientado. Apenas bandas de transição foram formadas e segmentos de baixo ângulo foram observados de forma predominante no perfil de desorientação (Figura 38d).

As Figuras 39 e 40 mostraram os resultados de EBSD para a amostra do aço FSS-B com redução de 60%. Três grãos grosseiros distintos foram investigados. Observando a OIM (Figura 39a) juntamente com as figuras de pólo $\{011\}$ discretas (Figuras 39b-d), nota-se que cada grão fragmenta-se bastante e de forma distinta, evidenciando os efeitos de orientação. O menos fragmentado foi o grão 1 com orientação $(001)[1\bar{1}0]$, apresentado discretas bandas de transição na região próxima ao contorno de grão. Note que este grão cubo girado deforma-se de maneira mais homogênea, quando comparado com o apresentado no mapeamento de EBSD da Figura 37a. Por outro lado, o grão 2 está bastante subdividido com um grande espalhamento de orientações que variam desde a orientação original $(\bar{3}72)[203]$ até a região bandeada $(043)[5\bar{6}8]$. As bandas de deformação neste grão possuem contornos de alto ângulo que atingem a desorientação de cerca de 35° , como mostra o perfil de desorientação da Figura 40a. A rotação do grão 2 na DT é observada na figura de pólo $\{011\}$ (Figura 39c). Estes resultados sugerem que existe uma relação de orientação entre os grãos originais e as bandas de deformação de modo que, durante a laminação a frio, uma parte do grão gira na DT. Por fim, o grão 3 possui orientação $(423)[\bar{1}\bar{1}2]$. Observa-se no perfil de desorientação (Figura 40b) a presença de contornos de baixo ângulo e outros com caráter de alto ângulo.

Estes resultados de EBSD do estado deformado evidenciaram os efeitos de orientação. Com o aumento da deformação, alguns grãos tornaram-se bastante fragmentados e a presença de bandas de deformação torna-se evidente nas amostras deformadas a partir de 50% de redução.

Figura 30. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com redução de 20% mostrando: a) OIM (mapa 1), as figuras de pólo $\{011\}$ correspondente: b) ao grão 1, c) ao grão 2 e d) ao grão 3, respectivamente.

Figura 31. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com redução de 20% mostrando: a) OIM (mapa 2), b) perfil de desorientação ao longo do grão 1 e c) perfil de desorientação ao longo do grão 2.

Figura 32. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com redução com 40% de redução na espessura, mostrando: a) OIM (mapa 1), as figuras de pólo {011} correspondente: b) ao grão 1, c) ao grão 2 e d) perfil de desorientação ao longo do grão 1.

Figura 33. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com 40% de redução na espessura, mostrando: a) OIM (mapa 2), as figuras de pólo $\{011\}$ correspondente: b) ao grão 1, c) ao grão 2 e d) ao grão 3, respectivamente.

a)

b)

c)

Figura 34. Perfis de desorientação indicados no OIM da Figura 33: a) ao longo do grão 1, b) ao longo do grão 3 e c) ao longo do grão 4, respectivamente.

Figura 35. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com 50% de redução na espessura, mostrando: a) OIM (mapa 1), figuras de pólo $\{011\}$ correspondente: b) ao grão 1, c) ao grão 2 e d) ao grão 3, respectivamente.

a)

b)

c)

Figura 36. Perfis de desorientação dos grãos do mapa 1 indicados na Figura 35a: a) ao longo do grão 1, b) ao longo do grão 3 e c) ao longo do grão 4, respectivamente.

Figura 37. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com 50% de redução na espessura, mostrando: a) OIM (mapa 2), as figuras de pólo $\{011\}$ correspondente: b) ao grão 1, c) ao grão 2, d) ao grão 3 e e) ao grão 4, respectivamente.

a)

b)

c)

d)

Figura 38. Perfis de desorientação ao longo da linha teste para os grãos do mapa 2 indicados na Figura 37a: a) grão 1, b) grão 2, c) grão 3 e d) grão 4, respectivamente.

Figura 39. Mapeamento de EBSD convencional do aço FSS-B com redução de 60%, mostrando: a) OIM, as figuras de pólo {011} correspondente ao: b) grão 1, c) grão 2 e d) grão 3, respectivamente.

a)

b)

Figura 40. Perfis de desorientação ao longo da linha teste dos grãos com redução de 60% indicados na Figura 39a: a) grão 2 e b) grão 3, respectivamente.

4.3.3.2 REDUÇÃO DE 80% (MEDIDAS DE EBSD DE ALTA RESOLUÇÃO)

Neste item, cinco regiões diferentes na amostra do aço FSS-B com redução de 80%, próximas às partículas de Nb(C,N), foram mapeadas utilizando a técnica de EBSD de alta resolução. Vale ressaltar que as partículas de Nb(C,N) que possuem estrutura cristalina cfc não foram indexadas, portanto, aparecem como regiões escuras nos mapeamentos.

O primeiro mapeamento de EBSD de alta resolução (Figura 41) mostra uma partícula quase esférica de Nb(C,N) numa matriz deformada com orientação (001)[430] muito próxima à cubo girado (Figura 42a). A zona de deformação formada ao redor da partícula de Nb(C,N) apresentou três regiões distintas que são mostradas nas figuras de pólo {011} da Figura 42. A região 1 apresentou orientação similar a matriz deformada. A região 2 apresentou uma rotação de cerca de 10° em relação à DT. Já a região 3 que está circundando a partícula de Nb(C,N) possui uma orientação próxima a (423)[304], ou seja, experimentou uma rotação de cerca de 55° em relação à DT e de cerca de 30° em relação à DN. Os perfis de desorientação ao longo das linhas teste (D1 e D2) mostram que a desorientação acumulada atinge valores entre 40 e 55° nas regiões próximas a partícula (Figura 43). Para a matriz deformada, a desorientação acumulada atingiu 10° e a fração de contornos de baixo ângulo é muito baixa. O resultado obtido sugere que as partículas de Nb(C,N) atuam como o único sítio para a nucleação da recristalização (PSN) neste grão grosseiro.

A partir do mapeamento de EBSD de alta resolução da Figura 44, observou-se que a matriz com orientação (001)[110] possui apenas alguns segmentos de baixo ângulo. No entanto, duas regiões bandeadas adjacentes e dispostas ao longo da DL (regiões 2 e 3) foram observadas além da zona de deformação ao redor da partícula de Nb(C,N) (região 1). As figuras de pólo {011} mostradas na Figura 45 revelaram que as regiões bandeadas possuem a mesma orientação $(\bar{1}\bar{1}1)[112]$ da zona de deformação ao redor da partícula de Nb(C,N). A variação de orientação entre estas orientações é de cerca de 55° em relação à DT e pode ser observada no perfil de desorientação ao longo da linha teste vertical mostrada na Figura 44e. Note que esta rotação em relação à DT já foi observada num grão bandeado cubo girado (grão 3) indicado na Figura 37. Para aquela deformação de 50%, a matriz girou cerca de 35°, enquanto que para a deformação de 80%, a desorientação aumentou para 55° entre matriz e região bandeada. Rotações em relação à DN não foram observadas. Estes resultados sugerem que o aumento da desorientação foi necessário para acomodar a deformação heterogênea imposta ao grão grosseiro original.

Figura 41. Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% mostrando a zona de deformação ao redor de uma partícula de Nb(C,N) numa matriz deformada com orientação próxima à cubo girado. Todo o campo mapeado nesta figura encontra-se no interior de um único grão grosseiro.

Figura 42. Figuras de pólo $\{011\}$ correspondentes às regiões indicadas na Figura 41: a) matriz deformada, b) região 1, c) região 2 e d) região 3, respectivamente.

a)

b)

Figura 43. Perfis de desorientação ao longo da linha teste das regiões indicadas na Figura 41: a) diagonal 1 – D1 e b) diagonal 2 – D2, respectivamente.

Figura 44. Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% mostrando a zona de deformação ao redor de uma partícula de Nb(C,N) e uma outra região bandada na matriz deformada com orientação cubo girado. Todo o campo mapeado nesta figura encontra-se no interior de um único grão grosseiro.

Figura 45. Figuras de pólo {011} correspondentes às regiões indicadas na Figura 44: a) matriz deformada, b) região 1, c) região 2, d) região 3 e e) perfil de desorientação ao longo da linha teste indicada na Figura 44.

Para o terceiro mapeamento de EBSD de alta resolução (Figura 46), quatro regiões distintas puderam ser observadas na zona de deformação ao redor de uma partícula esférica de Nb(C,N). Note que a matriz possui orientação $(001)[210]$ (Figura 47a) e fração maior de contornos de baixo ângulo (indicada pelas linhas brancas na OIM) quando comparada com a orientação $(001)[110]$. A análise das figuras de pólo $\{011\}$ (Figura 47) mostrou que cada região experimentou uma rotação distinta em relação à DT e DN respectivamente. A região 1 sofreu pouca rotação e possui uma orientação bastante próxima a da matriz deformada. As regiões 2 e 3 possuem orientações $(221)[\bar{5}42]$ e $(121)[\bar{5}21]$, respectivamente. Estas regiões indicadas nas Figuras 47c-d sofreram rotação apreciável de cerca de 30° e 40° em relação à matriz deformada, respectivamente. A região 4 possui orientação próxima a $(021)[\bar{3}\bar{1}2]$ e sofreu rotação de cerca de 50° e 30° em relação à DT e à DN, respectivamente. Os perfis de desorientação acumulada mostram a desorientação destas regiões deformadas com relação à matriz deformada (Figura 48).

Para o quarto mapeamento de EBSD de alta resolução (Figura 49), a matriz deformada possui orientação $(\bar{1}11)[1\bar{2}3]$ pertencente a fibra γ e está bastante subdividida por contornos de baixo ângulo. As zonas de deformação ao redor das três partículas de Nb(C,N) foram investigadas. Estas regiões experimentaram as mesmas rotações em relação à matriz deformada (regiões 1 e 2 da Figura 49). A análise das figuras de pólo $\{011\}$ indicou que as zonas de deformação sofreram rotação de 40° na DT atingindo a orientação $(001)[110]$ (Figuras 50c-d). A formação de regiões bandeadas na matriz foi observada (região 3). Estes bandeamentos estão dispostos a 35° na DL e possuem uma desorientação com a matriz deformada de 45° (rotação na DT). Os sentidos de rotação na zona de deformação e na região bandeada foram opostos. A figura de pólo $\{011\}$ revelou que a região bandeada possui orientação $(110)[001]$ (Figura 50b). Este resultado sugere que estas regiões bandeadas são sítios efetivos para a nucleação de grão Goss durante o recozimento. A desorientação da matriz deformada próxima às bandas e às partículas pode ser observada na Figura 51.

O quinto mapeamento de EBSD de alta resolução (Figura 52) mostra a zona de deformação ao redor de uma partícula facetada de Nb(C,N). As regiões de aresta (região 1) e face (região 2) apresentaram rotações distintas em relação à matriz deformada com orientação $(322)[01\bar{1}]$. A região 1 apresenta orientação $(0\bar{1}1)[322]$, enquanto que a região 2 apresenta orientação próxima da matriz deformada, com desorientação acumulada de 10° na DT (Figura 53). Já as regiões próximas às arestas da partícula apresentam curvaturas com relação à matriz deformada de cerca de 55° com relação à DT (Figura 54).

Figura 46. Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% mostrando a zona de deformação ao redor de uma partícula esférica de Nb(C,N) na matriz deformada com orientação CH. Todo o campo mapeado nesta figura encontra-se no interior de um único grão grosseiro.

Figura 47. Figuras de pólo {011} correspondentes às regiões indicadas na Figura 46: a) matriz deformada, b) região 1, c) região 2, d) região 3 e e) região 4, respectivamente.

Figura 48. Perfis de desorientação ao longo da linha teste das regiões indicadas na Figura 46: a) diagonal 1 – D1 e b) diagonal 2 – D2, respectivamente.

Figura 49. Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% mostrando a zona de deformação ao redor de três partículas de Nb(C,N) numa matriz deformada com orientação (111)[123]. Todo o campo mapeado por EBSD e mostrado nesta figura encontra-se no interior de um único grão grosseiro.

Figura 50. Figuras de pólo {011} correspondentes às regiões indicadas na Figura 49: a) matriz deformada, b) região 3, c) região 2, d) região 1.

Figura 51. Perfis de desorientação ao longo da linha teste das regiões indicadas na Figura 49: a) linha horizontal b) diagonal 1 – D1 e c) diagonal 2 – D2, respectivamente.

Figura 52. Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% mostrando a zona de deformação ao redor de uma partícula facetada de Nb(C,N) numa matriz deformada com orientação próxima a (322)[011]. Todo o campo mostrado nesta figura encontra-se no interior de um único grão grosseiro.

Figura 53. Figuras de pólo {011} correspondentes às regiões indicadas na Figura 52: a) matriz deformada, b) região 1, c) região 2.

Figura 54. Perfis de desorientação ao longo da linha teste das regiões indicadas na Figura 52: a) diagonal 1 – D1 e b) diagonal 2 – D2, respectivamente.

Os resultados obtidos com os mapeamentos EBSD de alta resolução mostram a microestrutura ao redor das partículas de Nb(C,N) frente à deformação. Rotações importantes são observadas nas zonas de deformação ao redor das partículas. Embora a orientação final seja distinta para cada zona de deformação, uma rotação sistemática em relação à DT foi observada em todos os mapas. Estas rotações na DT foram demonstradas teoricamente por Hölscher e colaboradores num artigo que descreve matematicamente a relação entre as componentes de textura de laminação e de cisalhamento em metais ccc e cfc (HÖLSCHER; RAABE; LÜCKE, 1994). As rotações em relação à DN observadas em algumas regiões da matriz deformada não são reportadas por Hölscher e colaboradores. Estas rotações estão relacionadas às restrições impostas pelos grãos vizinhos e refletem o comportamento de um grão isolado. A descrição matemática proposta representa o comportamento coletivo dos grãos deformados em condições de cisalhamento (deformação heterogênea).

Durante a laminação a frio, as componentes de textura de laminação são obtidas em condições de deformação plana (*plane strain*) com pouca redução em cada passe. Por outro lado, as componentes de cisalhamento são produzidas por deformações cisalhantes (*shear deformation*) aumentando-se a redução por passe de modo que, próximo à superfície da placa, as tensões cisalhantes tornam-se bastante pronunciadas. Vale ressaltar que as tensões cisalhantes são resultantes do atrito entre os cilindros de laminação e o metal. A Tabela 5 mostra os índices de Miller $\{hkl\}<uvw>$ das principais componentes de laminação e cisalhamento presentes num aço Fe-16%Cr (ccc) e no alumínio (cfc). Nota-se que as componentes de laminação e cisalhamento são iguais quando os índices de Miller são simplesmente trocados – $\{uvw\}<hkl>$. Nota-se também que as componentes de laminação no Fe-16%Cr são as mesmas componentes de cisalhamento no alumínio e vice-versa. Estas relações de orientação são alcançadas com a rotação de 90° na DT.

A laminação a frio das placas ocorreu em condições próximas a *plane strain* para o diâmetro do cilindro utilizado (380 mm) e as pequenas reduções aplicadas em cada passe (5-10%). No entanto, a presença de partículas grosseiras e indeformáveis de Nb(C,N) na microestrutura cria a condição necessária para que tensões cisalhantes surjam nas zonas de deformação ao redor das partículas. O quanto cada zona de deformação gira em relação à DT varia para cada um dos mapeamentos de EBSD de alta resolução (variação nas condições locais). Este giro depende da deformação aplicada, da orientação do grão original, do tamanho e da geometria da partícula. Nos casos onde estas zonas de deformação experimentam altas deformações cisalhantes, a estabilidade do cristal será atingida após rotação de 90° em relação à DT. Esta nova orientação do cristal pode ser denominada *orientação final*.

Tabela 5 - Principais componentes de textura para o aço inoxidável Fe-16%Cr e o alumínio após laminação em condições de deformação plana e em condições de cisalhamento.

Metais	Componentes de laminação	Componentes de cisalhamento
Fe-16%Cr (ccc)	{001}<110>	{011}<100>
	{112}<110>	{011}<211>
	{111}<110>	{011}<111>
	{111}<112>	{211}<111>
Al (cfc)	{011}<100>	{001}<110>
	{011}<211>	{112}<110>
	{011}<111>	{111}<110>
	{211}<111>	{111}<112>

4.3.4 MACROTEXTURA DE DEFORMAÇÃO

As ODFs (seções 0° e 45° de φ_2 constante) das amostras laminadas a frio com reduções de 40, 60 e 80% são mostradas nas Figuras 55, 56 e 57, respectivamente.

As amostras da superfície com 40% de redução (Figuras 55a-c) apresentaram componentes de textura semelhantes, porém com intensidades distintas. As componentes pertencentes à fibra α são as mais intensas. Para os aços FSS-A e FSS-B, a fibra α é completa. Para o aço FSS-C, a componente cubo girado aparece de forma mais intensa. As componentes Goss, CG e algumas componentes da fibra γ também foram observadas, porém com baixa intensidade. O fortalecimento da textura cubo girado no aço FSS-C pode ser explicado pela presença da componente de textura Goss na condição com grãos grosseiros. Segundo Raabe e colaboradores, a orientação Goss é instável e pode girar na DT tanto para a orientação cubo girado como para a orientação $(111)[1\bar{2}1]$ durante a deformação plástica (RAABE; LÜCKE, 1993). Este artigo cita também que estas rotações distintas dentro do grão Goss podem favorecer a formação de bandas de transição. Para a macrotextura do centro (Figura 55d-f), as componentes de textura são semelhantes, mas com intensidades distintas. O aço FSS-A apresenta a componente $\{223\}<110>$ da fibra α bastante intensa. A fibra γ apresentou-se incompleta e possui média intensidade. Outra componente presente é a CH, porém de forma mais discreta. Já nos aços FSS-B e FSS-C, a componente CH é intensa, acompanha das componentes da fibra α deslocada e fibra γ . Para o aço FSS-C, a fibra γ aparece completa.

Nas amostras com reduções de 60% (Figura 56) e 80% (Figura 57), a macrotextura não varia significativamente ao longo da espessura. Tanto na superfície como no centro, as componentes pertencentes à fibra α e fibra γ estão presentes de forma intensa. Note que com o aumento da deformação, a componente CH vai se enfraquecendo enquanto que a componente cubo girado é fortalecida. Para as amostras com redução de 60%, alguns desvios de cerca de 10° em ϕ_1 podem ser observados para a orientação cubo girado. Outro ponto relevante, é que as componentes das fibras α e γ voltaram a ficar mais pronunciadas na condição laminada a frio, diferentemente da condição com grãos grosseiros. Isto é explicado pelo fato destas componentes serem típicas de laminação (SCHLIPPENBACH; EMREN; LÜCKE, 1986; HÖLSCHER; RAABE; LÜCKE, 1994; TIKHOVSKIY; RAABE; ROTERS, 2006). Os aços FSS-C e FSS-R apresentaram componentes de laminação bastante próximas e com a fibra γ completa.

Embora as regiões ao redor das partículas de Nb(C,N) possuam componentes típicas de cisalhamento, estas componentes não foram observadas nas macrotexturas de deformação. Isto pode ser explicado devido à baixa fração de precipitados e ao limitado alcance das zonas de formação (cerca de alguns micrometros). Próximo à superfície da chapa também não foi observado componentes cisalhantes, o que indica que a laminação ocorreu em condições bastante homogêneas e o estado de deformação plana (*plane strain*) pode ser considerado.

a) Superfície

d) Centro

FSS-A

b) Superfície

e) Centro

FSS-B

c) Superfície

f) Centro

FSS-C

Figura 55. ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2 constante) das amostras com redução de 40%. As ODFs seguem a notação de Bunge para os ângulos de Euler: a-c) superfície, d-f) centro.

a) Superfície

d) Centro

FSS-A

b) Superfície

e) Centro

FSS-B

c) Superfície

f) Centro

FSS-C

Figura 56. ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2 constante) das amostras com redução de 60%. As ODFs seguem a notação de Bunge para os ângulos de Euler: a-c) superfície, d-f) centro.

FSS-A

a) Superfície

e) Centro

FSS-B

b) Superfície

f) Centro

FSS-C

c) Superfície

g) Centro

FSS-R

d) Superfície

h) Centro

Figura 57. ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2 constante) das amostras com redução de 80%. As ODFs seguem a notação de Bunge para os ângulos de Euler: a-d) superfície, e-h) centro.

4.4 PLACAS RECOZIDAS (RECRISTALIZAÇÃO PRIMÁRIA)

4.4.1 CURVAS DE AMOLECIMENTO ISÓCRONAS

A Figura 58 apresenta as curvas de amolecimento isócronas (15 min) para as amostras dos aços FSS-A, FSS-B e FSS-C laminados a frio com redução de 80%. O amolecimento começa ocorrer por volta de 650°C (início da recrystalização). Note que devido aos efeitos de orientação em função do tamanho de grão das amostras, o espalhamento dos resultados das medidas de dureza é relativamente grande e influencia o ajuste das curvas. O aço FSS-C amolece mais pronunciadamente em temperaturas inferiores aos outros aços em estudo. Isto é devido ao tamanho de grão mais refinado e a presença da fibra γ de forma intensa, portanto, a energia armazenada durante a deformação plástica foi maior.

Por volta de 850°C, a recrystalização se conclui e todas as amostras não apresentam mudança significativa na dureza. Deste modo, observou-se que o melhor intervalo para estudar a cinética de recrystalização está entre as temperaturas de 650°C e 850°C.

Figura 58. Curvas de amolecimento para as amostras dos aços AISI 430 com adição de nióbio (FSS-A, FSS-B e FSS-C). As linhas tracejadas indicam o intervalo no qual a recrystalização ocorre para as três composições investigadas.

4.4.2 CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA E MICROTTEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO

A evolução da fração recristalizada – f_{rx} com a temperatura de recozimento e a distribuição dos novos grãos na microestrutura foram acompanhadas via MEV no modo de BSE e de suas componentes via EBSD convencional. Estes mapeamentos auxiliaram na identificação das componentes de microtextura associadas às regiões recristalizadas e também das regiões predominantemente recuperadas. As componentes de textura foram representadas por ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2 constante) para as regiões recristalizadas e figuras de pólo para as regiões recuperadas. Com base nos resultados das curvas de amolecimento, a caracterização microestrutural foi feita para o intervalo temperatura de 650 até 850°C e as medidas de microtextura foram feitas para as amostras recozidas a 725, 800 e 850°C.

4.4.2.1 AÇO FSS-A

Como mostra a Figura 58, o amolecimento se iniciou por volta de 650°C, porém a análise da micrografia do aço FSS-A revelou que microestrutura está recuperada (Figura 59a). No entanto, a amostra recozida a 725°C apresentou uma microestrutura parcialmente recristalizada bastante heterogênea, como mostra a Figura 59b. A Figura 59c mostra uma outra região bem mais recristalizada. No grão superior da micrografia fica claro que a nucleação ocorreu nas regiões bandeadas. Note que o grão grosseiro na parte inferior da micrografia foi totalmente recristalizado. Este resultado mostra que a recristalização de cada grão grosseiro está associada à energia armazenada durante a deformação. Esta energia armazenada depende da orientação do grão. Tsuji e colaboradores reportaram que grãos cubo possuem bandas de deformação mais finas e recristalização mais facilmente (TSUJI; TSUZAKI; MAKI, 1993). Já os grãos cubo girado deformam de forma mais homogênea, portanto, possuem baixa energia armazenada e tendem a recuperar. A Figura 60a mostra em detalhe a nucleação da recristalização nas regiões bandeadas, observou-se que PSN também é evidente. A 750°C (Figura 60b), a recristalização apenas se iniciou para alguns grãos, enquanto que para outros já avançou bastante, evidenciando os *efeitos de orientação*. Por outro lado, a Figura 60c mostra que a 800°C a recristalização é bastante avançada. Alguns grãos na parte superior da micrografia ainda estão parcialmente recristalizados, mas no resto da microestrutura a recristalização é completa e o tamanho e a morfologia dos grãos variam de uma região para outra.

a) 650°C

b) 725°C

c) 725°C

Figura 59. Micrografias do aço FSS-A com redução de 80% e recozimento isócrono por 15 min mostrando o início da recristalização. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é paralela à horizontal.

a) 725°C

b) 750°C

c) 800°C

Figura 60. Micrografias do aço FSS-A com redução de 80% e recozimento isócrono por 15 min. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é paralela à horizontal.

A região da amostra a 800°C que ainda está parcialmente recristalizada é mostrada com detalhe na Figura 61a. Na parte superior da amostra, a região com bandejamento grosseiro ainda estão apenas no início da recristalização. Observe que os grãos recristalizados tendem a crescer preferencialmente na direção destas bandas. Mesmo a amostra recozida a 850°C (Figura 61b) ainda apresenta regiões deformadas, provavelmente estas regiões possuem orientação cubo girado. Portanto, estas regiões que se deformam homogeneamente dificultam que o processo de recristalização se complete. Nesta micrografia também é evidente a variação local do tamanho de grão nas regiões recristalizadas. Este aço FSS-A apresenta o maior tamanho de grão na condição com grãos grosseiros e por isso os efeitos de orientação são mais pronunciados. Portanto, a recristalização completa deste aço demanda tempos mais longos ou temperaturas ainda mais elevadas.

Figura 61. Micrografias do aço FSS-A com redução de 80% e recozimento isócrono por 15 min mostrando: a) em detalhe a nucleação nas regiões bandeadas, b) a variação no tamanho de grão. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é paralela à horizontal.

O mapeamento de EBSD convencional para a amostra recozida a 725°C por 15 min mostra a variação da microtextura ao longo da espessura (Figura 62a). O mapeamento mostra a predominância de grãos Goss (recristalizados) na região 1. A região 2 está parcialmente recristalizada, os novos grãos apresentaram orientações Goss e outras pertencentes à fibra γ . A matriz recuperada da região 3 possui orientação $(111)[3\bar{2}\bar{1}]$. A formação de núcleos Goss em bandas de transição num grão grosseiro com esta orientação foi observada no mapeamento de EBSD de alta resolução da Figura 49. A região recuperada indicada na Figura 62a (região 4) possui a orientação $(1\bar{1}2)[110]$.

Figura 62. Mapeamento de EBSD da amostra recozida a 725°C por 15 min, mostrando: a) OIM, b) as ODFs da região 1 recristalizada, c) as ODFs da região 2 parcialmente recristalizada, d) as figuras de pólo da região 3, e) as figuras de pólo da região 4.

Na Figura 63a, observa-se uma região da amostra parcialmente recristalizada na qual a matriz deformada possui orientação $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$. A presença de novos grãos com orientações Goss e Brass é evidente (Figuras 63b-c). Note que os grãos recristalizaram preferencialmente nas bandas. A nucleação de grãos pertencentes a $\{011\}\langle uuv \rangle$ em bandas de transição mostrou-se bastante efetiva para o aço FSS-A.

Figura 63. Mapeamento de EBSD da amostra recozida a 725°C por 15 min, mostrando: a) OIM, b) as figuras de pólo da região 1 somente recuperada, c) as figuras de pólo da região 2 parcialmente recristalizada.

O mapeamento de EBSD convencional da amostra recozida a 800°C por 15 min mostra uma grande variação da microtextura ao longo da espessura (Figura 64a). Em destaque na Figura 64 temos 4 regiões distintas. As regiões 1 e 4 sofrem intensa recuperação com a presença de apenas alguns grãos recristalizados. Por outro lado, a região 2 recristalizou parcialmente com grãos ligeiramente alongados na DL. Já a região 3 recristalizou completamente com grãos equiaxiais com tamanho médio igual a $3,4 \pm 0,6 \mu\text{m}$. Tsuji e colaboradores reportam que estas regiões com grãos refinados são oriundas de grãos originais com orientação Cubo (TSUJI; TSUZAKI; MAKI, 1994). No entanto, a presença de grãos cubo no estado deformado é bastante rara para os aços estudados. A provável orientação da região 1 recuperada é próxima de $(\bar{1}1\bar{2})[131]$, para a região 4 é $(1\bar{1}1)[110]$. A região 2 apresenta grãos recristalizados Goss e uma região cubo girado intensamente recuperada.

Figura 64. Mapeamento de EBSD da amostra recozida a 800°C por 15 min, mostrando: a) OIM, b) as figuras de pólo da região 1, c) as ODFs da região 2 parcial recristalizada, d) as ODFs da região 3 recristalizada, e) as figuras de pólo da região 4.

O mapeamento de EBSD (Figura 65a) da amostra recozida a 850°C mostra uma grande região recristalizada ao longo da espessura. Esta região apresenta componente $\{0uv\}\langle 001\rangle$ (orientação Goss espalhada em Φ - fibra η), e algumas componentes da fibra γ (Figura 65b). Os resultados de tamanho de grão para esta região apresentam significativa diferença entre as medidas na DL e DN. Para DL, o tamanho de grão é cerca de $10 \pm 1 \mu\text{m}$, enquanto que para DN, é cerca de $7 \pm 1 \mu\text{m}$. Estes resultados sugerem que os contornos de grão migram de forma heterogênea na matriz deformada, e que a energia armazenada durante o processo de deformação varia localmente dentro da subestrutura. A orientação mais provável da região 2 é $(013)[2\bar{3}1]$ (Figura 65c). As orientações dos novos grãos na região 2 podem ser observadas na Figura 65d.

Os resultados de microtextura do aço FSS-A mostram que os novos grãos possuem preferencialmente componentes das fibras η e γ . Estes novos grão nuclearam em bandas de transição dos grãos com orientações $(112)[1\bar{1}0]$ e $(111)[3\bar{2}\bar{1}]$.

Figura 65. Mapeamento de EBSD da amostra recozida a 850°C por 15 min, mostrando: a) OIM, b) as ODFs da região 1 recristalizada, c) as figuras de pólo da região 2, somente a região recuperada d) as figuras de pólo da região 2 completa.

4.4.2.2 AÇO FSS-B

O amolecimento do aço FSS-B ocorre de forma similar ao do aço FSS-A, como reportado nas curvas de amolecimento (Figura 58). Estes resultados indicam que a recristalização destes aços que possuem tamanho de grão e composição próxima seja bastante similar.

A nucleação via PSN é claramente visualizada na amostra recozida a 700°C. Este resultado mostra que PSN ocorre de forma efetiva em temperaturas onde a fração recristalizada ainda é muito baixa. Outros mecanismos de nucleação tais como a nucleação em bandas e nas regiões de contornos de grão ocorreram de forma muito modesta para esta temperatura, como mostra a Figura 66. Para a amostra recozida a 725°C, as regiões recristalizadas são evidentes, como mostra a Figura 67a. No entanto, alguns grãos sofreram preferencialmente intensa recuperação (Figura 67b). Note que o tamanho de grão varia nas regiões recristalizadas imediatamente acima e abaixo do grão recuperado da Figura 67b. Os grãos imediatamente acima são equiaxiais e refinados enquanto que os imediatamente abaixo são alongados e grosseiros. Esta micrografia exemplifica um típico caso de *efeito de orientação*, no qual as energias armazenadas em cada região variam localmente.

A recristalização na amostra recozida 800°C é bastante avançada, apenas poucos grãos ainda não recristalizaram (Figura 68a). A variação no tamanho de grão e na morfologia é bastante similar ao aço FSS-A. Este resultado é esperado já que estes aços possuem tamanho de grão próximo. O aumento na quantidade de nióbio para o aço FSS-B em comparação com o aço FSS-A não altera significativamente o comportamento frente ao recozimento. No entanto, a Figura 68b mostra uma região totalmente recristalizada para a amostra do aço FSS-B recozida a 850°C. No caso da amostra do aço FSS-A recozida a 850°C havia algumas regiões ainda não recristalizadas. Este pode ser apenas um efeito local. A predominância da recristalização é evidente nos dois aços (FSS-A e FSS-B).

a)

b)

Figura 66. Micrografias do aço FSS-B com redução de 80% e recozimento isócrono em 700°C por 15 min mostrando o início da recristalização: a) visão geral mostrando poucos grãos recristalizados, b) detalhe da nucleação por PSN. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é paralela à horizontal.

Figura 67. Micrografia da amostra do aço FSS-B com redução de 80% e recozimento isócrono em 725°C por 15 min mostrando o avanço da recristalização: a) visão geral da microestrutura parcialmente recristalizada, b) detalhe de um grão predominantemente recuperado entre duas regiões recristalizadas. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é paralela à horizontal.

a) 800°C

b) 850°C

Figura 68. Micrografia da amostra do aço FSS-B com redução de 80% e recozimento isócrono por 15 min mostrando os estágios finais de recristalização: a) microestrutura parcialmente recristalizada; b) região totalmente recristalizada. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é paralela à horizontal.

O mapeamento de EBSD convencional (Figura 69a) do aço FSS-B recozido a 725°C mostra que a região 1, próxima à superfície, está totalmente recristalizada e a sua componente principal é $\{023\}\langle 232\rangle$, como mostrado nas ODFs da Figura 69b. Mais próximo ao centro, observam-se três regiões predominantemente recuperadas. A região 3, próxima ao centro, possui orientação cubo girado (Figuras 4.69d). As regiões 2 e 4 sugerem que o grão grosseiro cubo girado girou para a orientação próxima de $(112)[1\bar{1}0]$ e $(1\bar{1}2)[110]$, respectivamente (Figura 69c e Figura 69e). Estas rotações ocorrem devido às restrições impostas pelos grãos vizinhos durante a deformação plástica. Note que estas regiões deformadas apresentam bandas com pequena desorientação na subestrutura. A presença de grãos recristalizados nestas regiões é bastante rara.

Figura 69. Mapeamento de EBSD da amostra recozida a 725°C por 15 min, mostrando: a) OIM, b) as ODFs (seções 0° e 45° de ϕ_2 constante) da região 1 recristalizada, c) as figuras de pólo da região 2, d) as figuras de pólo da região 3, e) as figuras de pólo da região 4.

O mapeamento de EBSD (Figura 70a) do aço FSS-B recozido a 800°C mostra que a região 1 recristalizou com componentes de textura $\{uvw\}<100>$, também conhecida como Fibra η (Figura 70b). As componentes Goss e CG são as mais intensas. Hölscher e colaboradores reportam que estas componentes de textura da fibra η são típicas para metais ccc recristalizados após laminação a frio (HÖLSCHER; RAABE; LÜCKE, 1991). A região 2 do mapeamento consiste de um grão cubo girado recuperado. No entanto, as figuras de pólo (Figura 70c) mostram que alguns grãos recristalizaram. A nucleação via PSN é uma justificativa plausível para a nucleação nesta orientação de tão difícil recristalização. Os resultados de EBSD de alta resolução obtidos no estado deformado mostraram que grãos cubo girado desenvolvem grande curvatura nas zonas de deformação ao redor das partículas de Nb(C,N). Portanto, estas regiões possuem energia armazenada e contornos de alto ângulo pré-existent aptos a migrar durante o recozimento.

Figura 70. Mapeamento de EBSD da amostra recozida a 800°C por 15 min, mostrando: a) OIM, b) as ODFs da região 1 recristalizada, c) as figuras de pólo da região 2 recuperada.

O mapeamento de EBSD (Figura 71a) do aço FSS-B recozida a 850°C mostra uma região da amostra que está totalmente recrystalizada. Observa-se que a microtextura não varia significativamente ao longo da espessura, com componente principal $\{013\}\langle 131\rangle$ (Figura 71b). No entanto, o tamanho de grão varia do centro para a superfície. Na região 1 é cerca de $16 \pm 1 \mu\text{m}$ na DL e cerca de $13 \pm 1 \mu\text{m}$ na DN. Para a região 2, cerca de $10 \pm 1 \mu\text{m}$ na DL e cerca de $8,3 \pm 0,8 \mu\text{m}$ na DN. Por fim, na região 3 é cerca de $16 \pm 1 \mu\text{m}$ na DL e cerca de $11 \pm 0,9 \mu\text{m}$ na DN. O crescimento preferencial dos grãos na DL já tinha sido reportado para o aço FSS-A.

Os resultados para o aço FSS-B mostraram a presença de grãos com orientação cubo girado e $(112)[110]$, que tendem a recuperar preferencialmente. Regiões recrystalizadas com componentes de textura pertencentes à fibra η também foram observadas.

Figura 71. Mapeamento de EBSD convencional da amostra recozida a 850°C por 15 min totalmente recrystalizada: a) OIM, b) as ODFs da região 1, c) as ODFs da região 2, d) as ODFs da região 3.

4.4.2.3 AÇO FSS-C

A recristalização do aço FSS-C ocorreu em temperaturas bem mais baixas em relação aos outros aços em estudo (FSS-A e FSS-B), como mostra a Figura 58. Na amostra recozida a 725°C (Figuras 72a-b) os processos de nucleação em bandas e via PSN são evidentes. Note que os grãos nucleados nas regiões bandeadas são bastante alongados, enquanto que os grãos nucleados em torno dos precipitados são razoavelmente equiaxiais. Como as quantidades de nióbio e intersticiais são maiores neste aço, espera-se uma maior quantidade de precipitados na matriz. Com o aumento da temperatura, a 800°C a recristalização já está quase completa, como mostra a Figura 73a. Detalhes da região deformada podem ser vistos na Figura 73b. Para Figura 74a, duas regiões apresentaram tamanho de grão bastante distinto. Na parte superior observam-se grãos refinados e equiaxiais, enquanto na parte inferior observam-se grãos alongados e grosseiros. Para a amostra a 850°C (Figura 74b), a variação do tamanho de grão foi grande em toda a amostra. Esta variação na microestrutura é motivada pela diferença do número de núcleos pré-existentes na matriz deformada.

O mapeamento de EBSD (Figura 75a) da amostra recozida 725°C apresenta 4 regiões bastante distintas. A região 1 (Figura 75b), próxima à superfície, está completamente recristalizada e apresenta apenas a componente Goss. Note que os grãos são grosseiros e alongados, provavelmente advindos de nucleação em bandas. Diferentemente, a região 2 (Figura 75c) possui textura de recristalização cubo e apresentou grãos refinados equiaxiais. A literatura reporta que grãos grosseiros cubos quando deformados se fragmentam intensamente e após recozimento recristalizam com textura cubo (TSUJI; TSUZAKI; MAKI, 1993). A região 3 está predominantemente recuperada e possui orientação cubo girado (Figura 75d). Por fim, a região 4 está parcialmente recristalizada, a região deformada possui orientação (112)[110] enquanto que a orientação dos novos grãos pode ser vista na Figura 75e. A cinética de recristalização das componentes {001}<110> até {011}<112> pertencentes à fibra α é bastante lenta (RAABE; ROTERS; MARX, 1996). Para a amostra recozida 800°C foram feitos 2 mapeamentos de EBSD. No primeiro mapeamento (Figura 76a) as principais componentes de textura de recristalização pertencem à fibra η . A região 1 possui maior intensidade na componente Cubo e a região 2 na componente Goss. A recristalização dos grãos da fibra γ também é evidente.

a)

b)

Figura 72. Micrografias do aço FSS-C com redução de 80% e recozimento isócrono em 725°C por 15 min mostrando o início da recristalização: a) visão geral mostrando o início da recristalização, b) detalhe da nucleação via PSN. As temperaturas de recozimento são indicadas. A DL é paralela à horizontal.

a)

b)

Figura 73. Micrografias do aço FSS-C com redução de 80% e recozimento isócrono a 800°C por 15 min mostrando o início da recristalização: a) microestrutura recristalizada com variação local do tamanho de grão, b) detalhe da região deformada indicada no item (a). A DL é paralela à horizontal.

a) 800°C

b) 850°C

Figura 74. Micrografias do aço FSS-C com redução de 80% e recozimento isócrono por 15 min mostrando o início da recristalização nas temperaturas de: a) 800°C e b) 850°C. A DL é paralela à horizontal.

No segundo mapeamento de EBSD (Figura 77a) a principal componente de recristalização é a Cubo (regiões 1 e 2). A região 3 apresentou uma pequena região deformada com orientação $(113)[1\bar{1}0]$, orientação difícil de recristalizar (RAABE; ROTERS; MARX, 1996), e grãos recristalizados com componente de textura $\{031\}\langle 231\rangle$. Para o mapeamento de EBSD da amostra recozida a 850°C (Figura 78a), as componentes de microtextura são bastante similares.

Para este aço FSS-C as principais componentes de microtextura de recristalização foram as pertencentes às fibras η e γ . A componente de microtextura Cubo esteve presente nos aços FSS-C e FSS-B e ausente no aço FSS-A. A componente Goss está presente em todos os aços investigados.

Figura 75. Mapeamento de EBSD convencional da amostra recozida a 725°C por 15 min mostrando: a) OIM, b) as ODFs da região 1 recristalizada, c) as ODFs da região 2 recristalizada, d) as figuras de pólo da região 3 recuperada, e) as figuras de pólo da região 4 parcialmente recristalizada.

Figura 76. Mapeamento de EBSD convencional da amostra recozida a 800°C por 15 min mostrando: a) OIM, b) as ODFs da região 1 recrystalizada, c) as ODFs da região 2 recrystalizada, d) as ODFs da região 3 recrystalizada.

Figura 78. Mapeamento de EBSD convencional da amostra recozida a 850°C por 15 min mostrando: a) OIM, b) as ODFs da região 1 recristalizada, c) as ODFs ao longo da espessura, d) as figuras de pólo da região 2 parcialmente recristalizada.

4.4.3 NUCLEAÇÃO ESTIMULADA POR PARTÍCULAS (PSN)

As orientações dos novos grãos nucleados via PSN foram determinadas via EBSD de alta resolução. As amostras do FSS-B com redução de 80% e recozidas nas temperaturas de 700°C, 715°C e 725°C por 15 min foram escolhidas para mostrar a evolução da nucleação via PSN. Além das figuras de pólo {011}, as figuras de pólo inversa [001] foram utilizadas neste item com o objetivo de mostrar a relação de orientação entre a matriz recuperada e as orientações dos novos grãos recristalizados via PSN.

Para as amostras recozidas a 700°C, cinco mapeamentos de EBSD de alta resolução foram realizados. Os dois primeiros mapeamentos foram feitos em regiões distintas de um grão predominantemente recuperado com orientação cubo girado (Figuras 79 e 80). O mapeamento da Figura 79 revelou a presença de um novo grão ao redor da partícula de Nb(C,N). A orientação deste novo grão está claramente relacionada com a orientação do grão grosseiro cubo girado (matriz recuperada) (Figuras 79b-c). Já no segundo mapeamento, uma região contendo várias partículas grosseiras pode ser observada (Figuras 80). As Figuras de pólo {011} das Figuras 81a-b mostraram a matriz deformada numa região longe das partículas e numa outra região contendo as partículas juntamente com os novos grãos, respectivamente. A presença de vários novos grãos nucleados via PSN é evidente. Estes novos grãos possuem orientações bastante distintas da matriz recuperada, (Figura 81c-d). Este resultado mostrou que a zona de deformação ao redor destas partículas foi bastante curvada em relação à matriz e o espalhamento de orientações foi relevante, levando a formação de vários núcleos estáveis com orientações distintas aptos a crescer durante o recozimento. Outras três regiões de um grão grosseiro recuperado com orientação (113)[1 $\bar{1}$ 0] foram mapeadas (Figuras 82, 83 e 84). Nestas regiões, os núcleos estavam ainda em formação. Nota-se que a região ao redor da partícula é formada por alguns novos grãos com tamanho de aproximadamente 1 μ m (regiões circundadas por contornos de alto ângulo livres de defeitos no interior) e por outras regiões predominantemente recuperadas com a presença de contornos de baixo ângulo na subestrutura.

Para as amostras recozidas a 715°C, três mapeamentos foram realizados em regiões distintas de um grão grosseiro recuperado com orientação (112)[1 $\bar{1}$ 0], como mostrado nas Figuras 85 e 86. Nesta temperatura, os novos grãos com tamanho de cerca de 5 μ m nucleados na região ao redor das partículas são evidentes em todos os mapeamentos. As orientações da matriz recuperada e dos novos grãos recristalizados via PSN podem ser vistas nas figuras de

pólo inversa [001] (Figuras 85 e 86). Note que os novos grãos possuem orientações bastante distintas com relação à matriz recuperada.

Para as amostras recozidas em 725°C, cinco regiões contendo partículas de Nb(C,N) num grão grosseiro recuperado com orientação cubo girado foram mapeadas, como mostra a Figura 87. Observou-se neste mapeamento que a nucleação ocorreu também em regiões aparentemente livres de partícula. As orientações da matriz recuperada e dos novos grãos podem ser observadas tanto na figura de pólo {011} como na figura de pólo inversa [001]. Os resultados mostram que o espalhamento de orientações é grande indicando a ausência de uma textura preferencial causada pelo mecanismo de PSN. A literatura reporta que embora os núcleos não sejam aleatórios com relação à matriz deformada, o grande espalhamento de orientações (curvatura da matriz deformada) na região da zona de deformação permite que uma grande quantidade de novas orientações seja nucleada durante o recozimento, deste modo, enfraquecendo a textura (ENGLER, 1997; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

A partir dos resultados obtidos neste item, não se pode afirmar inequivocamente que existe uma componente de textura relacionada aos novos grãos recristalizados via PSN. Vale ressaltar que o número de grãos grosseiros e regiões ao redor das partículas de Nb(C,N) mapeadas foi pequeno devido, dentre outros motivos, a dificuldade experimental para localização destas áreas no microscópio eletrônico de varredura após a inclinação de 70° da amostra com relação ao detector de BSE e a disponibilidade do equipamento, lembrando que estas medidas de EBSD de alta resolução demandam longos tempos de mapeamento. Uma Tese dedicada exclusivamente a este assunto pode esclarecer melhor a existência de uma componente de textura associada ao mecanismo de nucleação PSN.

Figura 79. Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e recozido a 700°C por 15 min mostrando a nucleação via PSN em um grão grosseiro com orientação próxima à cubo girado. a) OIM, b) figura de pólo {011} da matriz recuperada, c) figura de pólo {011} do novo grão (região 1).

Figura 80. Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e posteriormente recozido a 700°C por 15 min mostrando a nucleação de vários grãos via PSN.

Figura 81. Figuras de pólo $\{011\}$ e figuras de pólo inversas $[001]$ correspondentes à OIM da Figura 4.63: a-c) orientação da matriz deformada, b-d) orientações da matriz deformada e dos novos grãos recristalizados via PSN.

Figura 82. Mapeamentos de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e posteriormente recozido a 700°C por 15 min mostrando duas regiões dentro do mesmo grão grosseiro com orientação (113)[110] na qual o processo de nucleação via PSN está apenas no início: a-b) OIMs, c-d) figura de pólo {011} e figura de pólo inversa [001] da matriz deformada, e) figuras de pólo inversa [001] do item (a), f) figuras de pólo inversa [001] do item (b).

Figura 83. Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e posteriormente recozido a 700°C por 15 min mostrando o início do processo de nucleação via PSN num grão recuperado com orientação (113)[110].

Figura 84. a) Figura de pólo {011} e b) figura de pólo inversa [001] correspondente a OIM da Figura 83 mostrando as orientações da matriz deformada e dos núcleos de recristalização (PSN).

Figura 85. Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e posteriormente recozido a 715°C por 15 min num grão com orientação (112)[110] mostrando a nucleação de vários grãos via PSN: a) OIM, b) figura de pólo {011} da região 1, c) figura de pólo {011} da região 2, d) figura de pólo inversa [001] da região 2 e e) figura de pólo inversa [001] da região 2 juntamente com as orientações dos novos grãos nucleados via PSN.

a)

b)

Figura 86. Mapeamentos de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e posteriormente recozido a 715°C por 15 min num grão com orientação (112)[110] mostrando a nucleação de vários grãos via PSN: a) OIM e sua respectiva figura de pólo inversa [001] mostrando as orientações da matriz recuperada juntamente com as orientações dos novos grãos nucleados via PSN, b) idem ao item (a) para uma outra região amostrada.

Figura 87. Mapeamento de EBSD de alta resolução do aço FSS-B com redução de 80% e posteriormente recozido a 725°C por 15 min num grão com orientação cubo girado mostrando a nucleação de vários grãos via PSN em diferentes partículas de Nb(C,N): a) OIM, b) figura de pólo {011} mostrando as orientações da matriz recuperada e dos novos grãos recristalizados via PSN, c) figura de pólo inversa [001] da mesma região do item (b).

4.4.4 MACROTEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO

A macrotextura das amostras dos aços FSS-A, FSS-B e FSS-C com redução de 80% e recozidas a 750 e 800°C por 15 min foi determinada via DRX e representada nas ODFs das seções 0° e 45° de ϕ_2 constante, como mostrado nas Figuras 88 e 89. Para as placas recozidas a 750°C, observa-se que as componentes de textura na região mais próxima do centro (Figuras 88d-f) são bastante semelhantes àsquelas encontradas nas placas com redução de 80% (ver item 4.3.4), e são elas: as componentes pertencentes à fibra α bastante intensas e algumas componentes pertencentes à fibra γ menos intensas. Estas componentes já estavam presentes no estado deformado e são típicas de laminação, indicando que as regiões recuperadas ainda estão presentes na microestrutura. Por outro lado, as componentes pertencentes à fibra η foram observadas na superfície de forma distinta nos aços investigados (Figuras 88a-c). Estas componentes são típicas de recristalização, como observados nos mapeamentos de EBSD convencional (item 4.3.3). Para o aço FSS-A, as componentes Goss e CG foram observadas.

No entanto, para o aço FSS-B, a fibra η é intensa e completa. Por fim, para o aço FSS-C, as componentes CG e CH foram observadas. As componentes pertencentes à fibra η , como mostrado no item 4.4.2, são componentes típicas de recristalização estática.

Para as placas recozidas a 800°C, nota-se que a textura é bastante diferente daquela mostrada para as amostras recozidas a 750°C. As novas componentes de textura presentes nas ODFs da Figura 89 estão relacionadas às regiões recristalizadas. No entanto, algumas componentes de deformação estão ainda presentes, por exemplo, cubo girado. As Figuras 89a e 89d mostram os resultados de macrotextura para as amostras do aço FSS-A. Na região próxima à superfície das amostras, as componentes pertencentes à fibra η e as componentes $\{100\}\langle uv0 \rangle$ são bastante intensas e são típicas de recristalização estática. As componentes pertencentes à fibra α foram observadas e estão relacionadas a regiões que recuperaram preferencialmente. Como visto item 4.4.3, grãos grosseiros com orientações cubo girado e $\{111\}\langle 110 \rangle$ recuperam preferencialmente. Na região próxima ao centro, destacam-se as seguintes componentes de recristalização estática: fibra η , CH e as componentes pertencentes à fibra γ , sendo a componente $\{111\}\langle 121 \rangle$ a mais intensa. Vale ressaltar que as componentes pertencentes à fibra γ são fortalecidas durante o recozimento (HÖLSCHER; RAABE; LÜCKE, 1991). Este resultado sugere que a recristalização se completou nesta região amostrada. Já para os aços FSS-B e FSS-C, nota-se ainda tanto na superfície como no centro a presença da componente cubo girado, típica de deformação. Para o aço FSS-B (Figuras 89b e 89e), as componentes pertencentes às fibra η também foram observadas tanto na superfície como no centro. Já o centro apresentou tanto às componentes da fibra η como a componente CH. Para o aço FSS-C (Figuras 89c e 89f), destacam-se as componentes de recristalização CH e fibra γ no centro e a cubo girado (regiões recuperadas) na superfície como as componentes mais intensas. De modo diferente, a fibra η é ausente nesta região amostrada do FSS-C. A origem da fibra η foi observada nos resultados de microtextura convencional das amostras recozidas e está relacionada às bandas de transição formadas nos grãos grosseiros com orientação $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$. Já a origem da orientação CH não foi observada nestes resultados de microtextura. A explicação mais plausível é que os grãos grosseiros com orientação CH se fragmentem durante a deformação plástica de forma a preservar núcleos CH aptos a migrar durante o recozimento. Tsuji e colaboradores reportaram este mecanismo para grãos grosseiros com orientação cubo. Com a deformação plástica, estes grãos fragmentam-se intensamente. Após recozimento, os novos grãos possuem orientação cubo (TSUJI; TSUZAKI; MAKI, 1993).

A recristalização do FSS-R que foi processado convencionalmente (rota industrial) é mostrada nas Figuras 89d e 89h. Diferentemente dos aços FSS-A, FSS-B e FSS-C, as únicas componentes de textura presentes são aquelas pertencentes à fibra γ . A máxima intensidade ficou próxima à componente $\{111\}\langle 112\rangle$. Esta é a típica componente de recristalização dos metais ccc (HÖLSCHER, RAABE E LÜCKE, 1991). A componente de laminação $\{112\}\langle 110\rangle$ e o núcleos $\{111\}\langle 112\rangle$ formados durante a laminação a frio possuem uma relação de orientação próxima a $27^\circ \langle 110\rangle$, em termos de contornos CSL, essa relação é denominada $\Sigma 19a$. Estes *contornos especiais* possuem alta mobilidade, deste modo, os núcleos $\{111\}\langle 112\rangle$ crescem preferencialmente na matriz deformada $\{112\}\langle 110\rangle$ (RAABE, LÜCKE, 1993). Raabe e Lücke também reportaram que a orientação $\{111\}\langle 110\rangle$ propicia também a formação de novos grãos $\{111\}\langle 112\rangle$. Deste modo, apenas as orientações pertencentes à fibra α próximas à cubo girado recuperam preferencialmente e são consumidas durante a recristalização de modo que não corroboram para a formação das componentes de recristalização pertencentes à fibra γ .

De modo geral, as amostras recozidas a 800°C por 15 min apresentaram componentes típicas de recristalização tais como a componente pertencente à fibra γ - $\{111\}\langle 112\rangle$, fibra η e CH, além daquelas de deformação, por exemplo, a cubo girado e a $\{111\}\langle 110\rangle$, pertencentes à fibra α . A formação da componente de recristalização entre cubo e cubo girado foi reportada por Park e colaboradores para os aços IF e W (PARK; LEE; GOTTSTEIN, 1998). Este mesmo artigo mostrou que a componente cubo girado desapareceu com o recozimento.

Os resultados obtidos sugerem que a variação no teor de nióbio e intersticiais (carbono e nitrogênio) altera as componentes presentes nos aços FSS-A, FSS-B e FSS-C que possuem microestrutura formada por grãos grosseiros antes da laminação a frio. No entanto, os aços FSS-B e FSS-R que possuem composições próximas e rotas de processamentos diferentes apresentaram componentes de recristalização distintas. Este resultado mostrou que a microestrutura formada por grãos grosseiros antes da laminação a frio favorece a formação das componentes CH e fibra η durante a recristalização.

FSS-A

a) Superfície

d) Centro

FSS-B

b) Superfície

e) Centro

FSS-C

c) Superfície

f) Centro

Figura 88. ODFs das amostras com redução de 80% e posteriormente recozidas a 750°C por 15 min. As ODFs seguem a notação de Bunge para os ângulos de Euler: a-c) região próximo à superfície da placa; d-f) centro da placa.

Figura 89. ODFs das amostras com redução de 80% e posteriormente recozidas a 800°C por 15 min. As ODFs seguem a notação de Bunge para os ângulos de Euler: a-d) região próxima à superfície da placa; e-h) centro da placa.

5 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos nesta Tese de Doutorado permitiram as seguintes conclusões quanto aos efeitos de orientação durante a laminação a frio e a posterior recristalização dos três aços da família AISI 430 com grãos grosseiros e estabilizados ao nióbio.

5.1 CONDIÇÃO INICIAL

a) Os aços na condição inicial sofreram grandes reduções durante o processo de laminação a quente. As microestruturas recuperadas obtidas são bastante semelhantes entre si e consistem de grãos ferríticos alongados na DL e por partículas de Nb(C,N) grosseiras distribuídas heterogeneamente na microestrutura e com uma larga distribuição de tamanhos. Este composto foi o único identificado pelos métodos de extração de precipitados utilizados. As partículas de Nb(C,N) observadas via MEV após extração apresentaram tamanho médio de 2 μm . A fração volumétrica destes precipitados é muito baixa, menos de 1%. A presença de precipitados finos (menores que 100 nm) não foi investigada e não pode ser descartada.

b) Os efeitos de orientação são evidentes nesta etapa de processamento. Enquanto alguns grãos possuem intensa fragmentação com a formação de subgrãos, outros se deformaram de forma homogênea. Portanto, a fragmentação de cada grão durante o processo de laminação a quente destes aços é distinta e dependente da orientação inicial do grão. A análise via EBSD convencional permitiu verificar a orientação final destes grãos. Aqueles que fragmentaram intensamente possuem orientações pertencentes à fibra γ . Por outro lado, os outros que se deformaram de forma homogênea possuem orientação cubo girado, a qual é muito resistente à recristalização.

c) Os resultados de macrotextura mostraram que as componentes típicas de laminação foram observadas ao longo da espessura da amostra. Nas regiões próximas à superfície, as componentes típicas de cisalhamento foram observadas. Estas componentes típicas de deformação heterogênea são justificáveis nesta condição de laminação de desbaste na qual grandes reduções são aplicadas por passe. De modo geral, a composição não alterou as componentes de textura presente nos aços. Observou-se apenas um pequeno aumento na intensidade da fibra γ para o aço FSS-C.

5.2 PLACAS RECOZIDAS A 1250°C POR 2 h

a) As amostras dos aços FSS-A, FSS-B e FSS-C, na condição inicial, foram recozidas a 1250°C por 2 h para obtenção de uma microestrutura formada por grãos grosseiros. A análise macrográfica revelou que os aços FSS-A e FSS-B possuem tamanho de grão similar. Já o aço FSS-C, com maiores teores de nióbio e intersticiais, apresentou grãos mais finos, mas ainda grosseira o suficiente para o estudo dos efeitos de orientação. O aumento dos teores de nióbio e intersticiais foi efetivo para o refinamento da microestrutura destes aços.

b) O aço FSS-A apresentou uma microestrutura bastante uniforme durante o crescimento de grão. Já os aços FSS-B e FSS-C apresentaram grãos com tamanhos bastantes distintos, caracterizando os estágios iniciais de crescimento anormal de grão. Portanto, o aumento das quantidades de nióbio e intersticiais inibiu o crescimento normal de grão.

c) A microtextura obtida via EBSD convencional para as amostras do FSS-B apresentaram componentes CH e outras variando entre Goss e *Brass*. Comparando-se estes resultados com os de macrotextura obtidas no centro, observou-se que a componente CH é típica destes aços após recozimento a 1250°C por 2 h e que as componentes entre Goss e *Brass* estão associadas aos grãos que cresceram anormalmente.

d) As componentes características da região próxima à superfície são aquelas entre Goss e *Brass*. O aumento dos teores de nióbio e de intersticiais tende a preservar estas componentes. Já nas amostras com teores mais baixos (menor fração de partículas), observa-se uma mudança pronunciada após a recristalização secundária, prevalecendo as componentes $\{100\} \langle uv0 \rangle$.

5.3 PLACAS LAMINADAS A FRIO

a) As placas dos aços com grãos grosseiros foram laminadas a frio em múltiplos passes até a redução de 80%. A análise das micrografias via MEV revelou a presença de bandeamentos distintos entre os grãos grosseiros evidenciando os *efeitos de orientação*. Outro fato relevante observado foi que alguns grãos grosseiros sofreram bandeamentos distintos. Este resultado sugere que diferentes sistemas de deslizamento em diferentes partes do mesmo grão estão sendo ativados, uma vez que as restrições impostas pelos grãos vizinhos variam localmente. Bandas de cisalhamento não foram observadas em nenhum dos aços investigados, de modo que os bandeamentos observados estavam limitados ao interior de cada grão grosseiro.

b) A microtextura de deformação das amostras do aço FSS-B com reduções entre 20 e 60% foi determinada por meio de medidas de EBSD convencional. Estes resultados do estado deformado mostraram importantes efeitos de orientação no material laminado a frio até redução de 60%. Com o aumento da deformação, alguns grãos tornaram-se bastante fragmentados e a presença de bandas de deformação tornou-se evidente nas amostras deformadas acima de 50% de redução. Os grãos CH fragmentam-se bastante e contornos de alto ângulo são evidentes. Os grãos cubo girado deformaram-se de forma bastante homogênea, no entanto, a presença de bandas de deformação com orientação próxima a $(\bar{2}34)[1\bar{2}2]$ foi observada. Portanto, existem dois tipos de grãos cubo girado – aqueles que são estáveis durante o processo de deformação plástica e outros que ainda precisam girar na DT para alcançar a orientação final mais estável. A presença de banda de deformação também foi observada num grão bastante fragmentado com orientação original $(\bar{3}72)[203]$. Estes resultados sugerem que existe uma relação de orientação entre os grãos originais e as bandas de deformação de modo que, durante a laminação a frio, parte do grão gira na DT.

c) A microtextura de deformação das amostras do aço FSS-B com redução de 80% foi determinada por meio de medidas de EBSD de alta resolução. Os resultados obtidos mostraram o comportamento da microestrutura ao redor das partículas de Nb(C,N) frente à laminação a frio. Rotações importantes puderam ser observadas nas zonas de deformação ao redor das partículas. Embora a orientação final seja distinta para cada zona de deformação, uma rotação sistemática em relação à DT foi observada. Estas rotações em relação à DT possuem respaldo teórico na literatura.

d) As medidas de macrotextura mostraram que as componentes pertencentes a fibras α e γ voltam a ficar mais pronunciadas na condição laminada a frio, diferentemente da condição com grãos grosseiros. Isto é explicado pelo fato destas componentes serem típicas de laminação em metais ccc.

5.4 PLACAS RECOZIDAS (RECRISTALIZAÇÃO PRIMÁRIA)

a) Os três aços com grãos grosseiros tendem a recrystalizar num amplo intervalo de temperatura entre 650 e 850°C (início e fim da transformação). Com o auxílio da MEV, observou-se, que devido aos efeitos de orientação, regiões parcialmente recrystalizadas são visíveis mesmo para temperaturas de recozimento de 850°C. Estas regiões possuem orientações próximas a cubo girado. Outros aspectos microestruturais

relevantes associados aos efeitos de orientação foram que, tanto o tamanho como a morfologia dos grãos variam de uma região para outra da amostra nas diferentes temperaturas de recozimento.

- b) Para os resultados de microtextura via EBSD convencional, o aço FSS-C apresentou as componentes de recristalização pertencentes às fibras η e γ . A componente de microtextura de recristalização Cubo esteve presente nos aços FSS-C e FSS-B e ausente no aço FSS-A. A componente Goss está presente em todos os aços investigados.
- c) Para os resultados de microtextura via EBSD de alta resolução, de um modo geral, os resultados mostraram que os novos grãos possuem orientações distintas entre si e também diferentes da matriz deformada. A partir dos resultados obtidos, pode-se concluir que não há textura preferencial devido aos grãos recristalizados via PSN. Como a fração volumétrica de precipitados é muito baixa nestes aços (inferior a 0,01), a contribuição para a textura global acaba sendo irrelevante.
- d) A macrotextura das amostras dos aços FSS-A, FSS-B e FSS-C com redução de 80% e recozidas a 750 e 800°C por 15 min foi determinada. A 750°C as componentes são típicas de deformação evidenciando que os aços estão parcialmente recristalizados. Para as amostras recozidas a 800°C, os resultados de macrotextura obtidos sugerem que a variação no teor de nióbio e intersticiais altera as componentes de textura nos aços FSS-A, FSS-B e FSS-C. Os aços FSS-B e FSS-R foram comparados, observou-se que estes apresentaram componentes de recristalização semelhantes pertencentes à fibra γ , no entanto, as componentes CH e fibra η não foram observadas no aço FSS-R. Este resultado mostrou que a microestrutura formada por grãos grosseiros antes da laminação a frio favoreceu a formação das componentes CH e fibra η durante a recristalização.

REFERÊNCIAS

- BAUCCIO, M. Properties and applications of structural materials. In: BAUCCIO, M. **ASM Reference Book**. 3rd ed. Ohio: ASM, 2007, p. 112-246.
- BEDDOES, J.; PARR, J. G. **Introduction to stainless steel**. 3rd ed. Ohio: ASM, 1999, p. 23-30.
- BHADESHIA, H.K.D.H.; HONEYCOMBE, R.W.K. **Steels: Microstructure and properties**. 3. ed. Oxford: Elsevier Ltd, 2006.
- BRANDON, D. G. The structure of high-angle grain boundaries. **Acta Metallurgica**, v. 14, p. 1479-1484, 1966.
- CAMPOS, M. F.; MOREÍ, M. C. M.; PADILHA, A. F. Uma compilação crítica de valores de energia de defeito de empilhamento para diversos metais. **Boletim Técnico da Escola Politécnica da USP**, BT/PMT/9901, p. 1-20, 1999.
- CHANG, S. K. Texture change from primary to secondary recrystallization by hot-band normalizing in grain-oriented silicon steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 452, p. 93-98, 2007.
- CHEN, N.; ZAEFFERER, S.; LAHN, L.; GÜNTHER, K.; RAABE, D. Effects of topology on abnormal grain growth in silicon steel. **Acta Materialia**, v. 51, n. 6, p. 1755-1765, 2003.
- COBB, H. M. **Steel Products Manual: Stainless Steel**. Warrendale: Iron and Steel Society, 1999.
- DE COCK, T.; CAPDEVILA, C.; CABALLERO, F.G.; GARCIA DE ANDRÉS, C. Global recrystallisation model of the low carbon steel sheets with different cementite contents. **Materials Science and Engineering A**, v. 519, p. 9-18, 2009.
- DOHERTY, R. D.; HUGHES, D. A.; HUMPHREYS, F. J.; JONAS, J. J.; JUUL JENSEN, D.; KASSNER, M. E.; KING, W. E.; MCNELLEY, T. R.; MCQUEEN, H. J.; ROLLETT, A. D. Current issues in recrystallization: a review. **Materials Science and Engineering A**, v. 238, p. 219-274, 1997.
- DORNER, D.; ZAEFFERER, S.; RAABE, D. Retention of the Goss orientation between microbands during cold rolling of an Fe3%Si single crystal. **Acta Materialia**, v. 55, p. 2519-2530, 2007.
- DUCKHAM, A.; ENGLER, O.; KNUTSEN, R. D. Moderation of the recrystallization texture by nucleation at copper-type shear bands in Al-1%Mg. **Acta Materialia**, v. 50, p. 2881-2893, 2002.
- DUNN, C.G. Secondary recrystallization textures and their origin in cold rolled single crystals of silicon-iron. **Acta Metallurgica**, v. 1, p. 163-175, 1953.

EL-KASHIF, E.; ASAKURA, K.; KOSEKI, T.; SHIBATA, K. Effects of boron, niobium and titanium on grain growth in ultra high purity 18% Cr ferritic stainless steel. **ISIJ International**, v. 44, n. 9, p. 1568-1575, 2004.

EMREN, F.; SCHLIPPENBACH, U. V.; LUCKE, K. Investigation of the development of the recrystallization textures in deep drawing steels by ODF analysis. **Acta Metallurgica**, v. 34, n. 11, p. 2105-2117, 1986.

ENGLER, O. Influence of particle stimulated nucleation on the recrystallization textures in cold deformed al-alloys part II - modeling of recrystallization textures. **Scripta Materialia**, v. 37, n. 11, p. 1675-1683, 1997.

ENGLER, O. An EBSD local texture study on the nucleation of recrystallization at shear bands in the alloy Al-3%Mg. **Scripta Materialia**, v. 44, p. 229-236, 2001.

ENGLER, O.; VATNE, H. E.; NES, E. The roles of oriented nucleation and oriented growth on recrystallization textures in commercial purity aluminium. **Materials Science and Engineering A**, v. 205, p. 187-198, 1996.

ENGLER, O.; KONG, X. W.; YANG, P. Influence of particle stimulated nucleation on the recrystallization textures in cold deformed Al-alloys part I - experimental observations. **Scripta Materialia**, v. 37, n. 11, p. 1665-1674, 1997.

ENGLER, O.; YANG, P.; KONG, X. W. On the formation of recrystallization textures in binary Al-1.3%Mn investigated by means of local texture analysis. **Acta Materialia**, v. 44, n. 8, p. 3349-3369, 1996.

FLECK, N. A.; MULLER, G. M.; ASHBY, M. F. HUTCHINSON, J. W. Strain gradient plasticity: theory and experiments. **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 42, p. 475-487, 1994.

FUJITA, N.; KIKUCHI, M.; OHMURA, K. Expressions for solubility products of $\text{Fe}_3\text{Nb}_3\text{C}$ carbide and Fe_2Nb Laves Phase in niobium alloyed ferritic stainless steels. **ISIJ International**, v. 43, n. 12, p. 1999-2006, 2003.

GOTTSTEIN, G. **Physical Foundations of Materials Science**. Berlin: Springer-Verlag, 2004.

HAMADA, J.; MATSUMOTO, Y.; FUDANOKI, F.; MAEDA, S. Effect of initial solidified structure on ridging phenomenon and texture in type 430 ferritic stainless steel sheets. **ISIJ International**, v. 43, n. 12, p. 1989-1998, 2003.

HANSEN, N. Polycrystalline strengthening. **Metallurgical Transactions A**, v. 16, p. 2167-2190, 1985.

HANSEN, N. Cold deformation microstructures. **Materials Science and Technology**, v. 6, p. 1039-1047, 1990.

HARREN, S. V.; DÈVE, H. E.; ASARO, R. J. Shear band formation in plane strain compression. **Acta Metallurgica**, v. 36, n. 9, p. 2435-2480, 1988.

HAYAKAWA, Y.; SZPUNAR, J. A. The role of grain boundary character distribution in secondary recrystallization of electrical steels. **Acta Materialia**, v. 45, n. 3, p. 1285-1295, 1997.

HAYAKAWA, Y.; SZPUNAR, J. A. A new model of goss texture development during secondary recrystallization of electrical steel. **Acta Materialia**, v. 45, n. 11, p. 4713-4720, 1997.

HÖLSCHER, M.; RAABE, D.; LUCKE, K. Rolling and recrystallization texture of bcc steels. **Steel Research**, v. 62, n. 12, p. 567-575, 1991.

HÖLSCHER, M.; RAABE, D.; LUCKE, K. Relationship between rolling textures and shear textures in f.c.c. and b.c.c. metals. **Acta Metallurgica at Materialia**, v. 42, n. 3, p. 879-886, 1994.

HUANG, Y.; HUMPHREYS, F. J.; FERRY, M. Hot deformation and annealing of cube oriented aluminium single crystals. **Materials Science and Technology**, v. 16, p. 1367-1371, 2000.

HUGHES, D. A.; HANSEN, N. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. **Acta Materialia**, v. 45, n. 9, p. 3871-3886, 1997.

HUH, M-Y.; LEE, J-H.; PARK, S.H.; ENGLER, O.; RAABE, D. Effect of through-thickness macro and micro-texture gradients on ridging of 17%Cr ferritic stainless steel. **Steel Research International**, v. 76, n. 11, p. 797-805, 2005.

HUMPHREYS, F. J. The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed aluminium. **Acta Metallurgica**, v. 25, n. 7, p. 1323-1344, 1977.

HUMPHREYS, F. J. Local lattice rotations at second phase particles in deformed metals. **Acta Metallurgica**, v. 27, p. 1801-1814, 1979.

HUMPHREYS, F. J. Particle stimulated nucleation of recrystallization at silica particles in nickel. **Scripta Materialia**, v. 43, p. 591-596, 2000.

HUMPHREYS, F. J. Nucleation in recrystallization. **Materials Science Forum**, v. 467-470, p. 107-116, 2004.

HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. 2nd ed. Oxford: Elsevier, 2004.

HURLEY, P. J.; HUMPHREYS, F. J. Modelling the recrystallization of single-phase aluminium. **Acta Materialia**, v. 51, p. 3779-3793, 2003.

HUTCHINSON, B. Recrystallization textures in iron resulting from nucleation at grain boundaries. **Acta Metallurgica**, v. 37, n. 4, p. 1047-1056, 1989.

HUTCHINSON, B. Deformation microstructure and texture in steels. **Philosophical Transactions of the Royal Society A**, v. 357, 1471-1485, 1999.

INAGAKI, H. Cracking of cementite particles and its influences on the development of the rolling texture in low carbon steels. **Zeitschrift für Metallkunde**, v. 78, n. 9, p. 630-638, 1987.

KONRAD, J.; ZAEFFERER, S.; RAABE, D. Investigation of orientation gradients around a hard Laves particle in a warm-rolled Fe₃Al based alloy using a 3D EBSD-FIB technique. **Acta Materialia**, v. 54, n. 5, p. 1369-1380, 2006.

KUHLMANN-WILSDORF, D. Regular deformation bands and the LEDS hypothesis. **Acta Materialia**, v. 47, n. 6, p. 1697-1712, 1999.

LEE, C. S.; DUGGAN, B. J. Deformation banding and copper-type rolling textures. **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 41, n. 9, p. 2691-2699, 1993.

LEE, C. S.; SMALLMAN, R. S.; DUGGAN, B. J. The formation of cube-oriented material and its surrounding in cold rolled fcc metals. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 29, p. 43-48, 1993.

MAY, J.E., TURNBULL, D. Secondary recrystallization in silicon steel, **Trans. AIME**, v. 212, p. 769-781, 1958.

MCQUEEN, H. J.; SPIGARELLI, S. Nomenclature for strain-induced boundaries in hot and cold working. **Materials Science and Engineering A**, v. 462, p. 37-44, 2007.

MISHRA, S.; DARMAN, C.; LUCKE, K. On the development of the goss texture in iron-3% silicon. **Acta Metallurgica**, v. 32, n. 12, p. 2185-2201, 1984.

PADILHA, A. F.; PLAUT, R. L.; RIOS, P. R. Stainless steels heat treatment. In: TOTTEN, G. E. **Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies**. 2nd ed. Portland: CRC Press, 2007. p. 695-735.

PADILHA, A. F.; SICILIANO JR. F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. 3. ed. São Paulo: ABM, 2005.

PALUMBO, G.; LEHOCKEY, E. M.; PIN, P. Application for grain boundary engineering materials. **Journal of Metals**, v. 50, p. 40-43, 1998.

PARK, Y.B.; LEE, D.N.; GOTTSTEIN, G. The evolution of recrystallization textures in body centred cubic metals. **Acta Materialia**, v. 46, n. 10, p. 3371-3379, 1998.

PARK, J.T.; SZPUNAR, J.A. Texture development during grain growth in non-oriented electrical steels. **ISIJ International**, v. 45, p. 743-749, 2005.

RAABE, D. Investigation of the orientation dependence of recovery in low-carbon steel by use of single orientation determination. **Steel Research**, v. 66, n. 5, p. 222-229, 1995.

RAABE, D. Overview on basic types of hot rolling texture of steels. **Steel Research**, v. 74, p. 327-337, 2003.

RAABE, D.; LÜCKE, K. Texture and microstructure of hot rolled steel. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 26, n. 8, p. 1221-1226, 1992.

RAABE, D.; LUCKE, K. Texture of ferritic stainless steels. **Materials Science and Technology**, v. 9, p. 302-312, 1993.

RAABE, D.; ROTERS, F.; MARX, V. Experimental investigation and numerical simulation of the correlation of recovery and texture in bcc metals and alloys. **Textures and Microstructures**, v. 26, p. 611-635, 1996.

RAABE, D.; SCHLENKERT, G.; WEISSHAUPT, H.; LÜCKE, K. Texture and microstructure of rolled and annealed tantalum. **Materials Science and Technology**, v. 10, p. 299-305, 1994.

RAJMOHAN, N.; SZPUNAR, J. A.; HAYAKAWA, Y. A role of fractions of mobile grain boundaries in secondary recrystallization of Fe-Si steels. **Acta Materialia**, v. 47, n. 10, p. 2999-3008, 1999.

RANDLE, V.; ENGLER, O. **Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping**. Boca Raton: CRC Press, 2000.

RIDHA, A. A.; HUTCHINSON, W. B. Recrystallization mechanisms and the origin of cube texture in copper. **Acta Metallurgica**, v. 30, p. 1929-1939, 1982.

RYU, J-H.; LEE, D. N. The effect of precipitation on the evolution of recrystallization texture in AA8011 aluminum alloy sheet. **Materials Science and Engineering A**, v. 336, p. 225-232, 2002.

SANDIM, H. R. Z. Heterogeneidades de deformação: Uma visão microscópica. In: TSCHIPTSCHIN, A. P., *et. al.* **Textura e Relações de orientação**. 2. ed. São Paulo: IPEN, 2003. p. 19-34.

SANDIM, H. R. Z. **Recristalização de metais refratários com estrutura de grãos grosseiros**. 2008. 262 f. Tese de Livre-Docência – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

SANDIM, H. R. Z.; LINS, J. F. C.; PINTO, A. L.; PADILHA A. F. Recrystallization behavior of a cold-rolled niobium bicrystal. **Materials Science and Engineering A**, v. 354, p. 217-228, 2003.

SANDIM, H. R. Z., MARTINS, J. P., PADILHA, A. F. Orientation effects during subdivision and subsequent annealing in coarse-grained tantalum. **Scripta Materialia**, v. 45, p. 733-738, 2001.

SANDIM, H. R. Z.; MARTINS, J. P.; PINTO, A. L.; PADILHA A. F. In-grain and grain-to-grain textural inhomogeneities in coarse-grained tantalum. **Materials Science Forum**, v. 467-470, p. 507-512, 2004.

SANDIM, H. R. Z.; MARTINS, J. P.; PINTO, A. L.; PADILHA A. F. Recrystallization of oligocrystalline tantalum deformed by cold rolling. **Materials Science and Engineering A**, v. 392, p. 209-221, 2005.

SANDIM, H.R.Z.; MATOS, B.F.S.; FONSECA, G.S.; RIOS, P.R. Microstructural path of recrystallization in an electron beam melted Ta-10wt% W alloy. **Materials Science Forum**, v. 467-470, p. 513-518, 2004.

SANDIM, H. R. Z.; RAABE, D. An EBSD study on orientation effects during recrystallization of coarse-grained niobium. **Materials Science Forum**, v. 467-470, p. 519-524, 2004.

SCHLIPPENBACH, U. V.; EMREN, F.; LUCKE, K. Investigation of the development of the cold rolling texture in deep drawing steels by ODF-analysis. **Acta Metallurgica**, v. 34, n. 7, p. 1289-1301, 1986.

SHIMIZU, R., HARASE, J., DINGLEY, D.J. Prediction of secondary recrystallization texture in Fe-3%Si by three-dimensional texture analysis. **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 38, n. 6, p. 973-978, 1990.

SIM, G.M.; AHN, J.C.; HONG, A.S.; LEE, K.J.; LEE, K.S. Effect of Nb precipitate coarsening on the high temperature strength in Nb containing ferritic stainless steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 396, p. 159-165, 2005.

THEYSSIER, M. C.; DRIVER, J. H. Recrystallization nucleation mechanism along boundaries in hot deformed Al bicrystals. **Materials Science and Engineering A**, v. 272, p. 73-82, 1999.

TIKHOVSKIY, I.; RAABE, D.; ROTERS, F. Simulation of the deformation texture of a 17% Cr ferritic stainless steel using the texture component crystal plasticity finite element method considering texture gradients. **Scripta Materialia**, v. 54, p. 1537-1542, 2006.

TROEGER, L. P.; STARKE JR., E. A. Particle stimulated nucleation of recrystallization for grain-size control and superplasticity in an Al-Mg-Si-Cu alloy. **Materials Science and Engineering A**, v. 293, p. 19-29, 2000.

TRUMAN, J. E. Stainless Steels. In: CAHN, R. W.; HAASEN, P.; KRAMER, E. J. **Materials Science and Technology**. A Comprehensive Treatment. Würzburg: Wiley-VHC, 2005. p. 529-581.

TSUJI, N.; TSUZAKI, K.; MAKI, K. Effect of initial orientation on the cold rolling behavior of solidified columnar crystals in a 19% Cr ferritic stainless steel. **ISIJ International**, v. 32, n. 12, p. 1319-1328, 1992.

TSUJI, N.; TSUZAKI, K.; MAKI, K. Effect of initial orientation on the recrystallization behavior of solidified columnar crystals in a 19% Cr ferritic stainless steel. **ISIJ International**, v. 33, n. 7, p. 783-792, 1993.

TSUJI, N.; TSUZAKI, K.; MAKI, K. Effects of rolling reduction and annealing temperature on the recrystallization structure of solidified columnar crystals in a 19% Cr ferritic stainless steel. **ISIJ International**, v. 34, n. 12, p. 1008-1017, 1994.

VAN HOUTTE, P. **The MTM-FHM Software System, version 2: User's Manual**. Belgium: Katholieke Universiteit Leuven, 1995.

VANDERMEER, R.A.; OGLE, J.C. The development of preferred orientation in cold-rolled niobium (Columbium). **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, v. 242, 1317-1326, 1968.

VANDERMEER, R.A.; SNYDER JR., W.B. Recovery and recrystallization in rolled tantalum single crystal. **Metallurgical Transactions A**, v. 10, p. 1031-1044, 1979.

XU, W.; FERRY, M.; CAIRNEY, J. M.; HUMPHREYS F.J. Three-dimensional investigation of particle-stimulated nucleation in a nickel alloy. **Acta Materialia**, v. 55, p. 5157-5167, 2007.

ZHONG-HAI, Y.; YI-FAN, X.; JIA, G. Texture distribution through-the-thickness after cold-rolling of 3% silicon steel. **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 38, n. 6, p. 1023-1029, 1990.