

**EDGAR GOMES DE ARAUJO**

**INCUBAÇÃO DA RECRYSTALIZAÇÃO EM CHAPAS DE AÇO  
SUBMETIDAS A PEQUENAS DEFORMAÇÕES**

**Trabalho de formatura apresentado à  
Escola Politécnica da Universidade  
de São Paulo.**

**SÃO PAULO  
2006**

**EDGAR GOMES DE ARAUJO**

**INCUBAÇÃO DA RECRYSTALIZAÇÃO EM CHAPAS DE AÇO  
SUBMETIDAS A PEQUENAS DEFORMAÇÕES**

**Trabalho de formatura apresentado à  
Escola Politécnica da Universidade  
de São Paulo.**

**Área de concentração:  
Engenharia Metalúrgica e de  
Materiais**

**Orientador:  
Fernando José Gomes Landgraf**

**SÃO PAULO  
2006**

## **AGRADECIMENTOS**

Ao meu orientador Fernando José Gomes Landgraf pelo apoio e oportunidade.

Ao Nicolau Aponema Castro por todo apoio e dedicação.

À minha mãe, Adelaide, e minha avó, Maria, pela minha formação.

À Vanessa, minha namorada, e a toda sua família pelo apoio e respeito.

À Taeko Yonamine pelas medidas de EBSD.

À toda a equipe do Laboratório de Metalurgia do Pó e Materiais Magnéticos pelo  
companheirismo.

Ao Instituto de Pesquisas Tecnológicas pela disponibilização de equipamentos e  
recursos para a elaboração do trabalho.

## **Resumo**

O trabalho presente trabalha estuda o crescimento de grão em materiais metálicos submetidos a pequenas deformações e posteriormente recozidos, fenômeno também conhecido como recristalização secundária ou crescimento anormal de grão. Os mecanismos que regem este processo ainda não são consenso na literatura. Análises experimentais utilizando aço AISI 1006 foram realizadas sob a influência do grau de deformação, da etapa prévia de descarbonatação e temperatura de recozimento. A evolução da textura durante o processo de crescimento de grão foi observada sob estes mesmos parâmetros.

Os resultados obtidos confirmam a existência da inibição do crescimento normal de grão por deformação e o efeito do carbono na composição como retardador da recristalização. A evolução da textura parece indicar relação com o fator de Taylor.

**Palavras-chave:** Crescimento anormal de grão, recristalização secundária, textura de recristalização, descarbonatação.

## Índice de figuras

Figura 1- Efeito do tamanho de grão nas perdas magnéticas totais (Pt), perdas histeréticas (Ph), perdas clássicas ou de Foucault (Poc) e perdas anômalas (Pa) de um aço com 2%Si [18].....	3
Figura 2 – Anisotropia de curva de magnetização de monocristal de Fe nas direções <100>, <110> e <111> [19].....	4
Figura 3 – Variação da energia livre durante a migração de contorno de grão na frente de recristalização em material deformado [2].....	10
Figura 4 – Exemplo de textura em chapas [11]. .....	12
Figura 5 – Espaço tridimensional dos ângulos de Euler utilizado nas ODF.....	13
Figura 6 – Ábaco de uma ODF com $\varphi_2 = 45^\circ$ mostrando os principais componentes [17].....	13
Figura 7 – Mapa de fatores Taylor para CCC em compressão, secção $\varphi_2=45^\circ$ do espaço de ângulos de Euler (orientações de Bunge) [17]. .....	21
Figura 8 – Recozimento de amostras não deformadas por um período de 3 horas. Legenda: (P)- ferro puro; (PO)- ferro puro oxidado (precipitados); (AD)- aço Armco desoxidado (substitucional); (A)- aço Armco (substitucional + precipitados). .....	23
Figura 9 – Razão de crescimento de tamanho médio de grão em função do grau de deformação, após recozimento isotérmico por 3 horas nas temperaturas de 700 e 850°C. A razão é dada em relação ao tamanho de grão inicial. Legenda: : (P)- ferro puro; (AD)- aço Armco desoxidado (substitucional); (A)- aço Armco (substitucional + precipitados). .....	24
Figura 10 – Tamanho médio de grão de amostras de ferro de alta pureza deformadas e não deformadas em função de tempo de recozimento em tratamento isotérmico nas temperaturas de 664, 680 e 690°C.....	25
Figura 11 – Relação entre a evolução de tamanho grão de amostras deformadas e não deformadas durante recozimentos isotérmicos nas temperaturas de 664, 680, 690°C.....	27
Figura 12 – Fluxograma de preparação das amostras. ....	31
Figura 13 – Classificação de direções nas amostras.....	34
Figura 14 – Amostra AC000 (sem descarbonatação, sem deformação e sem recozimento). .....	36
Figura 15 – Amostra AD000 (descarbonetada, sem deformação e sem recozimento). .....	37
Figura 16 – Comparação da série de amostras BCxxx. Legenda: a) BC000 – 0%; b) BC006 – 6% e c) BC010 – 10%. .....	38
Figura 17 – Amostra BC000 (sem descarbonatação, sem deformação e recozimento em 700°C por 2 horas). .....	39

Figura 18 – Amostra BC006 (sem descarbonatação, 6% de deformação e recozimento em 700°C por 2 horas). O grão (a) é um dos grãos que estão em crescimento anormal. ....	39
Figura 19 – Amostra BC010 (sem descarbonatação, 10% de deformação e recozimento em 700°C por 2 horas). O grão (a) é um dos grãos que estão em crescimento anormal. ....	40
Figura 20 - Comparação da série de amostras BDxxx. Legenda: a) BD000 – 0%; b) BD006 – 6% e c) BD010 – 10%. ....	41
Figura 21 – Amostra BD000 (descarbonetada, sem deformação e recozimento em 700°C por 2 horas). ....	42
Figura 22 – Amostra BD006 (descarbonetada, 6% de deformação e recozimento em 700°C por 2 horas). O grão (a) é um dos grãos que estão em crescimento anormal. ....	42
Figura 23 – Amostra BD010 (descarbonetada, 10% de deformação e recozimento em 700°C por 2 horas). Há um “cluster” não recristalizado. ....	43
Figura 24 - Comparação da série de amostras ECxxx. Legenda: a) EC000 – 0%; b) EC006 – 6% e c) EC010 – 10%. ....	44
Figura 25 – Amostra EC000 (sem descarbonatação, sem deformação e recozimento em 760°C por 2 horas). O grão (a) pode ser um grão em crescimento anormal. ....	45
Figura 26 – Amostra EC006 (sem descarbonatação, 6% deformação e recozimento em 760°C por 2 horas). ....	45
Figura 27 – Amostra EC010 (sem descarbonatação, 10% deformação e recozimento em 760°C por 2 horas). ....	46
Figura 28 - Comparação da série de amostras EDxxx. Legenda: a) ED000 – 0%; b) ED006 – 6% e c) ED010 – 10%. ....	47
Figura 29 – Amostra ED000 (descarbonetada, sem deformação e recozimento em 760°C por 2 horas). ....	48
Figura 30 – Amostra ED006 (descarbonetada, 6% deformação e recozimento em 760°C por 2 horas). ....	48
Figura 31 – Amostra ED010 (descarbonetada, 10% deformação e recozimento em 760°C por 2 horas). ....	49
Figura 32 – Gráfico da evolução do tamanho de grão na fração não recristalizada das séries BCxxx, ECxxx e BDxxx, em relação aos respectivos tamanhos médios de grão das amostras antes da laminação e recozimento, AC000 e AD000. ....	50
Figura 33 – Mapa de grãos da série ECxxx com orientações referentes a Figura de Pólo Inversa. Legenda: A) EC000; B) EC006 e C) EC010. ....	52
Figura 34 – Mapa de grãos da série EDxxx com orientações referentes a Figura de Pólo Inversa. Legenda: A) ED000; B) ED006 e C) ED010. ....	53

Figura 35– Mapa de grãos da série ECxxx com IQ (Image Quality). Legenda: A) EC000; B) EC006 e C) EC010.....	54
Figura 36 – Mapa de grãos da série EDxxx com IQ (Image Quality). Legenda: A) ED000; B) ED006 e C) ED010.....	55
Figura 37 – Mapa de grãos da série ECxxx com “orientation spread”. Legenda: A) EC000; B) EC006 e C) EC010.....	56
Figura 38 – Mapa de grãos da amostra EC010 com “orientation spread”. Legenda: A) regiao total; B) região ampliada .....	58
Figura 39 – Gráficos de “grain orientation spread”. Legenda: A) EC010; B) EC006 e C) EC000.....	59
Figura 40 – Ábacos de orientações cristalográficas [17]. .....	60
Figura 41 – Mapa de textura (ODF) da amostra AC000.....	61
Figura 42 – Mapa de textura (ODF) da amostra AD000.....	61
Figura 43 – Mapa de textura (ODF) da amostra BC000.....	62
Figura 44 – Mapa de textura (ODF) da amostra BC006.....	62
Figura 45 – Mapa de textura (ODF) da amostra BC010.....	62
Figura 46 – Mapa de textura (ODF) da amostra BD000.....	63
Figura 47 – Mapa de textura (ODF) da amostra BD006.....	63
Figura 48 – Mapa de textura (ODF) da amostra BD010.....	64
Figura 49 – Mapa de textura (ODF) da amostra EC000.....	64
Figura 50 – Mapa de textura (ODF) da amostra EC006.....	65
Figura 51 – Mapa de textura (ODF) da amostra EC010.....	65
Figura 52 – Mapa de textura (ODF) da amostra ED000.....	66
Figura 53 – Mapa de textura (ODF) da amostra ED006.....	66
Figura 54 – Mapa de textura (ODF) da amostra ED010.....	66
Figura 55 – Evolução da textura da amostra AD000 após deformação de 10% e recozimento a 700°C por 2 horas (BD010).....	68
Figura 56 – Evolução da textura da amostra AD000 após deformação de 6% e recozimento a 760°C por 2 horas (ED006).....	68
Figura 57 – Evolução da textura da amostra AD000 após deformação de 10% e recozimento a 760°C por 2 horas (ED010).....	68
Figura 58 – Mapa de fatores de Taylor para cisalhamento puro [24].....	69

## Índice de tabelas

Tabela 1 – Composição química das amostras utilizadas. Legenda: (P)- ferro puro; (PO)- ferro puro oxidado (precipitados); (AD)- aço Armco desoxidado (substitucional); (A)- aço Armco (substitucional + precipitados). ....	22
Tabela 2 – Dados da corrida do material base. ....	32
Tabela 3 – Tamanho médio de grão na fração não recristalizada das amostras...	49

## Sumário

<b>Índice de figuras .....</b>	<b>i</b>
<b>Índice de tabelas .....</b>	<b>iv</b>
<b>1 Introdução .....</b>	<b>1</b>
1.1 Introdução contextual .....	1
1.1.1 Tamanho de grão em aços elétricos .....	2
1.1.2 Textura em aços elétricos .....	3
1.1.3 Objetivos .....	4
1.2 Introdução histórica .....	5
<b>2 Revisão bibliográfica .....</b>	<b>8</b>
2.1 Conceitos de recristalização.....	8
2.1.1 Sobre a recristalização.....	10
2.1.2 Sobre o crescimento normal de grão. ....	11
2.2 Textura .....	11
2.2.1 Textura de deformação .....	13
2.2.2 Textura de recristalização .....	15
2.3 Aumento do tamanho de grão por pequena deformação e recozimento. ....	16
2.3.1 Hipótese de recristalização primária .....	18
2.3.2 Hipótese de MCID .....	19
2.3.3 Hipótese de recristalização secundária induzida por deformação....	21
<b>3 Materiais e métodos.....</b>	<b>30</b>
3.1 Material.....	32
3.2 Descarbonetação .....	33
3.3 Laminação.....	33
3.4 Recozimento .....	33
3.5 Microscopia ótica.....	33
3.6 Microscopia eletrônica.....	34
3.7 Difração de raios-X.....	34
<b>4 Resultados e discussão .....</b>	<b>36</b>

<b>5 Conclusão .....</b>	<b>70</b>
<b>6 Referências bibliográficas .....</b>	<b>72</b>

# 1 Introdução

## 1.1 *Introdução contextual*

Uma das principais variáveis de controle no processamento dos materiais metálicos é o tamanho de grão. O tamanho de grão tem influência em muitas propriedades mecânicas do material, por exemplo, resistência à fadiga, limite de escoamento, tenacidade, entre outros.

De um modo geral, o tamanho de grão reduzido beneficia as propriedades mecânicas dos metais<sup>1</sup>. Porém a maioria dos objetos metálicos tem sua origem em algum processo de solidificação, e portanto, possuem uma microestrutura de solidificação com tamanho grão grosseiro<sup>2</sup>.

Para obter tal redução no tamanho de grão o metal bruto de fundição é submetido a processos termo-mecânicos nos quais sofre deformação e aquecimento, como exemplos o forjamento, a laminação e a extrusão. Em alguns casos as etapas de aquecimento e deformação podem ocorrem simultaneamente como do forjamento a quente, ou separadamente como a laminação a frio, onde o aquecimento é subsequente à deformação.

A obtenção de um tamanho de grão reduzido nem sempre é desejado, um caso onde esta afirmação é valida são nos aços elétricos. Estes aços são aplicados na construção dos núcleos ferromagnéticos utilizados em máquinas elétricas, como por exemplo, motores e transformadores. Estes núcleos ferromagnéticos têm a finalidade de amplificar e concentrar o campo magnético aplicado sobre o mesmo. Quando este campo magnético sofre variação de intensidade no tempo, e isso se aplica a todos os transformadores e praticamente todos os tipos de motores elétricos, produz um efeito chamado perdas de Foucault. Tal efeito consiste na circulação interna de correntes elétricas induzidas sobre os elétrons livres do metal, e como tal circulação ocorre num material com resistividade elétrica baixa, há uma perda térmica em decorrência do efeito Joule [23].

---

<sup>1</sup> Normalmente o tamanho de grão desejado é na ordem de alguns  $\mu\text{m}$ .

<sup>2</sup> Os produtos brutos de solidificação, normalmente apresentam tamanho de grão na ordem de mm.

Para contornar esta deficiência deve-se elevar a resistividade do núcleo ferromagnético. Para tanto a solução encontrada foi produzir o núcleo a partir de um empilhamento de chapas de aço com revestimento isolante, e assim elevar a resistividade global do mesmo. Outra solução adotada foi a adição de elementos químicos que elevem a resistividade do núcleo, como por exemplo, o silício que é adicionado à composição do aço (valores em torno de 3% Si são amplamente utilizados).

Além das perdas em decorrência ao efeito Joule há perdas intrínsecas ao material, estas são denominadas perdas histeréticas e perdas anômalas. A perda anômala é a diferença entre a perda total e a soma das perdas histeréticas e de Foucault. No caso da perda histerética, seu efeito dispersivo está relacionado com a nucleação e movimentação dos domínios magnéticos que ocorre no interior dos grãos quando o campo sobre o material sofre variação de intensidade e alternância de sentido.

A mobilidade desses domínios está relacionada com os seguintes parâmetros do material:

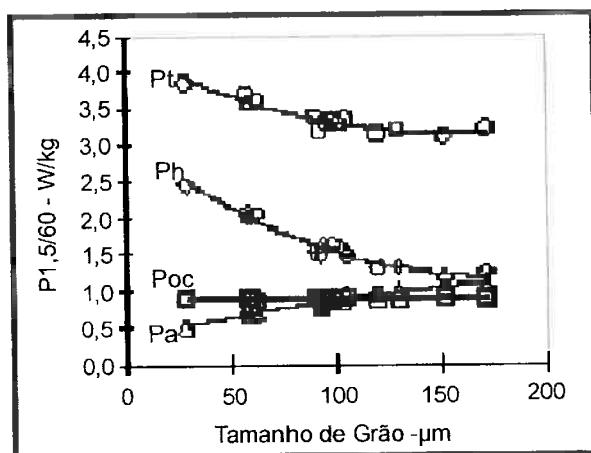
- I. Composição do aço.
- II. Tamanho de grão.
- III. Inclusões.
- IV. Textura cristalográfica.

Os tópicos I e III não serão abordados neste trabalho.

### **1.1.1 Tamanho de grão em aços elétricos**

O tamanho de grão nos aços para fins elétricos influencia no desempenho do material. Normalmente os domínios magnéticos têm suas fronteiras coincidindo com os contornos de grão, já que estes domínios tendem a atravessar os grãos em toda sua extensão. Quando ocorre a variação de campo sobre o material, as fronteiras dos domínios movimentam-se, expandindo e contraindo os volumes dos domínios. Como há uma interação (ancoramento) entre as paredes de domínio

magnético e os contornos de grão, um campo resultante de domínios remanescentes, chamado de campo coercivo ( $H_c$ ), permanece durante a alternância do campo magnético. O campo coercivo tem sentido contrário ao campo aplicado, e desta maneira causa uma perda energética, denominada perda histerética [23]. Experimentalmente tal perda histerética mantém uma relação inversa com o tamanho médio de grão. Este fato pode ser observado na Figura 1.

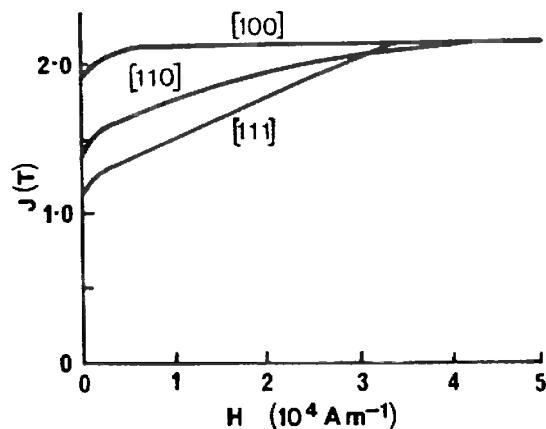


**Figura 1- Efeito do tamanho de grão nas perdas magnéticas totais (Pt), perdas histeréticas (Ph), perdas clássicas ou de Foucault (Poc) e perdas anômalas (Pa) de um aço com 2%Si [18].**

### 1.1.2 Textura em aços elétricos

A anisotropia é a variação de propriedades em função de orientação espacial do material, tal fenômeno é comum em diversos materiais. No caso de cristais de Fe (ferro) há uma anisotropia associada às propriedades magnéticas.

Certas orientações do reticulo cristalino (CCC) do Fe- $\alpha$ , em relação a um campo magnético aplicado sobre o mesmo, resulta em curvas de magnetização diferentes. Este efeito é ilustrado na Figura 2.



**Figura 2 – Anisotropia de curva de magnetização de monocrystal de Fe nas direções <100>, <110> e <111> [19].**

Como observado na Figura 2, direções <100> são as que possuem magnetização mais fácil (menor perda), seguidas pelas direções <110>. Assim, se num empilhamento de chapas de um núcleo ferromagnético as direções dos grãos estiverem com as direções <100> alinhadas com o campo circulante, tem-se um núcleo com menores perdas histeréticas [23].

No caso de transformadores, o campo circula sobre o plano da chapa e em uma única direção, assim a solução ideal é que todos os grãos tenham suas direções <100> no plano da chapa e alinhados. Uma textura com essas características é a componente Goss {110}<001>, onde as direções <001> estão paralelas a direção de laminação (DL) [10].

A textura para motores é diferente, pois o campo magnético é girante. Ou seja, o campo também está no plano da chapa, porém gira em todas as direções deste plano. Assim a direção <001> dos grãos tem que se distribuir em todas as direções do plano da chapa. Essa textura é caracterizada como {001}<uv0> // [10].

### 1.1.3 Objetivos

Na indústria de aços elétricos para motores, o processo para realizar o crescimento do tamanho médio de grão para valores<sup>3</sup> na ordem de 150µm, é chamado recristalização secundária ou crescimento anormal de grão.

Para aperfeiçoar ainda mais este tipo de material, processos de controle de textura devem ser implementados, pois como visto, a obtenção de uma textura cristalográfica correta, neste caso a {001}<uv0>, traz benefício à propriedade magnética.

A recristalização leva, muitas vezes, a uma evolução de textura. Assim, busca-se através desta conciliar o crescimento de grão com a evolução para textura adequada.

O controle de tamanho de grão já é bem estabelecido, porém o controle da textura ainda está em desenvolvimento. Para compreender melhor a evolução de textura durante a recristalização, deve-se compreender melhor a própria recristalização.

Porém, este processo de crescimento de tamanho de grão por deformação e recozimento ainda não está bem estabelecido pela comunidade científica. Alguns autores afirmam ser um processo de recristalização primária, Antonione et al. dizem ser crescimento anormal de grão induzido por deformações, e outros dizem ser um processo de MCID (Migração de Contorno Induzida por Deformação, visto com mais detalhe no tópico 2.3.2).

E é neste contexto que se insere o trabalho, buscando um melhor esclarecimento sobre os mecanismos de crescimento de tamanho de grão por deformação e recozimento.

## 1.2 *Introdução histórica*

As primeiras observações da existência de grãos nos metais ocorreram nos séculos XVII e XVIII. Hooke (1665) observou uma lâmina de corte com lupa de aumento e realizou alguns desenhos. Newton (1672) estudou as superfícies de fratura. E Reaumur (1722) observou os grãos em metal e realizou especulações sobre as mudanças ocorridas durante o tratamento térmico [1].

---

<sup>3</sup> Este valor é estabelecido como tamanho ideal para tal aplicação [9].

Porém o processo de recristalização só veio à luz em meados do século XVIII, e mesmo assim de forma rudimentar. Em 1858 Nogues aquecendo repetidamente um fio de platina observou o surgimento de cristalinidade<sup>4</sup>, o que pode ter sido a primeira constatação de crescimento de grão da história [1].

Kalischer (1881-1882) realizou um estudo sobre recozimento de metais submetidos à deformação a frio. Observou o crescimento de grão numa folha de zinco e constatou que a deformação destruirá sua “cristalinidade” e o subsequente aquecimento a restaurava. Também relacionou o estudo com as mudanças de propriedades do material. Ledebur em 1883 descobriu a relação do aumento do tamanho de grão com o aumento da temperatura e com o aumento do tempo de recozimento. E em 1898, Stead disse que o mecanismo de crescimento é processo de nucleação e crescimento [1].

As correlações da recristalização com o grau de deformação vieram à tona no inicio do século XX. Charpy, Le Chatelier e Suveur, em 1911 observaram que ao recozer um metal que foi submetido a um teste de dureza Brinell, a região da marca do teste apresentou um enorme crescimento de grão, diferente do resto do material. Uma explicação para tal fenômeno foi proposta por Chappell dois anos depois. Ele demonstrou que tal ocorrência se deve a um baixo grau de deformação localizado, o que resultaria numa baixa formação de núcleos. Tal fenômeno foi chamado de “crescimento exacerbado de grão” [1].

No decorrer do século XX o tema recristalização ganhou força e recebeu grande atenção da comunidade científica. O advento de novas tecnologias durante o século XX, como o difração de raio-X, MET (microscópio eletrônico de transmissão) e MEV (microscópio eletrônico de varredura) propiciou um aprofundamento no conhecimento da recristalização. Com a difração de raio-X em 1924 Wever publica as primeiras figuras de pólo de alumínio e ferro laminados a frio [2], e assim iniciam-se os estudos sobre textura cristalográfica relacionada com os mecanismos de deformação e recristalização. O conceito de discordância proposto por Orowan, Taylor e Polany, independentemente, pode ser

---

<sup>4</sup> O termo cristalinidade era usado devido à aparência adquirida pelo metal após o crescimento de tamanho de grão, que então podia ser observado a olho nu.

aprofundado, assim como sua formação de subestruturas de deformação e sua evolução nos processos de recozimento, graças ao advento da microscopia eletrônica de transmissão [2].

Mais recentemente, durante a década de 80, o surgimento da microscopia eletrônica de varredura aliada com a técnica de EBSD ("Electron BackScattered Diffraction") nos permitiu realizar novas análises de maneira rápida e precisa, como por exemplo, realizar um mapeamento de uma micro região e observar a textura de cada grão (microtextura) e sua distribuição, bem como a variação de textura na secção do grão [2].

Apesar de passados mais de 120 anos desde que Kalischer realizou os primeiros estudos sobre recristalização, e neste período foi amplamente estudado, é ainda assunto de pesquisa devido a sua complexidade e sua potencialidade, já que a recristalização é uma etapa presente na grande maioria dos processos metalúrgicos.

## 2 Revisão bibliográfica

Esta parte do trabalho se iniciará revisando alguns conceitos gerais sobre recristalização e crescimento de grão. Lembrando que o tópico sobre recristalização dinâmica não será abordado no presente trabalho.

### 2.1 Conceitos de recristalização

Durante os processos de transformação mecânica a frio o material é submetido a campos de tensões que o deformam plasticamente. O mecanismo de deformação consiste principalmente no escorregamento relativo entre planos atômicos (cislamento) assistido por discordâncias. Assim, durante a deformação fontes de discordâncias são ativadas para promover os deslocamentos necessários. Parte dessas discordâncias ficam retidas no material ao final do processo.

Como consequência deste processo uma quantidade de energia elástica, devido às discordâncias, fica retida no volume do material.

Se numa etapa subsequente o material for recozido em temperaturas moderadas ou altas<sup>5</sup>, o banho térmico no qual foi submetido permitirá que mecanismos atuem de forma a reduzir a energia que foi armazenada pela deformação plástica. Tais mecanismos são a recuperação e recristalização.

Os processos de transformação foram classificados, por Gibbs, em dois tipos. O primeiro tipo, Gibbs I, são aqueles que envolvem os processos de nucleação e crescimento do núcleo formado [3]. Este tipo de transformação se inicia em pontos localizados de um volume, criando uma interface entre as regiões transformadas e não transformadas. A expansão dar-se-á por uma frente de transformações ao longo da interface.

Os processos de transformação do segundo tipo, Gibbs II, são aqueles que ocorrem de forma continua e uniforme ao longo de um volume, ou seja, de forma homogeneia [3]. Neste caso não há a presença de interface durante a transformação.

---

<sup>5</sup> Temperaturas que variam entre  $0,2 \cdot T_{\text{fusão}}$  e  $0,8 \cdot T_{\text{fusão}}$ .

Os dois tipos de transformação podem ser observados em mecanismos relacionados ao processo de recristalização.

Nos recozimentos de materiais submetidos à deformação plástica, atuam vários mecanismos descritos a seguir [2]:

- I. Reação de defeitos puntiformes;
- II. Aniquilação de discordâncias;
- III. Rearranjo de discordâncias<sup>6</sup>;
- IV. Formação de contornos de alto ângulo;
- V. Migração de contornos de grão;
- VI. Redução de área de contornos de grão;

Os mecanismos I, II e III são denominados mecanismos de recuperação, o mecanismo VI é denominado crescimento normal de grão, e como tais mecanismos seguem de maneira uniforme, ao longo de todo o volume e sem a formação de uma interface, constata-se que a recuperação e o crescimento normal de grão são transformações do tipo Gibbs II [3].

Já os mecanismos IV e V são denominados nucleação e recristalização respectivamente. Estes são claramente transformações do tipo Gibbs I, onde IV é a etapa de nucleação (formação de contorno de grão, ou seja, criação de interface) e V é a etapa de crescimento e expansão da frente de transformação [3].

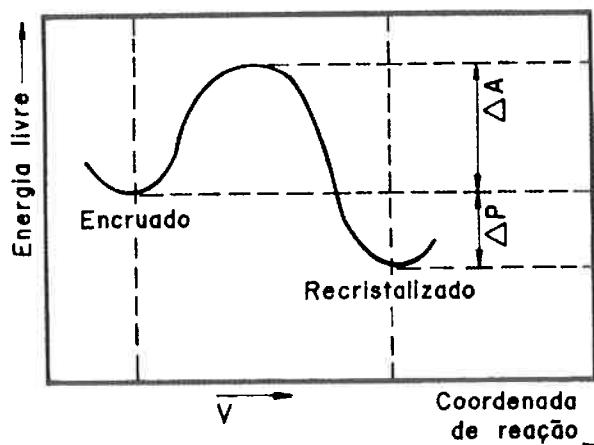
Observa-se, porém, que na transformação Gibbs I a nucleação e crescimento são etapas desmembradas, pois a etapa de crescimento nem sempre é precedida por uma fase de nucleação, vide o caso de crescimento anormal de grão induzido por precipitados. Neste caso ocorre apenas a migração de contornos pré-existentes [3].

---

<sup>6</sup> O rearranjo de discordâncias resulta na chamada poligonização, ou seja, as discordâncias se reagrupam formando uma subestrutura “celular” de modo a reduzir a energia acumulada na deformação [2]. As regiões internas a estrutura formada são os chamados subgrãos.

### 2.1.1 Sobre a recristalização

É definido como recristalização, ou mais precisamente recristalização primária, o processo em que a migração de contornos de alto ângulo tem como força motriz o encruamento remanescente da deformação plástica. A força motriz é caracterizada pela diferença de energia elástica entre a região recristalizada e a região encruada [3], isto pode ser ilustrado pela Figura 3. Esta diferença de energia é consequência da diferença de densidade de discordância entre essas regiões.



**Figura 3 – Variação da energia livre durante a migração de contorno de grão na frente de recristalização em material deformado [2].**

Alguns autores consideram que a recristalização primária é caracterizada pela nucleação de novos grãos [13]. Porém o termo nucleação pode ser inadequado, pois nuclear implica em originar a partir de um estado inicial nulo, ou seja, juntar átomo a átomo até formar um núcleo de grão. O que ocorre de fato é a criação de contornos de alto ângulo, isolando uma fração do volume, isto significa a formação de um novo grão [12].

A chamada recristalização secundária, ou crescimento anormal de grão, é caracterizado pela presença transitória de grãos exageradamente grandes numa matriz de grãos menores, ou seja, apresentam uma distribuição bimodal de tamanho de grão [2]. Tais grãos de tamanho exagerado crescem sobre a matriz de

grãos menores que vão sendo consumidos. A explicação, neste caso, encontrada na literatura [2] para promover o crescimento anormal de grão é a restrição do crescimento normal, ou seja, na presença de algum elemento inibidor da migração de contornos de grão, como a presença de precipitados ou de uma forte textura. Outra característica é a irregularidade dos contornos de grão ao final da recristalização.

### **2.1.2 Sobre o crescimento normal de grão.**

O crescimento normal de grão tem como base os mecanismos de migração de contornos de alto ângulo onde a força motriz é o excesso de energia livre associada com a superfície dos contornos de grão. O crescimento de grão tende a reduzir esta energia livre através da diminuição da curvatura dos contornos e da equalização angular das junções, que assim, acaba por reduzir a área de contornos no volume. E nesse caso a transformação é do tipo Gibbs II [3], pois a transformação atua sobre as superfícies ao longo de todo o volume de forma uniforme e não há interface, já que não há regiões com transformação e sem transformação.

Crescimento normal de grão, ao contrário do crescimento anormal de grão, ocorre de modo contínuo (sem saltos na taxa de recristalização) e a função de distribuição de tamanho de grão é caracterizada como uma função simples. Outra diferença é quanto a forma dos contornos de grão, neste caso tendem a ser planos.

## **2.2 Textura**

Textura cristalográfica é a distribuição de orientação de grãos de um material policristalino [11]. Quando numa distribuição a probabilidade de encontrar um grão com uma dada orientação, é a mesma para todas as outras orientações, chama-se de textura aleatória. Porém este tipo de textura não é tão comum, pois na maioria dos processos metalúrgicos há uma tendência de gerar orientações

preferenciais dos grãos, contudo cada processo apresenta características próprias em relação à evolução da textura.

No caso de chapas as orientações são definidas da seguinte forma: o plano  $\{hkl\}$  é o plano cuja superfície é paralela à superfície da chapa, e a direção  $<uvw>$  é a direção contida no plano  $\{hkl\}$  e paralela a direção de laminação (DL) da chapa [11]. Pode-se ver um exemplo na Figura 4.

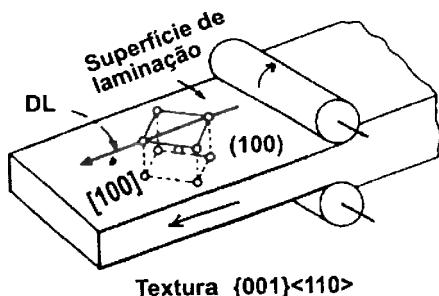
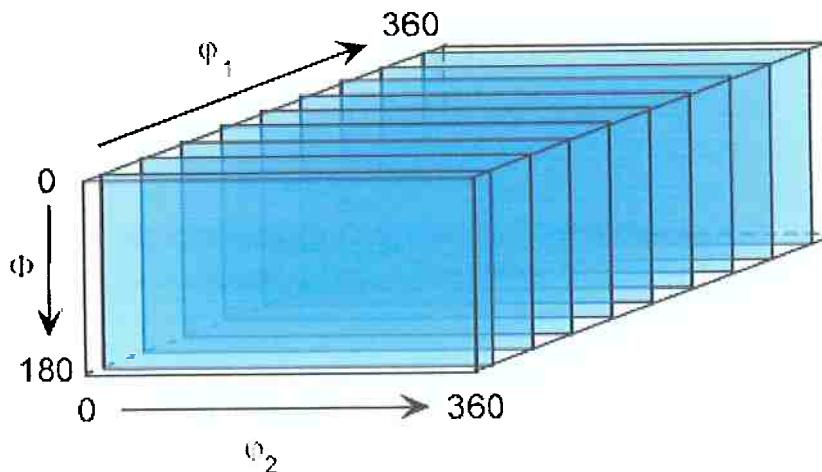


Figura 4 – Exemplo de textura em chapas [11].

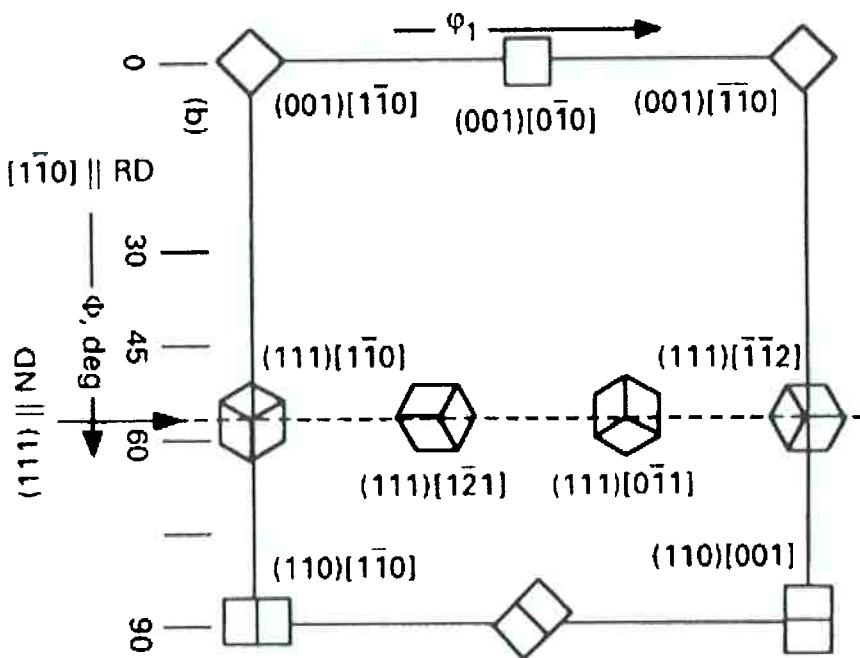
As preferências de orientação são denominadas componentes de textura, e é comum que os materiais contenham mais de um componente [11]. E esses componentes podem se apresentar de forma pontual ou na forma de fibras. Quando as orientações tendem a se concentrar ao redor de uma direção e um plano em específico, tem-se a forma pontual que é representada por  $\{hkl\}<uvw>$ . Porém, quando as orientações preferenciais estão distribuídas em diversas direções sobre um mesmo plano, ou estão distribuídas em diversos planos rotacionados em torno do eixo da direção dada, tem-se a chamada textura de fibra.

A quantificação da distribuição de orientações utiliza principalmente técnicas de difração de raios-X. A representação da análise pode ser feita através de figuras de pólo, mas outra forma de apresentação, atualmente mais utilizada, é a chamada Função de Distribuição de Orientações (em inglês ODF “Orientation Distribution Function”). Este método permite uma descrição mais completa, exibindo a distribuição num espaço tridimensional dos ângulos de Euler [2], ver Figura 5. Cada ângulo representa uma rotação do cristal. Para facilitar a análise, o

espaço é mostrado em secções, e normalmente a seção  $\varphi_2 = 45^\circ$  é suficiente para exibir todas as componentes de interesse. A Figura 6 mostra um ábaco de uma ODF com  $\varphi_2 = 45^\circ$ , indicando os principais componentes de textura para aços.



**Figura 5 – Espaço tridimensional dos ângulos de Euler utilizado nas ODF.**



**Figura 6 – Ábaco de uma ODF com  $\varphi_2 = 45^\circ$  mostrando os principais componentes [17].**

### 2.2.1 Textura de deformação

A deformação plástica ocorre através do cisalhamento entre planos cristalográficos e, em alguns casos, também ocorre por maclação. Nos materiais de estrutura CCC o cisalhamento ocorre principalmente no sistema  $\{110\} <111>$  [14]. O resultado disto é uma infinidade de rotações sobre a microestrutura do material. Isto também é interpretado como uma evolução de textura, neste caso, chamada de textura de deformação. No caso de laminationes em Fe- $\alpha$ , a evolução da textura tende a fortalecer os componentes  $<111>/\text{DL}$  e  $<110>/\text{DL}$  [14].

Para compreender a evolução da textura na deformação, ou mesmo, prever tal evolução, é necessário conhecer os mecanismos de deformação em metais. No caso da deformação mecânica em policristais há dois modelos teóricos:

- Modelo de G. Sachs: a hipótese deste modelo assume que os grãos de um policristal iram se deformar unicamente através do plano cisalhamento mais favorável, ou seja, cada grão irá se变形 como um monocrystal. A falha neste modelo é não considerar a necessidade de grãos vizinhos compatibilizarem suas deformações, mantendo a continuidade do material. Neste caso, o limite de escoamento material será a média dos limites de escoamento dos grãos com base na lei de Schimid<sup>7</sup> (tensão cisalhante resolvida) [11].
- Modelo de Taylor-Bishop-Hill: este modelo tem como base, a hipótese que para haver continuidade entre os grãos durante a deformação, todos os grãos devem se submeter à mesma deformação. Desta maneira, para atingir uma dada deformação e dependendo da orientação do grão em relação ao campo de tensão, os sistemas de cisalhamento ativados e a quantidade de deslizamento dos mesmos serão diferentes para cada orientação. Taylor considerou que 5 sistemas de cisalhamento de cristais CFC seriam suficientes, e calculou quais os 5 sistemas que produziriam tal

---

<sup>7</sup> A lei de Schimid é dada por:  $\tau = \sigma \cdot \cos \varphi \cdot \cos \lambda$ , onde  $\varphi$  e  $\lambda$  são os ângulos em relação ao eixo em que a tensão  $\sigma$  é aplicada, e definem o plano e a direção de cisalhamento.  $\tau$  é a tensão cisalhante resolvida [11].

deformação com o mínimo trabalho [11]. O chamado fator de Taylor ( $M$ ) é a relação entre a soma de cisalhamentos,  $\sum \delta\gamma$ , em uma dada orientação (no caso um determinado grão) e a deformação total da material,  $\delta\varepsilon$ . A formula do fator de Taylor pode ser observada na equação 1.

$$M = \frac{\sum \delta\gamma}{\delta\varepsilon}$$

**Equação 1 – Fator de Taylor**

Através do modelo de Taylor pode-se prever o quanto de cisalhamento, e em quais planos, cada grão foi submetido. E assim, prever as rotações internas aos grãos, consequentemente a evolução da textura de deformação [11].

O modelo de Taylor é que mais se aproxima dos resultados práticos, porém em muitos casos, não o suficiente para prever os resultados de deformações, ou mesmo, obter um a boa relação entre deformação e orientação cristalográfica. A razão para isto, é que a suposição de que todos os grãos sofrem a mesma deformação, não é realmente valida. O que aparentemente deve ocorrer, é que cada grão acomoda a deformação de forma ligeiramente diferente.

Gradientes de deformação intra-granulares tendem a ocorrer em grãos grosseiros, a deformação no interior do grão é menor que nas regiões próximas ao contorno de grão. Neste tipo de caso um modelo de Taylor aperfeiçoado, denominado “Relaxed Constraints Model”, que leva em conta um número menor de sistema é mais indicado.

As chamadas heterogeneidades de deformação, como por exemplo, as bandas de deformação, microbandas, entre outras. São mecanismos relacionados a deformações moderadas e altas, portanto não será dado maior detalhamento neste trabalho.

### 2.2.2 Textura de recristalização

A evolução da textura durante o processo de recozimento está relacionada com a migração de contornos de grão. Ou seja, através de mecanismo de migração de contornos de grão, a estrutura se modifica com a expansão de grãos pré-existentes ou novos, e com a eliminação de outros.

Assim o que vai determinar a criação ou modificação de orientações preferências vai ser a seleção dada pelo mecanismo de recristalização. Há dois tipos de seleções que podem ocorrer [3], de forma independente ou não:

- Nucleação orientada: a seleção ocorre no processo de formação de dos núcleos, ou seja, há uma tendência de se formarem núcleos com determinadas orientações através de mecanismo de deformação e recuperação.
- Crescimento seletivo: neste caso quem determina as orientações preferências são as mobilidades dos contornos de grãos pré-existentes ou nucleados. Assim, certas orientações estariam associadas a contornos de maior mobilidade, que então, teriam vantagem competitiva. Outro mecanismo de crescimento seletivo é o MCID, onde o fator de Taylor é o elemento seletivo.

De qualquer modo o processo de evolução de textura envolve uma série de variáveis, como a textura inicial, a deformação e recristalização. Assim a textura resultante é consequência do conjunto de mecanismo de todas essas etapas.

### **2.3 Aumento do tamanho de grão por pequena deformação e recozimento**

Processos que necessitam promover aumento do tamanho grão, neste caso em chapas, podem adotar uma das seguintes opções para obter o crescimento de grão:

- i. Crescimento normal de grão;

ii. Aumento do tamanho de grão por pequena deformação e recozimento;

Na opção pelo item i, o material sem deformação é colocado num forno de recozimento e permanece até que o tamanho de grão atinja o valor desejado. Caso a opção seja pelo item ii, o material passa por uma etapa denominada laminação de encruamento ou “skin pass”. Esta etapa consiste em aplicar sobre a chapa uma laminação de baixa deformação, normalmente os valores estão entre 2% e 10%. Dando seqüência ao procedimento, a etapa subsequente é o recozimento e é durante esta, que o aumento do tamanho de grão por pequena deformação e recozimento ocorre.

A diferença cinética entre as duas opções foram analisadas, por Antonione e colaboradores[8], em amostras de aço com alto grau de pureza, e nos seguintes graus de deformação: sem deformação, 2%, 5% e 10%. Nos resultados, as amostras sem deformação demoram entre 10 e 100 vezes mais em relação às amostras submetidas à laminação de encruamento. É por este motivo que os processos industriais, como os utilizados em aços elétricos, adotam esta etapa de laminação.

Apesar de amplamente utilizado, este procedimento não tem seus mecanismos totalmente esclarecidos pela literatura [2]. A discussão gira em torno da origem dos grãos que sofrem crescimento exagerado. A importância de se estudar o fenômeno, e seus mecanismos, deve-se a fato de existir uma correlação entre textura e esses mecanismos.

Neste trabalho serão analisados os modelos de mecanismos para o aumento do tamanho de grão por pequena deformação e recozimento, dividindo-os em três categorias:

- i. Recristalização primária;
- ii. MCID (Migração de Contorno Induzida por Deformação);
- iii. Recristalização secundária induzida por deformação;

De acordo com [2], o mecanismo de MCID é tratado como uma das fontes de núcleos na recristalização primária. Porém neste trabalho o MCID será tratado a parte, pois no MCID, assim como no mecanismo de recristalização secundária induzida por deformação, o crescimento ocorre sobre um grão pré-existente. Isto é importante do ponto de vista da análise da evolução de textura.

### **2.3.1 Hipótese de recristalização primária**

Na recristalização primária as estruturas resultantes da deformação, e posterior recuperação, são a base da nucleação, ou seja, mecanismos reestruturam as subestruturas de discordâncias formando contornos de alto ângulo. Assim, segundo alguns autores ([7] e [13]), na recristalização primária há a criação de novos grãos (contornos de alto ângulo). Estes novos núcleos tendem a surgir preferencialmente em locais de altas concentrações de defeitos, como no caso das chamadas heterogeneidades de deformações.

No caso do crescimento do tamanho de grão em materiais submetidos à baixa deformação, isto seria resultado de um baixo número de núcleos gerados. Este fato é conhecido há muito tempo, o tamanho de grão na recristalização primária apresenta uma relação inversa à deformação aplicada.

Observações em materiais submetidos a baixíssimas deformações, com reduções menores que 1%, já apresentam encruamento que evolui para subestruturas de discordâncias, como células e subgrãos [15]. Porém para que uma subestrutura evolua para um grão recristalizado, é necessário que ela adquira contornos de alto ângulo, e assim, terá mobilidade suficiente para crescer sobre o restante da estrutura.

Mecanismos de nucleação para contornos de alto ângulo, propostos na literatura [12] [2], envolvem crescimento e rotação de subgrãos. Há dois mecanismos clássicos:

- I. Nucleação por migração de subgrãos (crescimento de subgrão).
- II. Nucleação por coalescimento de subgrão.

Vale ressaltar que tais mecanismos são associados a materiais com deformações moderadas e altas, ou seja, deformações acima de 20% [2].

A análise da evolução da textura, neste caso, consiste em determinar o processo de formação de novos grãos. Ou seja, quais subgrãos são mais propícios para evoluir para possíveis núcleos (com contornos de alto ângulo) e quais desses terão uma força motriz resultante favorável ao crescimento. Para a força motriz ser favorável, o núcleo deve ter uma relação entre volume do núcleo e diferença de densidade de discordância acima de um valor crítico, no qual o crescimento terá  $\Delta G < 0$ .

Outro mecanismo de seleção dos possíveis núcleos são as diferenças de mobilidade entre os contornos. Os subgrãos que adquirirem contornos de alta mobilidade poderão ter vantagens sobre os outros.

Assim a textura resultante da recristalização primária é consequência desses possíveis mecanismos de seleção.

### 2.3.2 Hipótese de MCID

O mecanismo chamado de MCID (Migração de Contorno Induzida por Deformação) foi proposto por Beck e Sperry [13]. O estudo foi baseado no recozimento de alumínio com deformações de até 40%.

O mecanismo do MCID tem sua base sobre a existência de gradiente de deformação entre grão. Este fato pode ser explicado se adotar o modelo de Taylor para deformações plásticas.

Supondo que há diferença na densidade de discordâncias entre dois grãos vizinhos, então isso representa uma força motriz para a migração em direção sobre o grão com maior densidade de defeitos. Isto pode ser melhor explicado em termos de energia livre, os átomos do lado com maior densidade de discordância têm, em média, maior energia livre devido à maior presença de campos de tensões elásticas. E o banho térmico durante o recozimento permite que estes

átomos assumam uma posição de menor energia ao migrarem para o grão vizinho. Pode-se observar uma ilustração na Figura 3.

Deve-se considerar, também, a existência de uma força motriz contrária ao início da migração do contorno. Este potencial é devido à curvatura, desfavorável, criada sobre o contorno quando este migra sobre o grão vizinho. Deste modo tem-se um raio crítico da curvatura do contorno, que é calculado em relação à redução de energia no volume migrado e ao aumento de energia decorrente ao aumento de superfície. A fórmula para o cálculo pode ser observada na Equação 2.

$$L > \frac{2 \cdot \gamma}{\Delta E}$$

**Equação 2 – Cálculo para raio crítico no MCID.** Onde L é metade do comprimento de grão que irá migrar,  $\gamma$  é a energia por unidade de área referente ao contorno de grão e  $\Delta E$  é a energia por unidade de volume referente à redução de defeitos [2].

De acordo com Beck e Sperry [13]: “O MCID é muito semelhante a recristalização, mas difere desta pelo fato que no MCID, aparentemente, os núcleos se originam de grãos deformados já presente na estrutura. Portanto, a migração de contornos de grãos induzida por deformação pode ser considerada como recristalização sem a formação de novos núcleos.”

Para compreender a evolução da textura, deve-se conhecer qual o mecanismo de seleção para o MCID. Como já mencionado, o modelo de deformação plástica de Taylor tem significativa importância, pois através dele podem-se prever quais orientações tendem a concentrar menos encruamento. Deste modo as orientações com menor fator de Taylor tenderiam a crescer, fortalecendo sua textura, sobre orientações com fatores maiores. Isto pode ser ilustrado através de um mapa de fatores de Taylor calculado para laminação de chapas de aço baixo carbono e apresentado na secção  $\varphi_2=45^\circ$  do espaço de ângulos de Euler, Figura 7. Diferenças de densidade de deformação podem ser criadas, ou amplificadas, durante processos de recuperação [12].

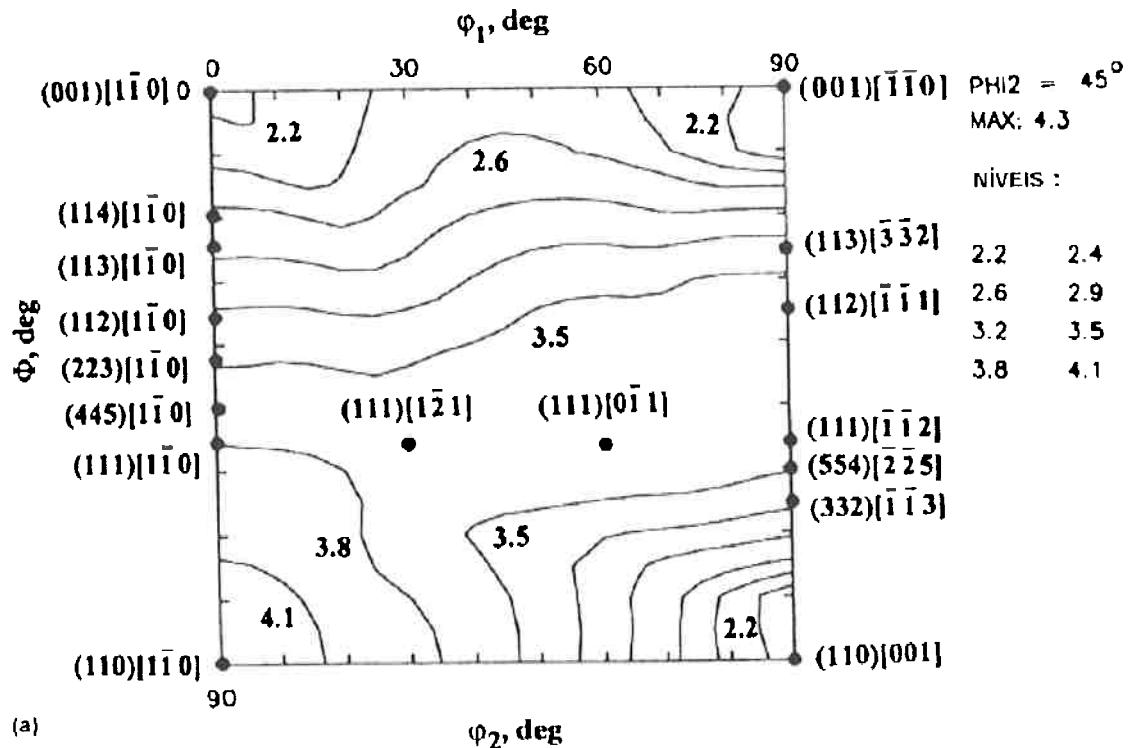


Figura 7 – Mapa de fatores Taylor para CCC em compressão, secção  $\phi_2=45^\circ$  do espaço de ângulos de Euler (orientações de Bunge) [17].

### 2.3.3 Hipótese de recristalização secundária induzida por deformação

A recristalização secundária induzida por deformação, como mecanismo para materiais submetidos a pequenas deformações, e posteriormente recozidos, foi proposto por um grupo de pesquisadores da Facoltà di Farmacia, Università di Torino. Estudos publicados em vários artigos, ([4], [5], [6] e [8]), apresentam o crescimento anormal de grãos devido ao bloqueio do crescimento normal como uma possível solução para o problema.

O fenômeno de crescimento anormal de grão ocorre em materiais com dispersão de precipitados, forte textura cristalográfica ou limitações impostas pela espessura da amostra [2]. Nesses casos o crescimento ocorre pela inibição do crescimento normal de grão, ou seja, um efeito inibidor da mobilidade atua sobre a maioria dos contornos de grão, deixando apenas alguns com mobilidade para crescer sobre a matriz travada.

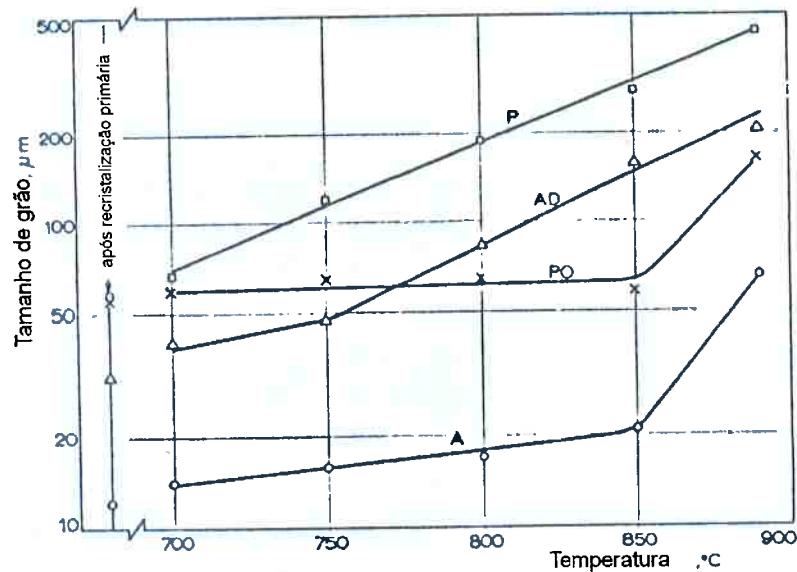
A hipótese baseia-se na interação entre discordâncias, e suas subestruturas, com os contornos de grão. De acordo com os autores, “A presença de subestruturas poligonizadas é, provavelmente, a responsável pelo estágio inicial da inibição do crescimento observado em espécies deformadas em torno de 5%. Neste estágio, a malha de subcontornos poligonizados atua como um fator de contenção para a força motriz do crescimento de grão, reduzindo a mobilidade dos contornos de grão primários; nessas condições certo período de tempo (tempo de incubação) é requerido para o desenvolvimento particular de alguns grãos, que posteriormente poderão ser núcleos num processo de recristalização secundária, e crescerem bem mais que os outros, os grãos menores.” [5].

Os estudos foram iniciados analisando-se os efeitos da presença de precipitados (óxidos), elementos substitucionais e intersticiais. Todas as amostras foram previamente submetidas à recristalização primária. A composição química das amostras é apresentada na Tabela 1.

**Tabela 1 – Composição química das amostras utilizadas. Legenda: (P)- ferro puro; (PO)-ferro puro oxidado (precipitados); (AD)- aço Armco desoxidado (substitucional); (A)- aço Armco (substitucional + precipitados).**

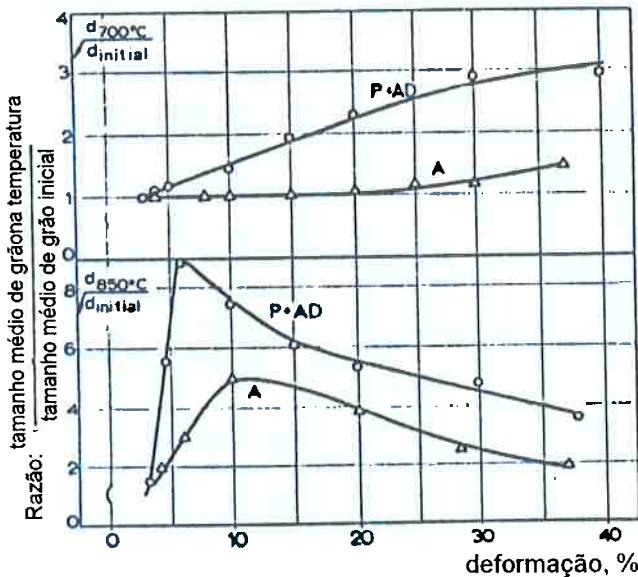
Amostra	Impurezas no metal	(C+N)	(S+P)	O
P	<20ppm	<3.0ppm	<10ppm	<5ppm
PO	<20ppm	<3.0ppm	<10ppm	~600ppm
A	~0.05%	~0.03%	~0.03%	~0.03%
AD	~0.05%	<10ppm	~0.005%	<10ppm

O recozimento das amostras sem deformação, induzindo crescimento normal de grão, demonstrou o efeito ancorador dos precipitados (óxidos) sobre os contornos de grão, conforme mostra o gráfico da Figura 8.



**Figura 8 – Recozimento de amostras não deformadas por um período de 3 horas.** Legenda: (P)- ferro puro; (PO)- ferro puro oxidado (precipitados); (AD)- aço Armco desoxidado (substitucional); (A)- aço Armco (substitucional + precipitados).

Analizando as taxas de crescimento relativo de amostras com deformação, Figura 9, constata-se que também há um efeito ancorador devido aos precipitados. Outro ponto que pode ser observado na mesma figura, é em relação à temperatura do recozimento, nota-se que deve haver uma relação deformação-temperatura mínima em que o processo de crescimento anormal ocorra.



**Figura 9 – Razão de crescimento de tamanho médio de grão em função do grau de deformação, após recozimento isotérmico por 3 horas nas temperaturas de 700 e 850°C. A razão é dada em relação ao tamanho de grão inicial. Legenda: : (P)- ferro puro; (AD)- aço Armco desoxidadado (substitucional); (A)- aço Armco (substitucional + precipitados).**

Estudos sobre a cinética do processo foram feitos em ferro com alto grau de pureza [6]. Foi constatada a existência de um tempo de incubação, este é o tempo decorrido entre o inicio do recozimento e o inicio do crescimento exagerado de grão. Há também, uma relação inversa entre o tempo de incubação e a deformação aplicada. Estas afirmações podem ser observadas na Figura 10.

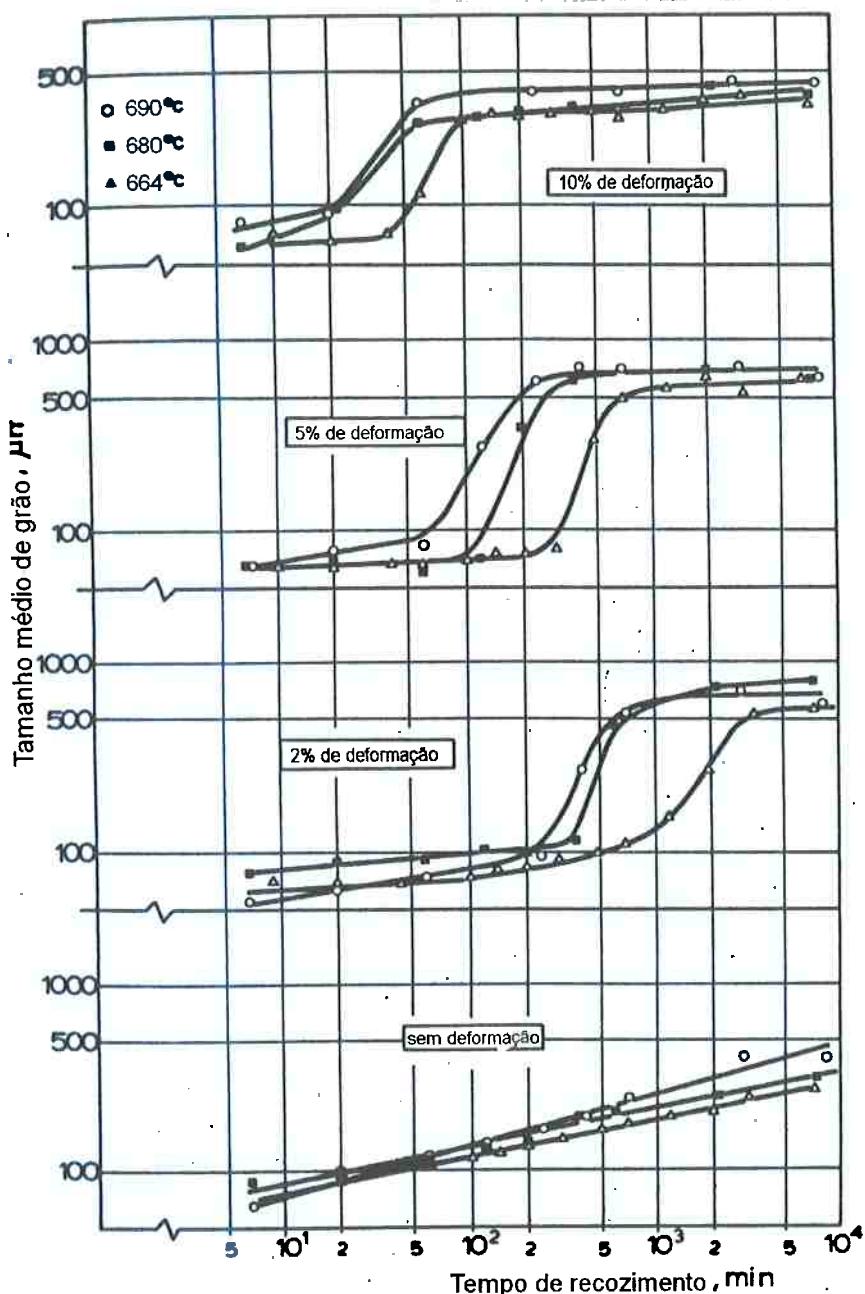


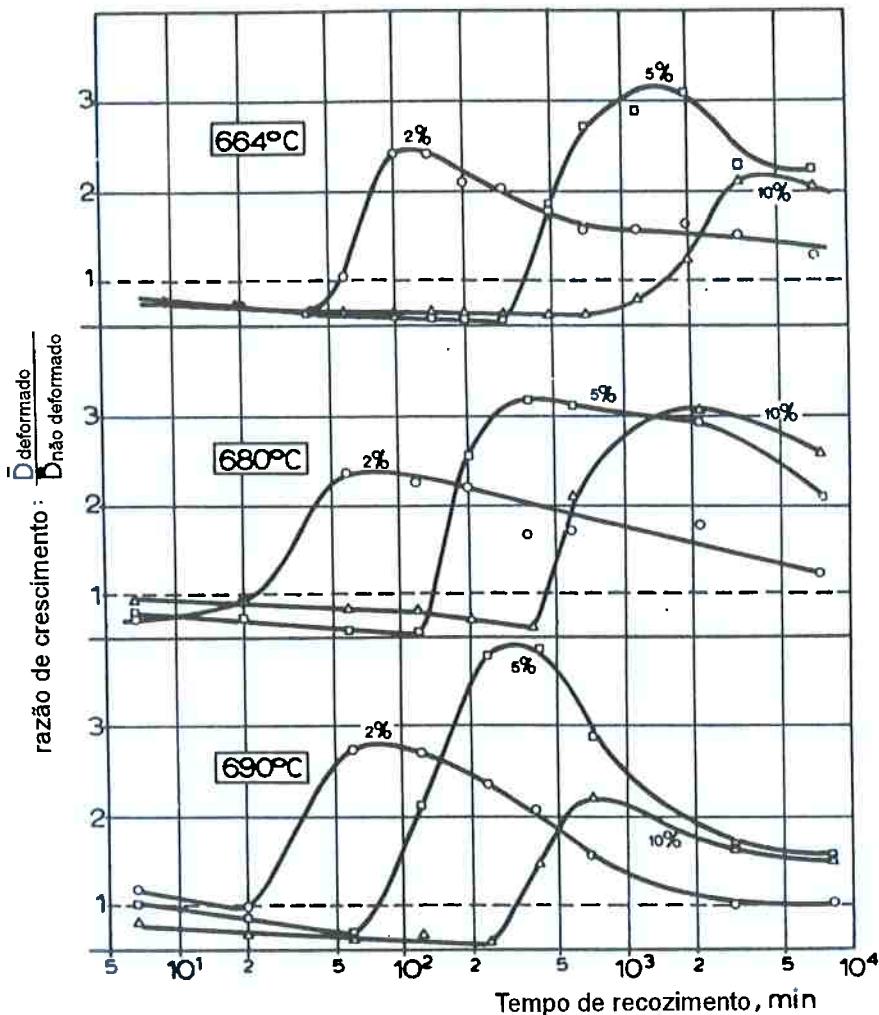
Figura 10 – Tamanho médio de grão de amostras de ferro de alta pureza deformadas e não deformadas em função de tempo de recozimento em tratamento isotérmico nas temperaturas de 664, 680 e 690°C.

Em relação a temperatura de recozimento, nota-se pela Figura 10, que a tamanho médio de grão final praticamente não se altera com a variação da temperatura, como já constatado por autores [9].

Comparando as taxas de crescimento do tamanho de grão, os autores dividiram o processo em três etapas:

- I. Incubação;
- II. Crescimento anormal;
- III. Crescimento normal;

Para um maior detalhamento destas etapas, uma comparação entre a evolução de tamanho de grão em amostras com deformação e sem deformação é apresentada na Figura 11.



**Figura 11 – Relação entre a evolução de tamanho grão de amostras deformadas e não deformadas durante recozimentos isotérmicos nas temperaturas de 664, 680, 690°C.**

Observações importantes podem ser feitas sobre a Figura 11. Durante a primeira etapa, a incubação, há uma defasagem do crescimento de grão nas amostras deformadas em relação às não deformadas. Os autores associam este fato a um efeito bloqueador das discordâncias.

Este é o ponto chave para hipótese da recristalização secundária induzida por deformação, o encruamento gerado por baixas deformações (discordâncias e suas subestruturas) interage com os contornos de grãos, causando o travamento do mesmo [5]. Assim, o encruamento teria o mesmo comportamento de uma

distribuição de precipitados ou uma textura forte [2], que são os mecanismos tradicionais de inibição de mobilidade.

Durante o período de incubação, a alta temperatura ativa mecanismos de recuperação e reestruturação das discordâncias que “liberaram” alguns contornos, que então, podem crescer livremente sobre o resto da estrutura imobilizada.

Note que a força motriz para este mecanismo é a redução de energia de superfície, a deformação atua apenas como elemento bloqueador de mobilidade dos contornos [4].

Outro trabalho defensor desta hipótese [7] chama o fenômeno de SISR (Strain Induced Secondary Recrystallisation). O mecanismo responsável pelo crescimento de tamanho de grão é baseado na interação entre discordâncias e contornos de grão. Tal interação causa a redução da mobilidade dos contornos, e assim, inibe o crescimento normal de grão. Através de rearranjos e migrações, as discordâncias e suas subestruturas, são absorvidas pelos contornos de grãos existentes. Porém esta absorção não ocorre de forma uniforme sobre todos os contornos, e assim, num determinado instante (tempo de incubação) somente alguns contornos terão adquirido mobilidade suficiente para crescer sobre o resto da estrutura ainda imobilizada. De acordo com a autora: “é importante distinguir entre SISR e a recristalização primária: a diferença essencial entre eles é que no SISR não há novos grãos nucleados”.

O trabalho [7] também discute sobre o mecanismo de seleção dos contornos. A seleção determinaria quais os contornos que iriam absorver mais rapidamente as discordâncias e a retomar sua mobilidade, ou quais iriam ter mais dificuldades. Neste caso a seleção ocorre da seguinte forma: “Contornos de grão especiais, que apresentem algum tipo de CSL (Coincidence Site Lattice), não absorvem as discordâncias tão rapidamente como os outros contornos aleatórios, assim, a deformação tende a reter os contornos especiais”.

Uma explicação para esta diferença de comportamento nos contornos pode estar sobre a variação de energia livre. Os contornos especiais, que contenham CSL, são caracterizados por apresentarem baixa energia livre devido às coincidências [3]. Caso estes contornos absorvam discordâncias, perdendo ou reduzindo as

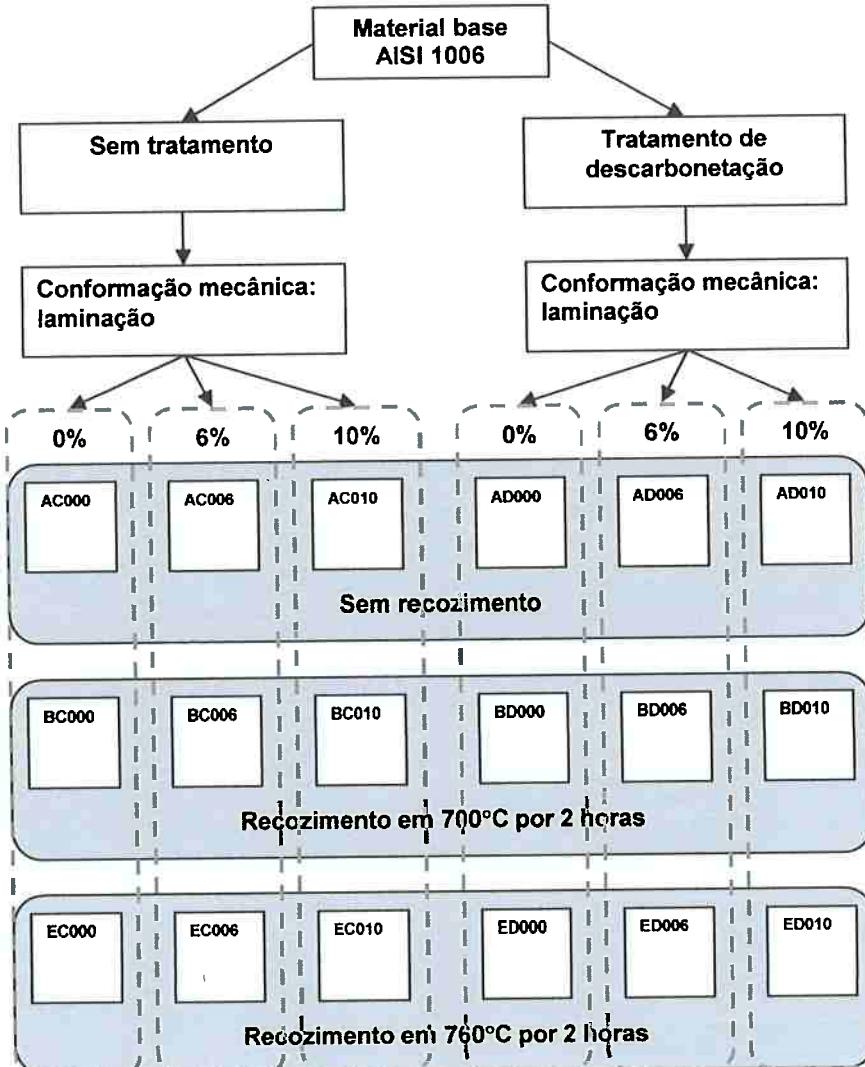
coincidências, sua energia livre se elevará. Já nos contornos de alto ângulo não coincidentes, a absorção de discordâncias provavelmente causará um acréscimo de energia livre menor, ou mesmo negativo, pois sua configuração sofrerá pouca alteração e podem ocorrer aniquilações. Esta seleção de contornos é importante sob o ponto de vista da evolução da textura durante o crescimento de grão por deformação e recozimento.

Um ponto de aparente incoerência nessa hipótese é a relação entre tempo de incubação e deformação aplicada. Se a interação das discordâncias com os contornos causa redução de mobilidade, porque o aumento de deformação reduz o tempo de incubação?

### 3 Materiais e métodos

A parte experimental do trabalho consiste em analisar o crescimento de grão em chapas de aço submetidas a baixas deformações e subsequente recozimento, em relação à microestrutura, evolução de textura, efeito da descarbonatação prévia, efeito da temperatura de recozimento e efeito da deformação. Assim as amostras foram preparadas em grupos como ilustra o fluxograma da Figura 12.

Para a análise, foram realizadas micrografias em microscópio óptico, medidas de tamanho de grão, imagens em microscópio eletrônico de varredura equipado com EBSD e análise de textura por difração de raios-X.



**Figura 12 – Fluxograma de preparação das amostras.**

As amostras foram codificadas com o seguinte critério:

RS YYY

R -> significa o tipo de recozimento

A – sem reconhecimento

B – recozido em forno a vácuo por 2h em 700°C

E – recozido em forno a vácuo por 2h em 760°C

S -> significa a etapa de descarbonetação

C – a amostra não foi descarbonetada

D – a amostra foi descarbonetada

YYY -> representa o grau de deformação antes do recozimento

000 – sem deformação

006 – 6% de deformação

010 – 10% de deformação

Podem-se chamar as amostras AC000 e AD000, de amostras de controle. Pois são os materiais base antes dos processos de laminação e recozimento.

Quando o texto se referir a um grupo de amostras com o mesmo recozimento e material base, mas com diferentes deformações, por exemplo, BC000, BC006 e BC010, será utilizado o termo do tipo RSxxx, neste caso BCxxx.

### **3.1 Material**

Material escolhido para elaboração prática deste trabalho foi retirado de uma bobina de chapa de aço AISI 1006 com espessura de 600 $\mu\text{m}$ . Este material foi fornecido pela CSN como chapa de 2mm de espessura. Os dados de corrida podem ser visto na Tabela 2.

**Tabela 2 – Dados da corrida do material base.**

Composição química da corrida CSN número: 2C0670

C	Mn	Si	S	P
0.070%	0.430%	0.080%	0.011%	0.015%

No histórico do material consta o processo de relaminação a frio realizado pela Brasmetal. As espessuras nos passes de laminação foram: 2,0mm – 1,25mm – 0,85mm – 0,70mm – 0,63mm. Contabilizando uma redução total de 68,5%. Após a laminação a frio o material foi recozido a 670°C por um período de 3 horas.

### **3.2 Descarbonatação**

Metade das amostras, depois de cortadas da bobina, foi submetida a uma etapa de descarbonatação. Elas foram alocadas num suporte, de modo a permanecerem na posição vertical e afastadas, e posteriormente colocadas em um forno de atmosfera controlada. A temperatura foi ajustada para 760°C e a atmosfera com umidade em 22°C de ponto de orvalho.

### **3.3 Laminação**

Amostras com e sem tratamento de descarbonatação, foram laminadas em um único passe. As reduções foram em dois graus: 6% e 10%. As amostras que não foram laminadas serviram como grupo de controle e comparação.

### **3.4 Recozimento**

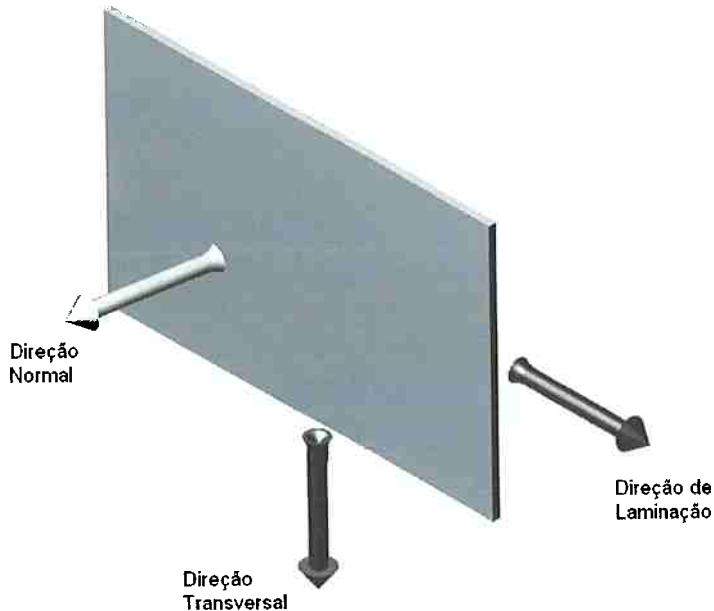
As amostras foram submetidas a dois tipos de recozimento: i) 700°C e ii) 760°C. Ambos foram realizados em forno a vácuo por um período de 2 horas. A taxa de aquecimento foi de 10°C/min, e o resfriamento foi natural dentro do forno (cerca de 12 horas).

### **3.5 Microscopia ótica**

Após o recozimento, as amostras foram preparadas para observação em microscópio óptico. O método de preparação consistiu em:

- i. lixamento até grano #1000;
- ii. polimento em pano com pasta de diamante de até  $1\mu\text{m}$ ;
- iii. polimento em politriz automática com sílica-gel;
- iv. ataque químico com nital 10% para revelar os contornos de grão.

As superfícies analisadas foram na secção longitudinal, ou seja, no plano perpendicular ao versor DT (direção transversal), mostrado na Figura 13.



**Figura 13 – Classificação de direções nas amostras.**

A medida do tamanho de grão médio foi realizada através da microscopia óptica utilizando o método das intersecções em círculo. Foram feitas 20 medições para cada amostra, com cerca 25 intersecções cada. A contagem foi feita apenas sobre a fração não recristalizada do material.

As imagens foram obtidas através de microscópio óptico acoplado com câmera digital de aquisição, e posteriormente tratadas em software apropriado.

### **3.6 Microscopia eletrônica**

As amostras do grupo ECxxx (sem descarbonatação e recozidas a 760°C por 2 horas) foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura equipado com EBSD (“Electron BackScattered Diffraction”), e com resolução de 1 $\mu$ m. Os resultados foram tratados e diversas análises foram feitas no software OIM.

### **3.7 Difração de raios-X**

As amostras foram analisadas no equipamento de difração de raio-X com goniômetro de textura da marca Shimadzu, modelo XRD6000. Foi utilizado tubo de Cu em modo multi-capilar. As amostras foram preparadas com lixamento até grano #600, e posteriormente atacadas com Nital 10% conforme estudo realizado [22].

Os picos dos planos: (100), (110), (211) e (310), foram convertidos por software apropriado em mapa de textura do tipo ODF (“Orientation Distribution Function”).

As amostras com deformação e sem recozimento (AC006, AC010, AD006 e AD010) não tiveram suas texturas analisadas, pois em baixas deformações a evolução de textura não é significativa [21].

## 4 Resultados e discussão

Os resultados aqui apresentados buscam esclarecer sobre quais os mecanismos que atuam no crescimento de grão por deformação e recozimento. O processo de crescimento anormal foi induzido em amostras com e sem descarbonatação, através de baixas deformações e, posterior recozimento.

A análise dos resultados se iniciará apresentando as imagens de metalografia em microscópio óptico. A Figura 14 e Figura 15 mostram respectivamente os estados iniciais do material analisado, antes da laminação e recozimento.

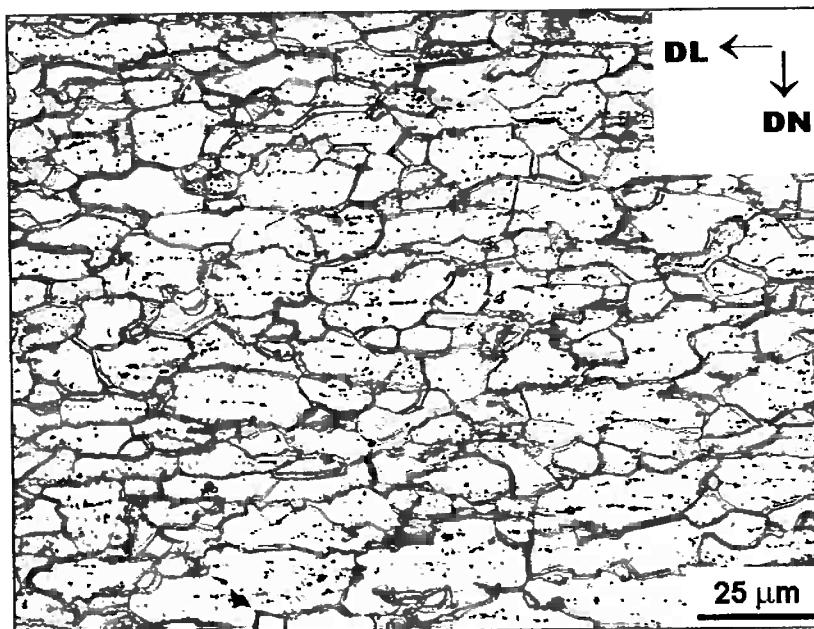


Figura 14 – Amostra AC000 (sem descarbonatação, sem deformação e sem recozimento).

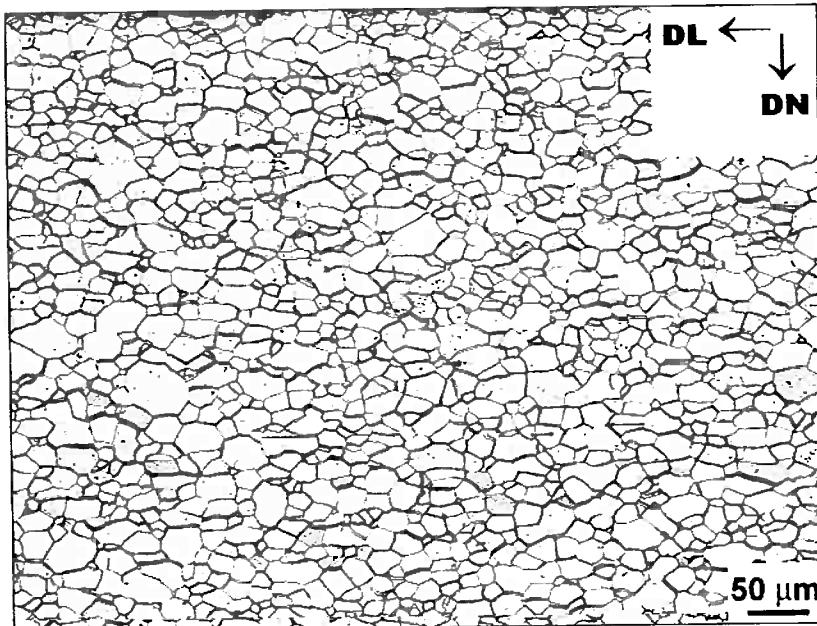
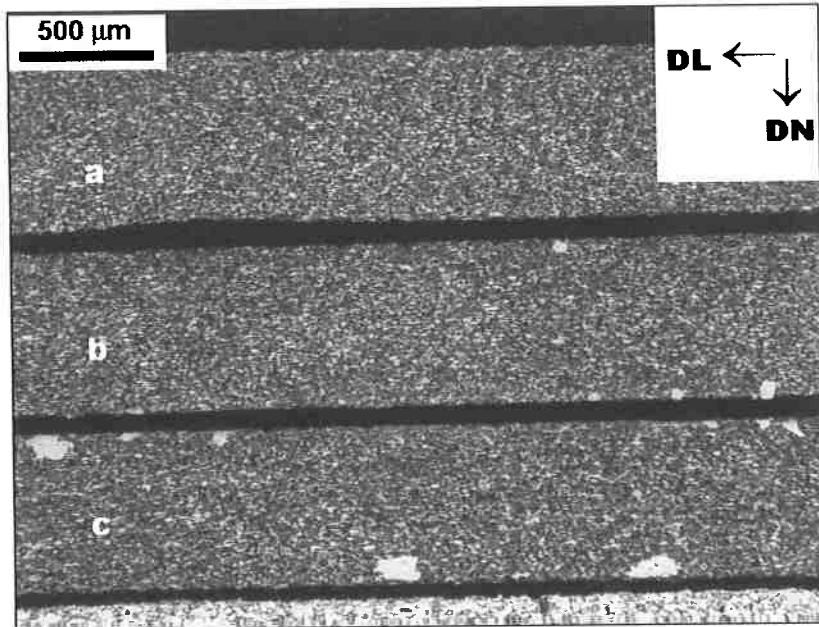


Figura 15 – Amostra AD000 (descarbonetada, sem deformação e sem recozimento).

Tamanhos médios de grão destas amostras são: 9,5 $\text{mm}$  com desvio padrão de 0,8 $\text{mm}$  para AC000, e 16,4 $\text{mm}$  com desvio padrão de 1,8 $\text{mm}$  para AD000. As amostras que foram submetidas à etapa de descarbonetação apresentaram aumento do tamanho médio de grão de 73%. Isto é decorrente do processo de crescimento normal de grão devido ao recozimento descarbonetante.

Portanto estes foram os tamanhos de grão médios no quais o processo de crescimento de anormal foi induzido.

O resultados do crescimento de anormal induzido em amostras sem descarbonetação, e com recozimento em 700°C por 2 horas (série BCxxx), pode ser observado na Figura 16 de forma comparativa.



**Figura 16 – Comparação da série de amostras BCxxx. Legenda: a) BC000 – 0%; b) BC006 – 6% e c) BC010 – 10%.**

Podem-se notar, na comparação, alguns grãos que estão em crescimento anormal nas amostras BC006 e BC010. Outro fato, é que esses grãos se originam de regiões muito próximas à superfície. Isto se deve a um provável gradiente de deformação, mais intensa em regiões próximas a superfície, causado por um efeito cisalhante do rolo de laminação sobre o material.

Observa-se melhor essas amostras da série BCxxx na Figura 17, Figura 18 e Figura 19 .

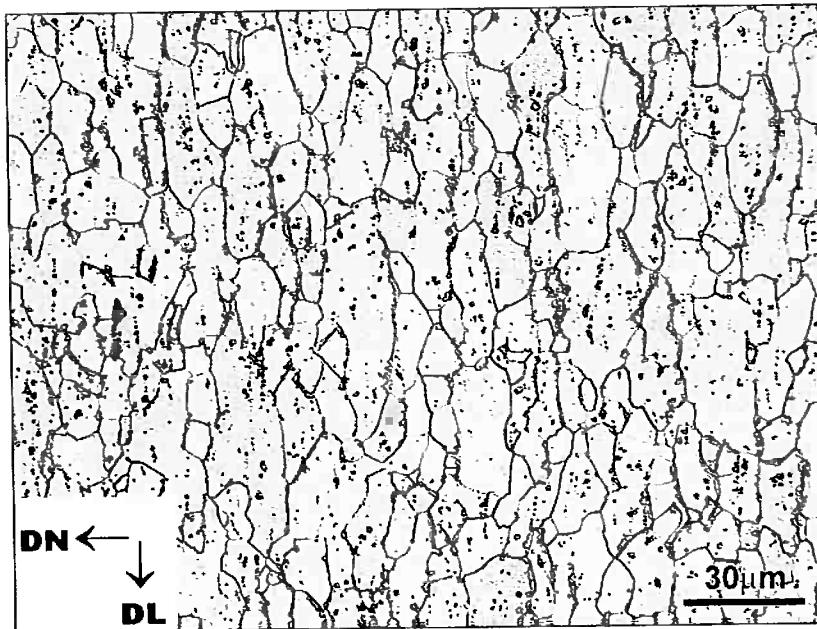


Figura 17 – Amostra BC000 (sem descarbonatação, sem deformação e recozimento em 700°C por 2 horas).

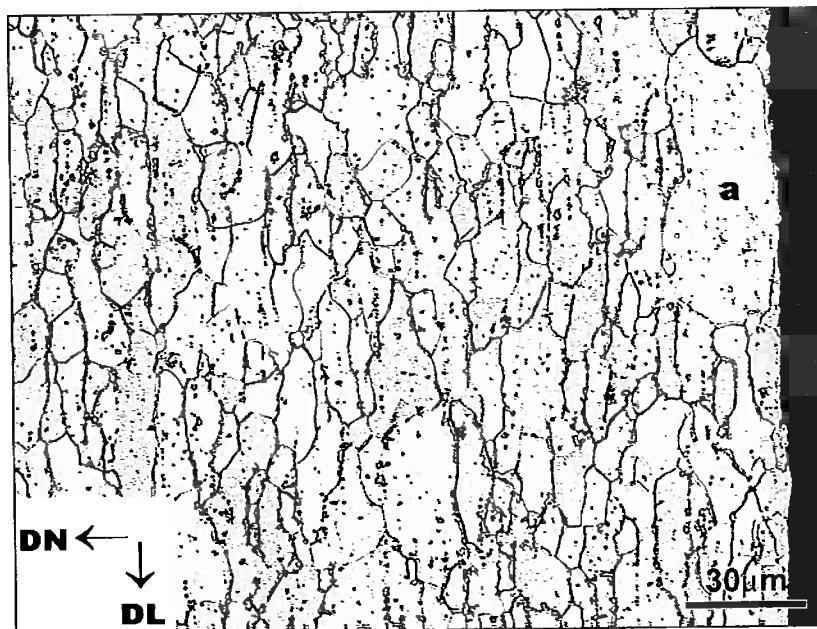
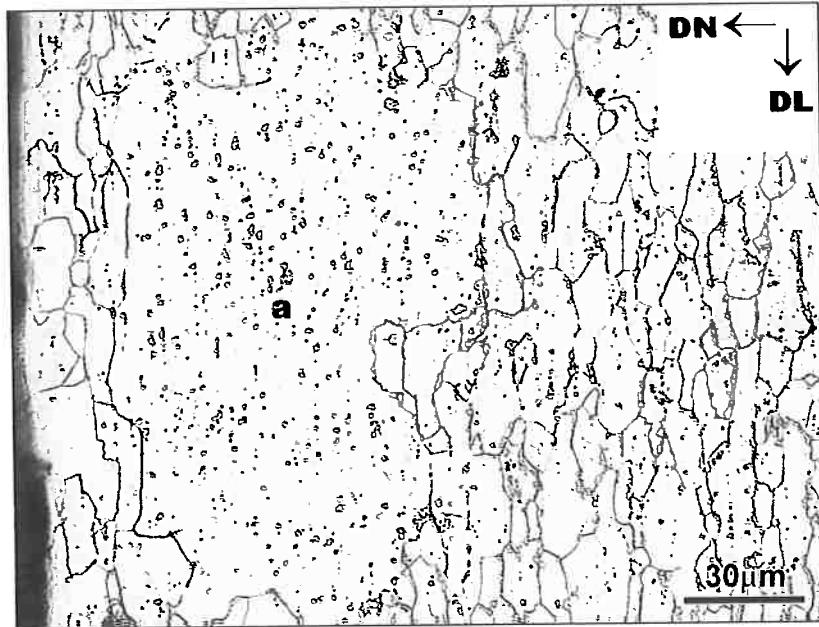


Figura 18 – Amostra BC006 (sem descarbonatação, 6% de deformação e recozimento em 700°C por 2 horas). O grão (a) é um dos grãos que estão em crescimento anormal.

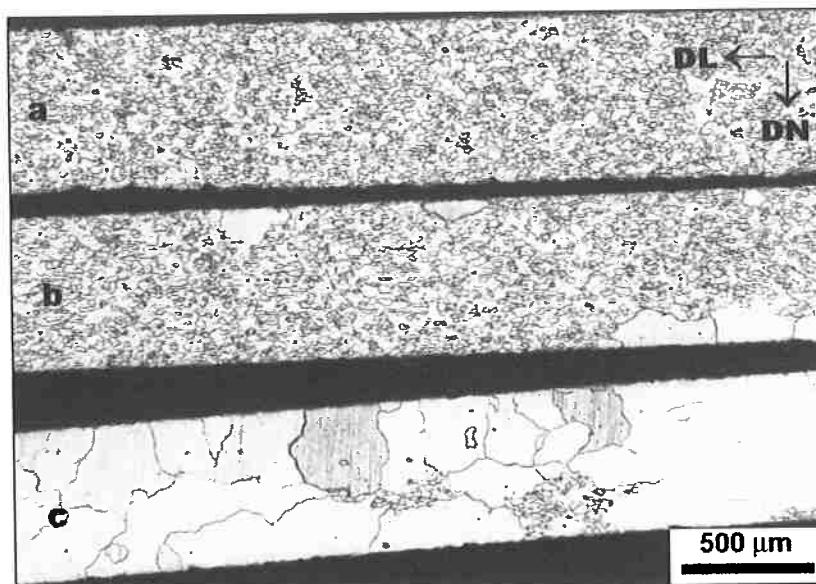


**Figura 19 – Amostra BC010 (sem descarbonetação, 10% de deformação e recozimento em 700°C por 2 horas).** O grão (a) é um dos grãos que estão em crescimento anormal.

Fica claro que na amostra com 10% de deformação que os grãos que estavam recristalizando eram mais evoluídos em relação à amostra com 6% de deformação. Supondo que a mobilidade média do crescimento destes grãos sejam praticamente iguais, pode-se associar tal diferença a um menor tempo de incubação do inicio da recristalização, conforme constatado pela literatura [4], [6], [7] e [8].

Nota-se a presença de carbonetos nas amostras da série BCxxx, porém isto não impediu o crescimento de grão. A Figura 19 mostra claramente um grão (a), em recristalização, com vasta presença de carbonetos em seu interior.

As amostras que foram descarbonetadas e submetidas ao primeiro tipo de recozimento, com a temperatura em 700°C por 2 horas, (série BDxxx) são apresentadas na Figura 20 para comparação.



**Figura 20 - Comparação da série de amostras BDxxx. Legenda: a) BD000 – 0%; b) BD006 – 6% e c) BD010 – 10%.**

Na comparação, pode-se notar que a amostra BD000 não apresentou crescimento de grão por deformação e recozimento. Na BD006, a deformação de 6%, induziu o surgimento de grãos em crescimento anormal próximo a superfície. A chapa (c) da Figura 20, BD010, recristalizou quase por completo a amostra. Porém, há regiões (“clusters”) sobre as quais não houve recristalização.

Neste caso, assim como na série BCxxx, há uma relação entre deformação e tempo de incubação, resultando em frações recristalizadas maiores para deformações maiores, dado um tempo de recozimento.

Comparando as duas séries, BCxxx e BDxxx, que foram submetidas ao mesmo recozimento, fica claro a influência da etapa de descarbonatação sobre a série BDxxx. Esta série apresentou uma fração recristalizada maior, resultado de um tempo de incubação menor. De qualquer modo, o fato está relacionado com a quantidade de carbono, portanto, as amostras com maior teor de carbono devem ter a mobilidade de contornos e discordâncias reduzidos em função de “solute drag” e ancoramento por precipitados.

A Figura 21, Figura 22 e Figura 23 mostram em detalhe a série BDxxx.

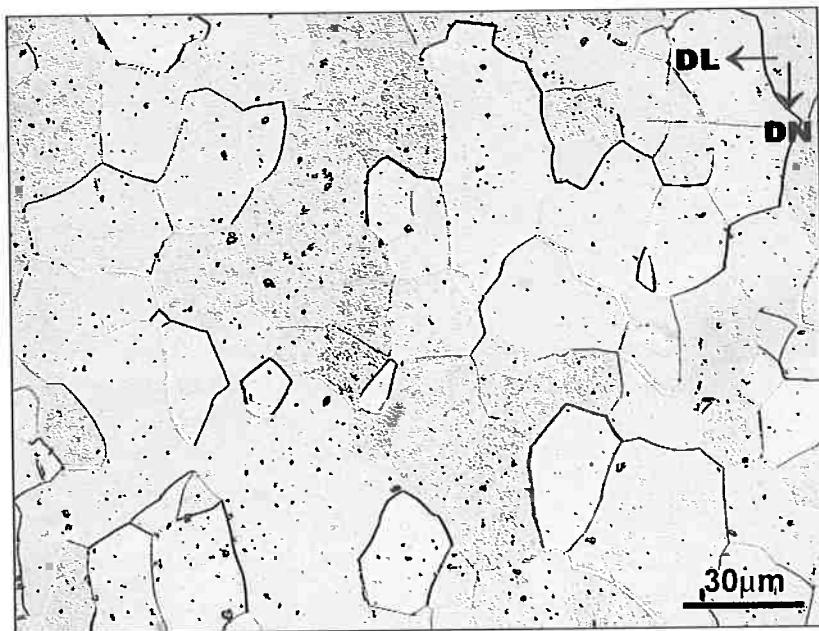


Figura 21 – Amostra BD000 (descarbonetada, sem deformação e recozimento em 700°C por 2 horas).

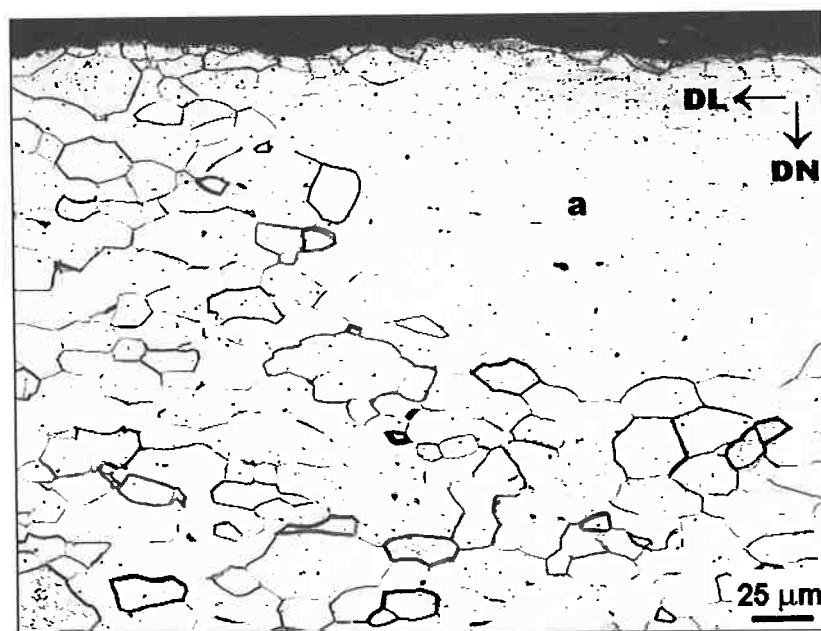


Figura 22 – Amostra BD006 (descarbonetada, 6% de deformação e recozimento em 700°C por 2 horas). O grão (a) é um dos grãos que estão em crescimento anormal.



**Figura 23 – Amostra BD010 (descarbonetada, 10% de deformação e recozimento em 700°C por 2 horas).** Há um “cluster” não recristalizado.

Na amostra BD010, Figura 23, onde há uma grande fração recristalizada observa-se uma característica do crescimento anormal de grão, quando os contornos dos grãos recristalizados se encontram formam uma superfície de contornos sinuosa. Serão apresentados resultados de outro grupo de amostras submetidas ao segundo tipo de recozimento, a 760°C por um período de 2 horas. A comparação entre os dois tipos de recozimento nos permitirá avaliar a influência da temperatura. A seguir, será mostrado uma comparação da série ECxxx (sem descarbonatação, recozimento a 760°C por 2 horas) na Figura 24.

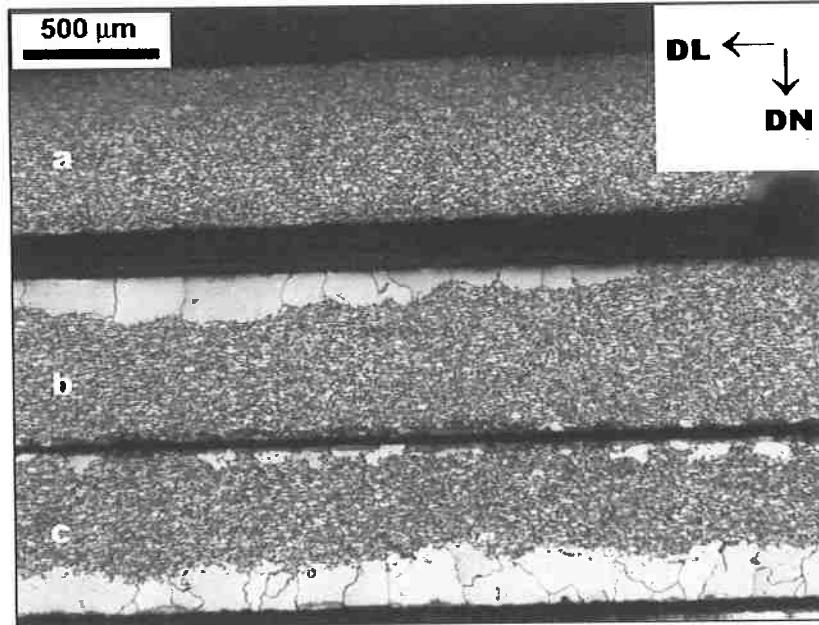


Figura 24 - Comparação da série de amostras ECxxx. Legenda: a) EC000 – 0%; b) EC006 – 6% e c) EC010 – 10%.

Na comparação de série ECxxx, pode-se notar novamente a relação entre deformação e fração recristalizada, e em relação a série BCxxx (recozimento em temperatura menor) observa-se que o aumento da temperatura resulta numa fração recristalizada maior nas amostras deformadas. A razão para isto deve estar no ganho de mobilidade dos contornos e discordâncias, devido ao incremento de temperatura. Todos esses resultados estão compatíveis com a literatura [4], [5], [6], [8] e [9].

Na Figura 25, Figura 26, Figura 27, a série ECxxx será mostrada em detalhes.

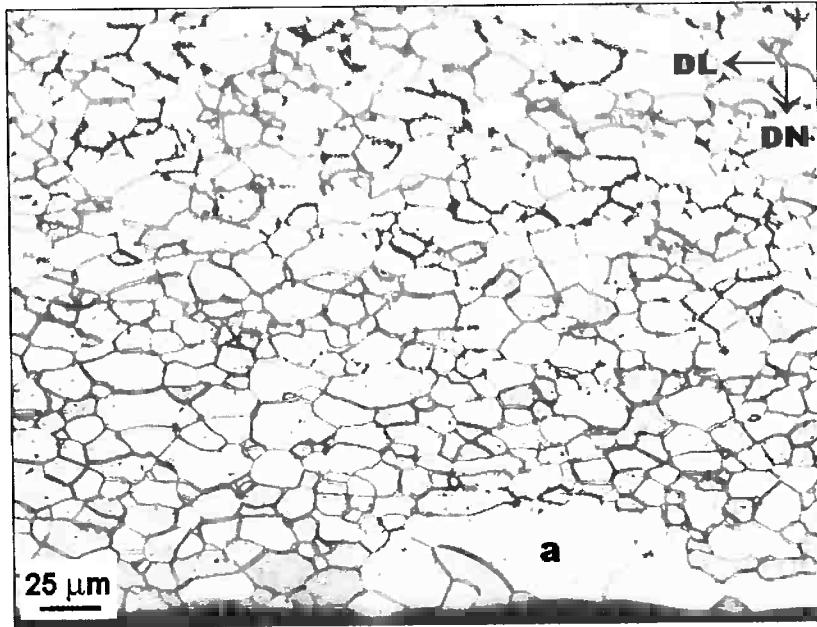


Figura 25 – Amostra EC000 (sem descarbonatação, sem deformação e recozimento em 760°C por 2 horas). O grão (a) pode ser um grão em crescimento anormal.

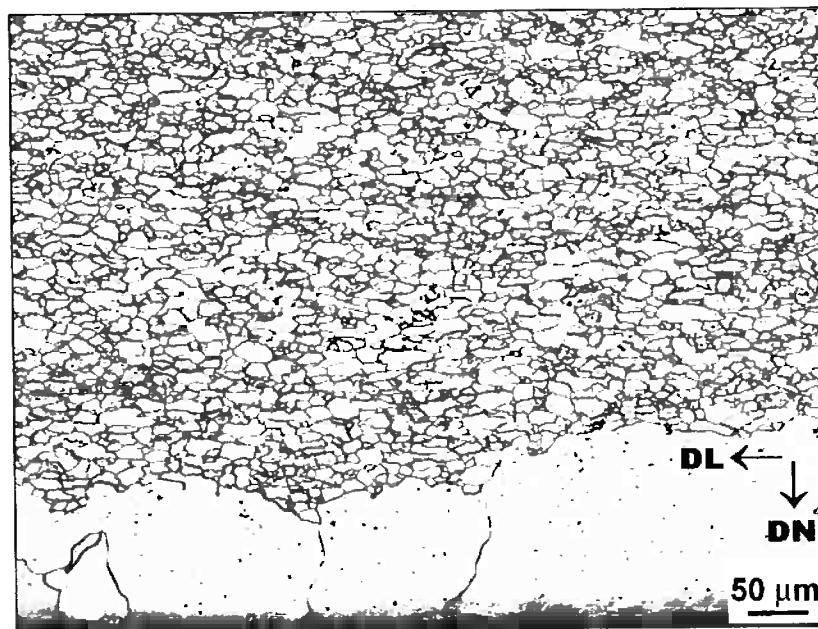
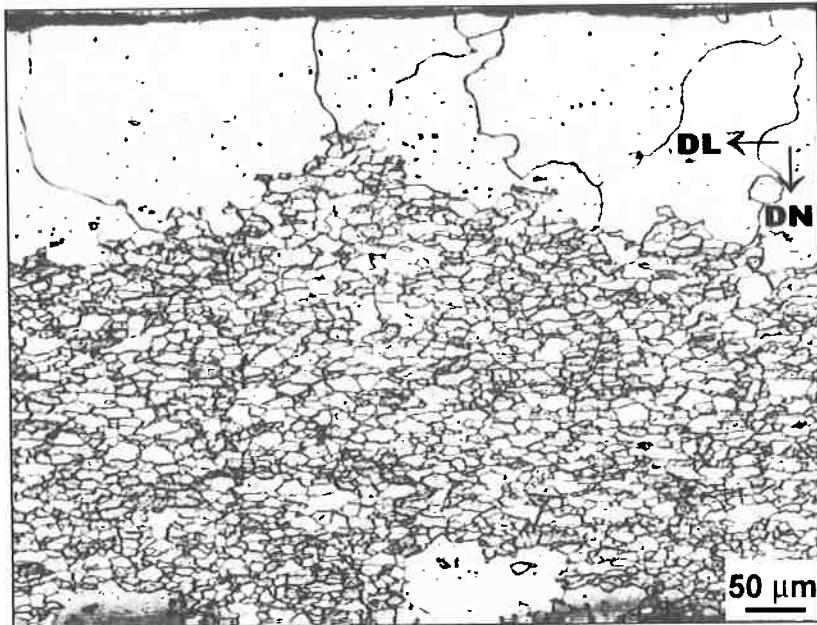


Figura 26 – Amostra EC006 (sem descarbonatação, 6% deformação e recozimento em 760°C por 2 horas).



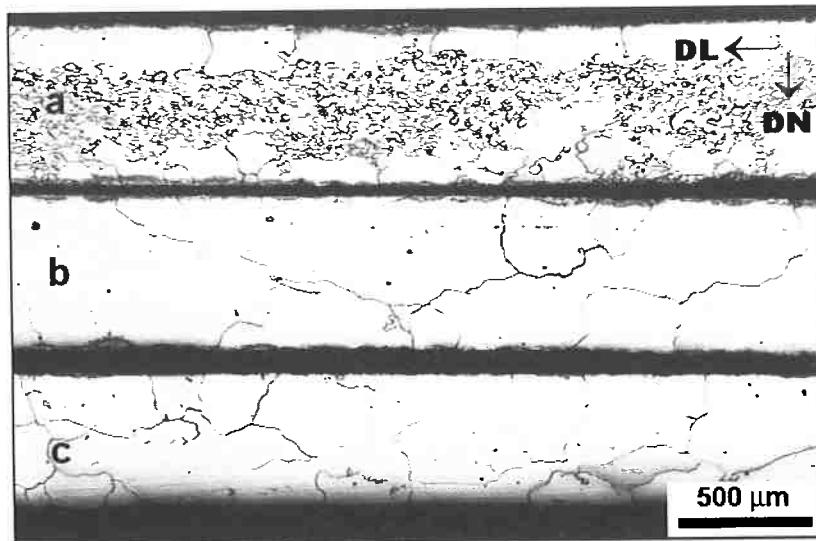
**Figura 27 – Amostra EC010 (sem descarbonatação, 10% deformação e recozimento em 760°C por 2 horas).**

No recozimento em 760°C, a amostra EC000 (sem descarbonatação, sem deformação) na Figura 25, apresentou apresentar alguns grãos em crescimento anormal. De acordo com a literatura ([2] e [7]) outras variáveis, além da deformação, podem resultar em crescimento anormal de grão, como por exemplo: precipitados, “solute drag”, tensões residuais, entre outros.

Nas outras duas amostras, EC006 e EC010, pode-se ver que há uma heterogeneidade na distribuição dos grãos em crescimento anormal, eles se concentraram em uma das superfícies da chapa. Isto pode ser resultado de tensões de recozimento, tensões residuais de processos anteriores ou deformações na manipulação.

Isso ressalta uma preocupação com o crescimento de grão por deformação e recozimento. Pequenas deformações causadas em peças metálicas durante os processos de fabricação podem resultar em alterações microestruturais da mesma, caso forem recozida [7].

Amostras da série EDxxx, descarbonetadas e recozidas a 760°C por 2 horas, são mostradas na Figura 28 para comparação.



**Figura 28 - Comparação da série de amostras EDxxx. Legenda: a) ED000 – 0%; b) ED006 – 6% e c) ED010 – 10%.**

Na comparação de série EDxxx, na Figura 28, observa-se que a amostra (c) ED000, que não foi deformada, apresentou crescimento anormal de forma acentuada. Isto, assim como visto anteriormente, pode ser causado por tensões residuais ou deformação na manipulação.

As amostras ED006 (b) e ED010 (c) foram completamente recristalizadas. Nota-se que a amostra mais deformada, ED010, tem uma maior densidade de grãos recristalizados, ou seja, uma maior nucleação por volume em função de uma maior deformação. Este fato favorece as hipóteses de recristalização primária e MCID.

Também neste caso, o recozimento em temperatura mais alta resulta num acréscimo de mobilidade dos contornos e discordâncias, e como consequência há uma redução de tempo de incubação e aumento na velocidade de migração. Assim a série EDxxx apresentou uma fração recristalizada maior que a série BDxxx.

Na Figura 29, Figura 30 e Figura 31 podem ser visto detalhes das amostras da série EDxxx.

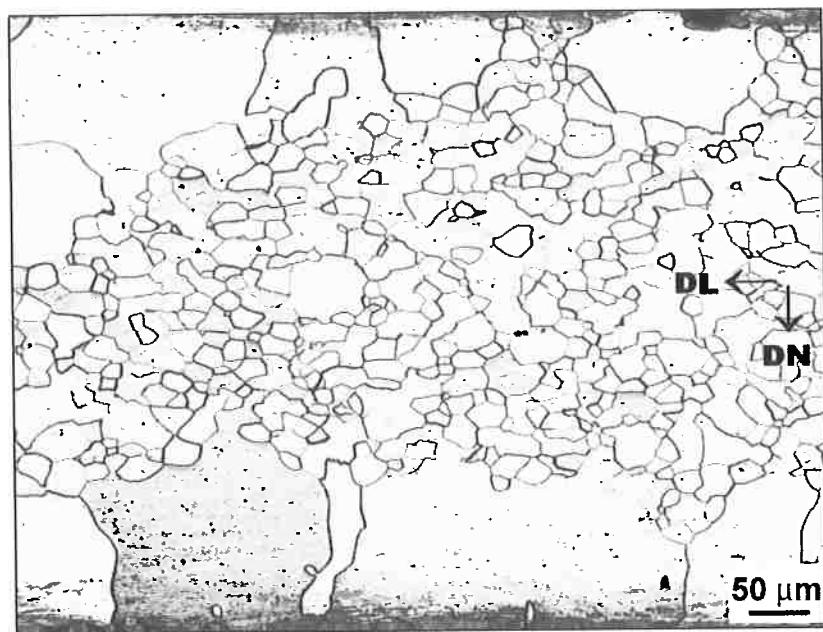
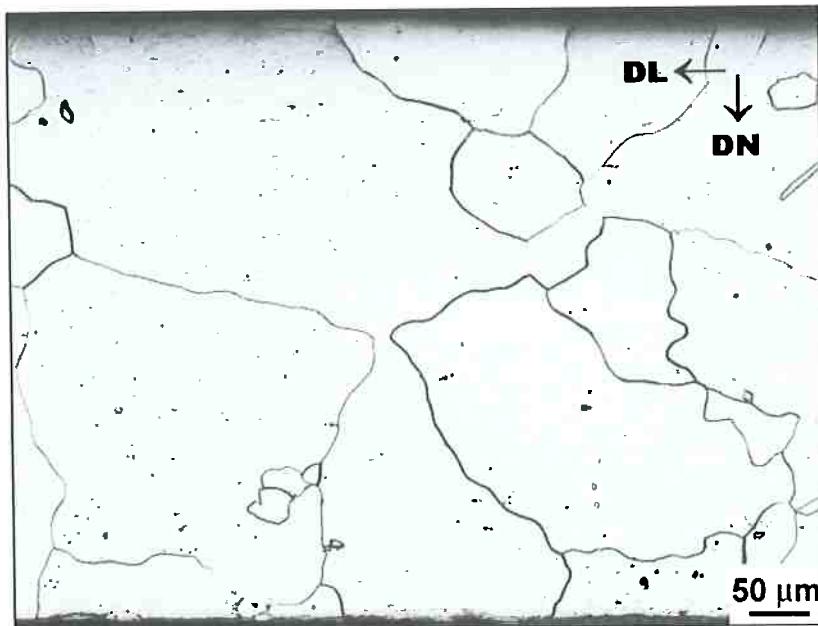


Figura 29 – Amostra ED000 (descarbonetada, sem deformação e recozimento em 760°C por 2 horas).



Figura 30 – Amostra ED006 (descarbonetada, 6% deformação e recozimento em 760°C por 2 horas).



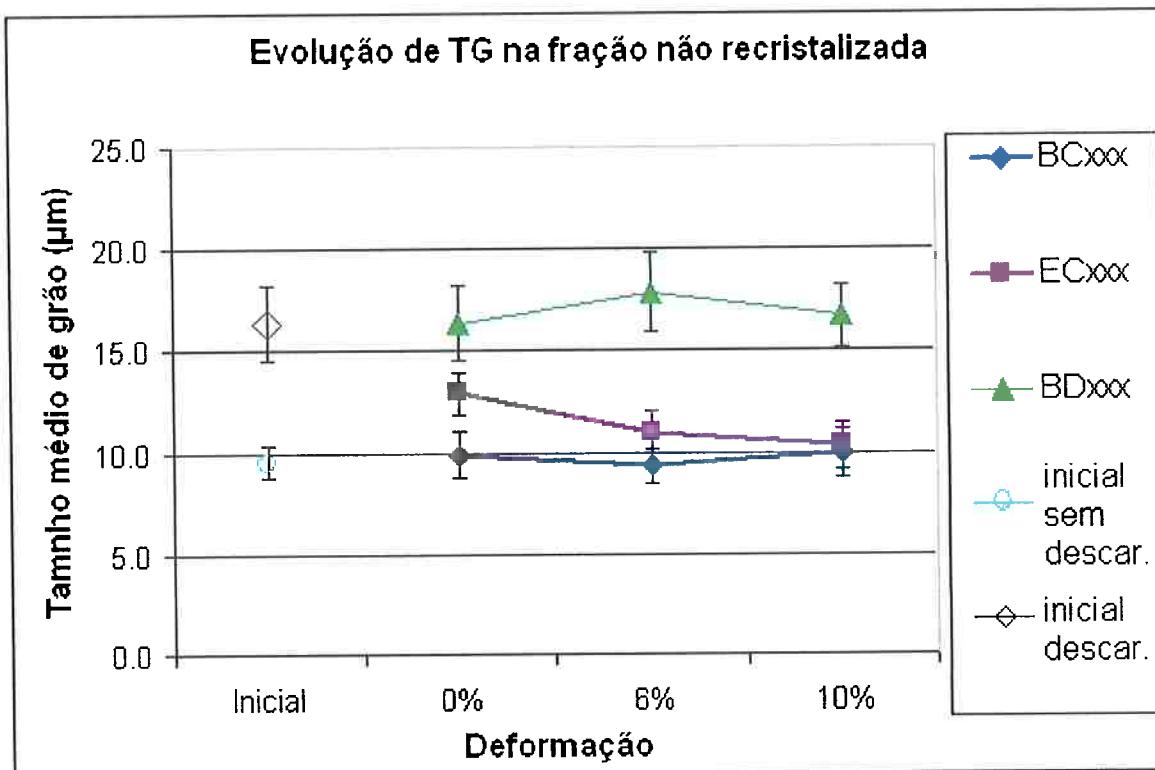
**Figura 31 – Amostra ED010 (descarbonetada, 10% deformação e recozimento em 760°C por 2 horas).**

Foram realizadas medidas de tamanho de grão da fração não recristalizada nas amostras que a apresentaram. A Tabela 3 mostra o resultado dessas medidas.

**Tabela 3 – Tamanho médio de grão na fração não recristalizada das amostras.**

<b>Amostra</b>	<b>Tamanho médio de grão (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Desvio padrão</b>
AC000 - 0%	9.5	0.8
AD000 - 0%	16.4	1.8
BC000 - 0%	9.9	1.2
BC006 - 6%	9.4	0.9
BC010 - 10%	9.9	1.2
BD000 - 0%	16.4	1.8
BD006 - 6%	17.9	1.9
BD010 - 10%	16.7	1.6
EC000 - 0%	12.9	1.0
EC006 - 6%	11.0	1.1
EC010 - 10%	10.3	1.2
ED000 - 0%	-	-
ED006 - 6%	-	-
ED010 - 10%	-	-

A evolução do tamanho de grão médio na fração não recristalizada pode ser melhor analisada na Figura 32.



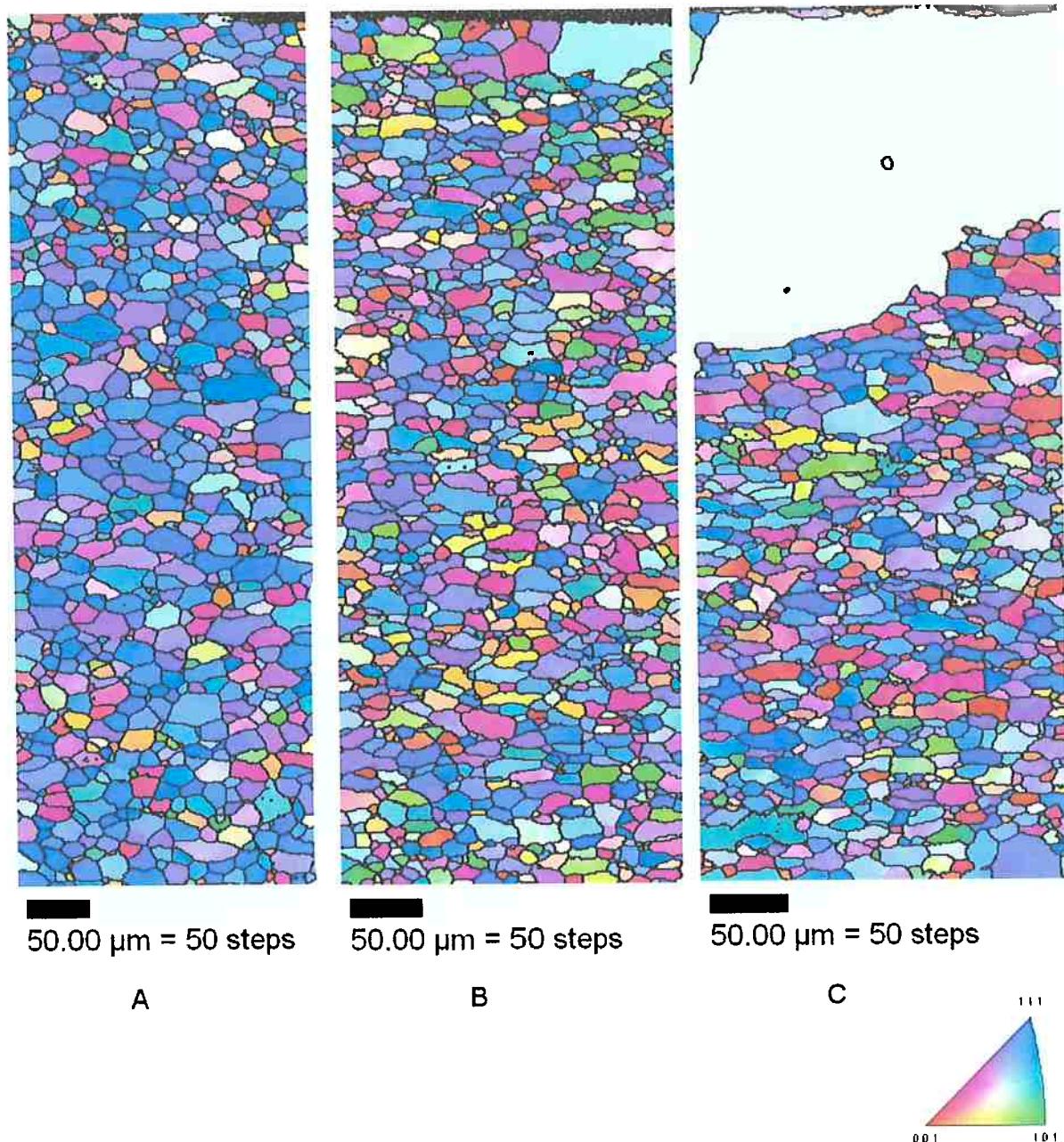
**Figura 32 – Gráfico da evolução do tamanho de grão na fração não recristalizada das séries BCxxx, ECxxx e BDxxx, em relação aos respectivos tamanhos médios de grão das amostras antes da laminação e recozimento, AC000 e AD000.**

Analizado a evolução do tamanho de grão médio da fração não recristalizada, observa-se que as séries BCxxx e BDxxx, ambas recozidas a 700°C por 2 horas, não sofreram variação significativa do tamanho médio de grão, mesmo em relação às amostras de controle AC000 e AD000 (sem recozimento).

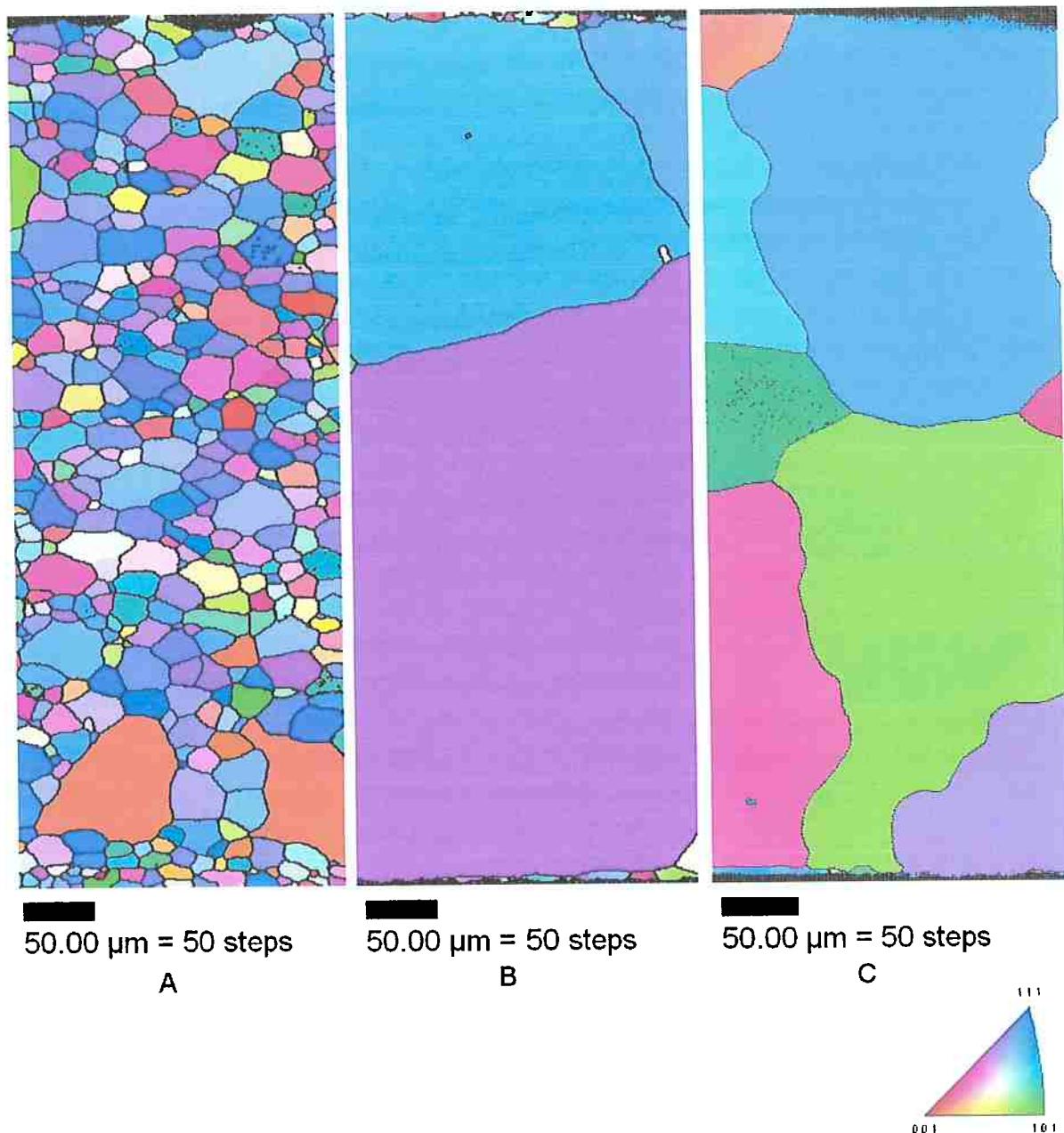
Porém a série ECxxx, aparentemente, apresenta uma relação inversa entre crescimento normal de grão e a deformação. Ou seja, a amostra sem deformação (EC000) durante o recozimento a 760°C obteve um crescimento de grão de 36% em relação ao tamanho inicial, o que não ocorreu nas amostras com deformação. A amostra deformada em 6% cresceu 9% e a com 10% cresceu apenas 8%. Este fato parece indicar uma relação entre a deformação e a inibição do crescimento

normal, ou seja, a presença de deformação (discordâncias e suas subestruturas) causa redução da mobilidade dos contornos de grão, situação já abordada na literatura [4], [5], [6], [7] e [8]. Assim, este comportamento apóia a hipótese de crescimento anormal induzido por deformação (item 2.3.3), pelo menos a 760°C. Imagens obtidas por MEV equipado com EBSD serão exibidas a seguir, juntamente com os outros recursos de análise oferecido pelo software OIM. Apenas as séries ECxxx e EDxxx (recozimento a 760°C por 2 horas, sem e com descarbonatação) foram analisadas por esta técnica, pois apresentaram boas frações recristalizadas.

Na Figura 33 e Figura 34, são mostrados os mapas de grão com suas respectivas orientações em relação à Figura de Pólo Inversa.



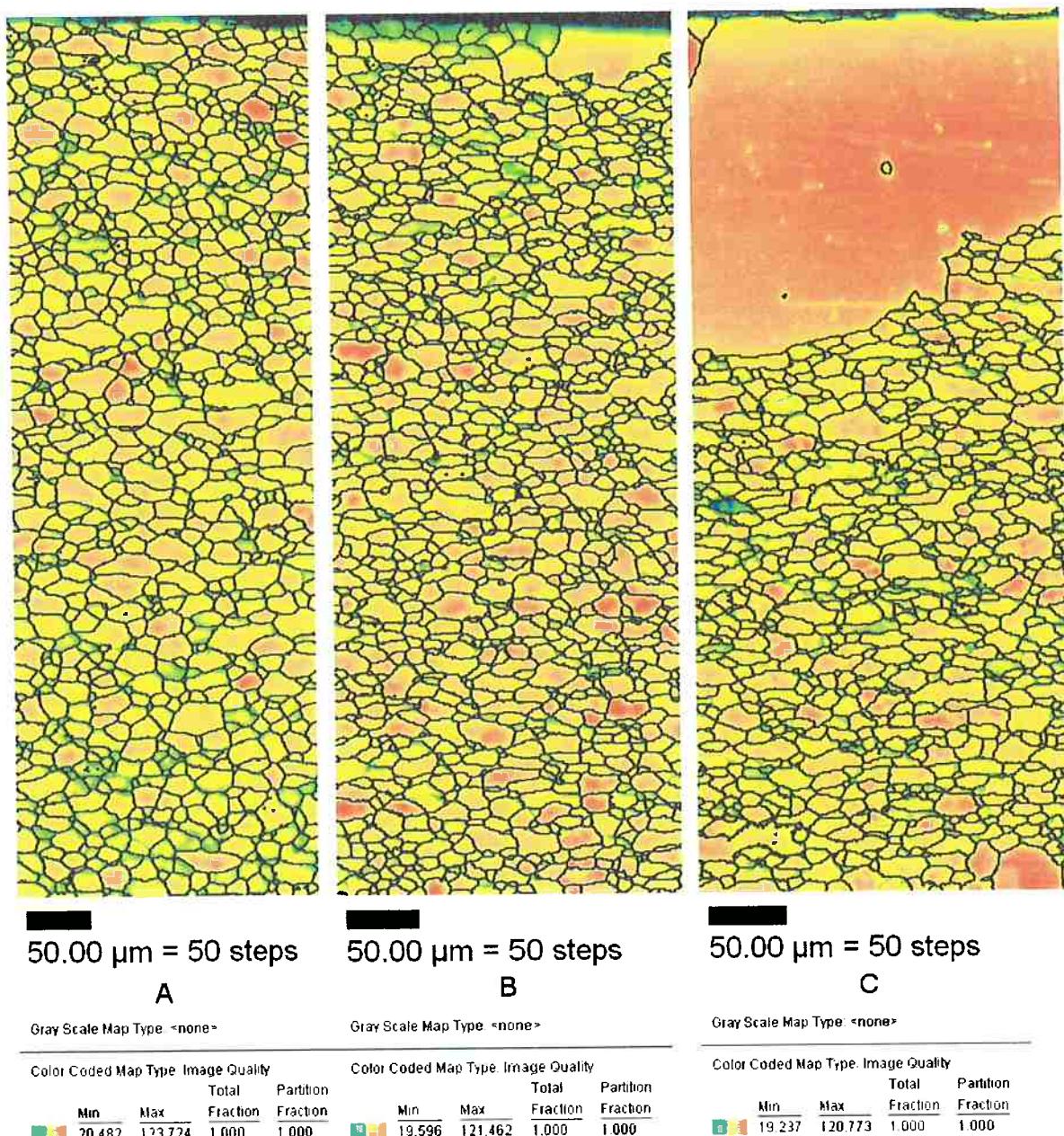
**Figura 33 – Mapa de grãos da série ECxxx com orientações referentes a Figura de Pólo Inversa. Legenda: A) EC000; B) EC006 e C) EC010.**



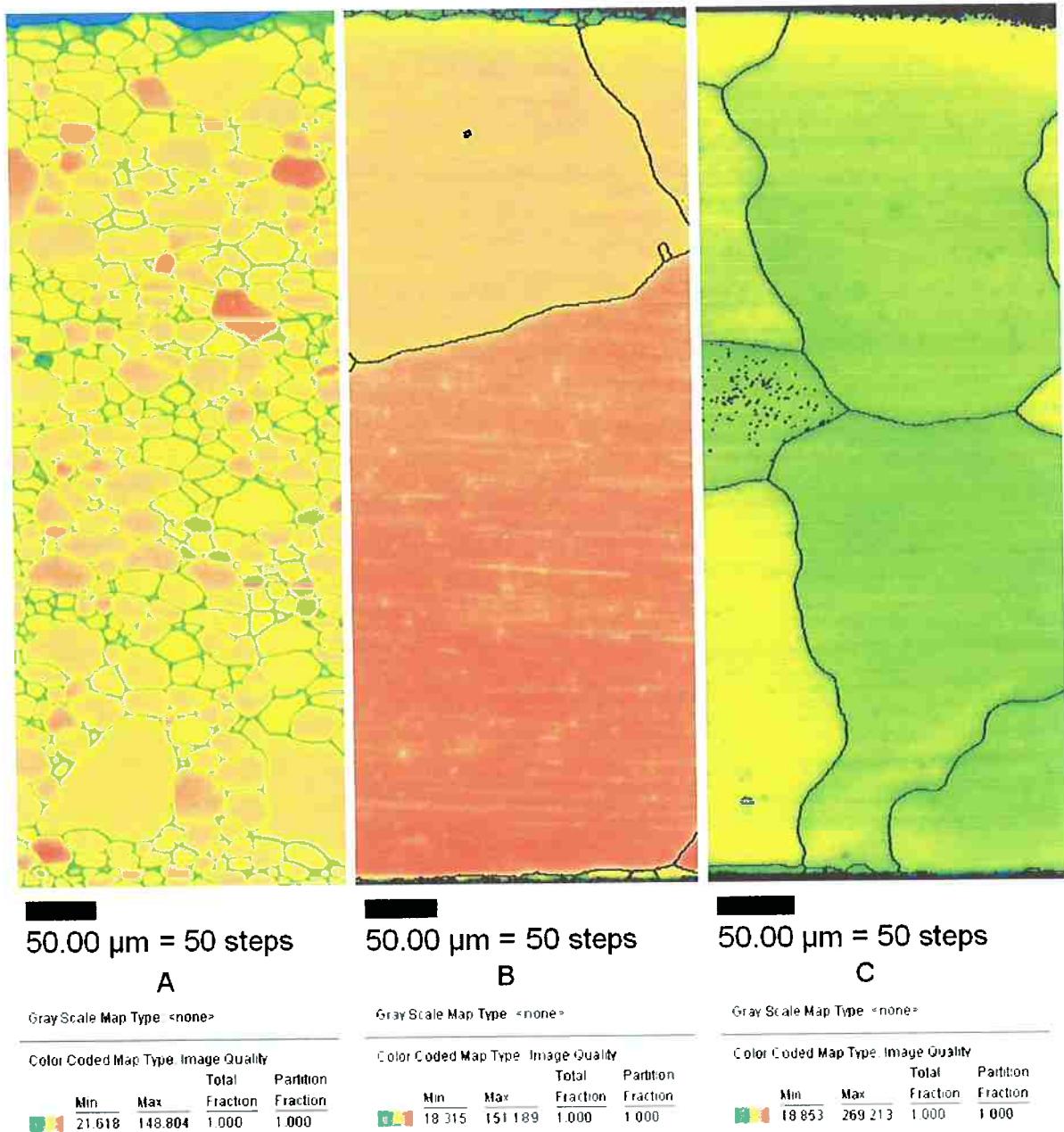
**Figura 34 – Mapa de grãos da série EDxxx com orientações referentes a Figura de Pólo Inversa. Legenda: A) ED000; B) ED006 e C) ED010.**

Para analisar os efeitos da deformação sobre as amostras, foram feitos mapas de IQ (Image Quality). Esta análise refere-se a um índice de qualidade associado a cada ponto da amostras que foi varrido pelo EBSD. Quanto melhor estiver a imagem do padrão de difração, maior o valor do índice.

Pode-se dizer que há uma relação entre o IQ e a densidade de deformação no material, pois a presença de defeitos cristalinos prejudica o padrão de difração. Como o IQ também é função da orientação cristalina as comparações intergranulares podem ser imprecisas, sendo esta técnica, melhor para analisar variações internas aos grãos [16].



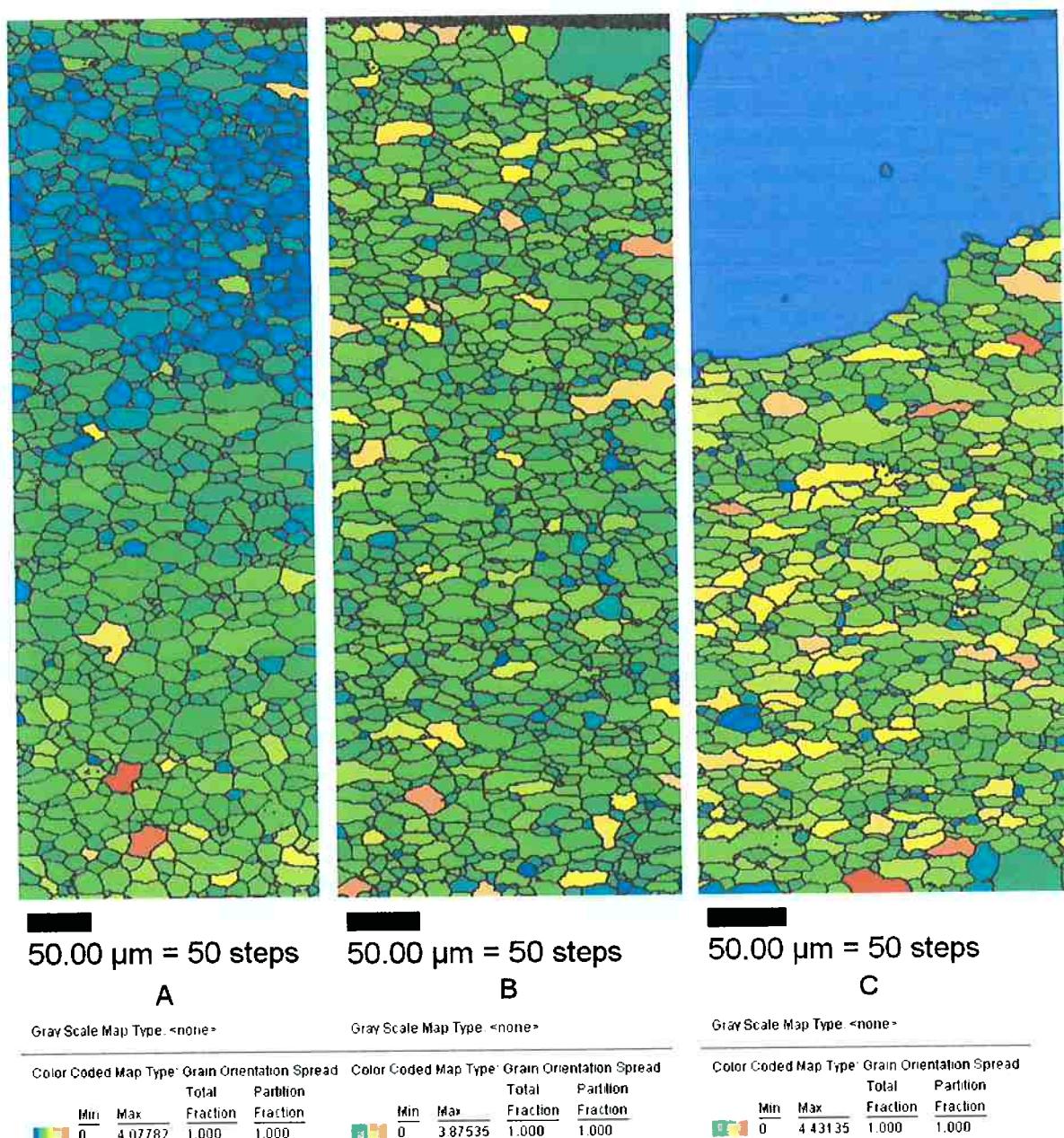
**Figura 35– Mapa de grãos da série ECxxx com IQ (Image Quality). Legenda: A) EC000; B) EC006 e C) EC010.**



**Figura 36 – Mapa de grãos da série EDxxx com IQ (Image Quality). Legenda: A) ED000; B) ED006 e C) ED010.**

Observando os mapas de IQ das séries ECxxx e EDxxx, Figura 35 e Figura 36, não nota-se a presença de heterogeneidades de deformação no interior de grãos.

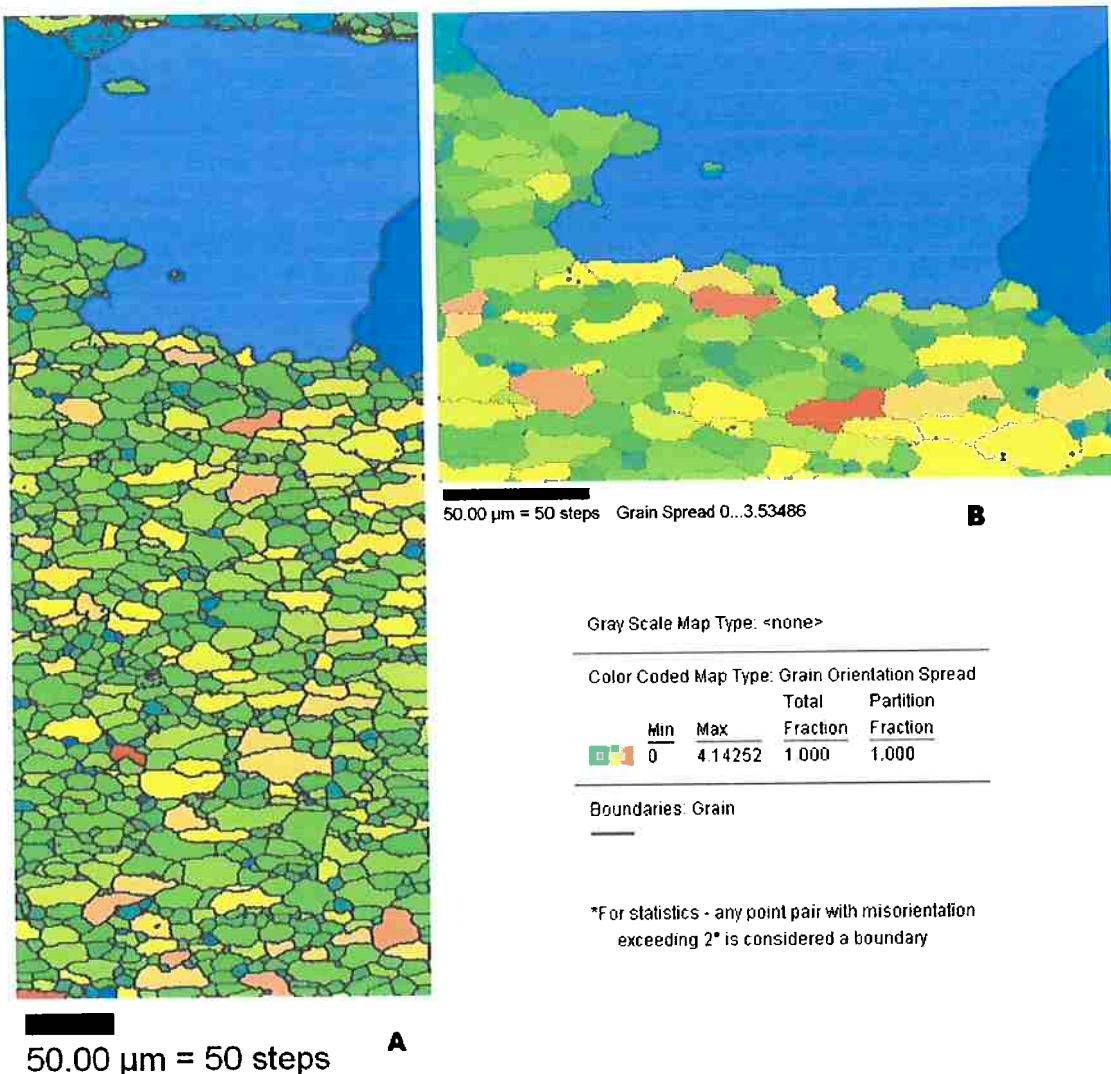
Para obter um melhor resultado em relação à energia acumulada (densidade de deformação) foi utilizada outra técnica de análise denominada, “orientation spread”. Esta técnica quantifica a média dos desvios de cada ponto de um grão em relação a sua orientação média. Portanto quanto maior o valor do “orientation spread”, maior a deformação acumulada naquele grão.



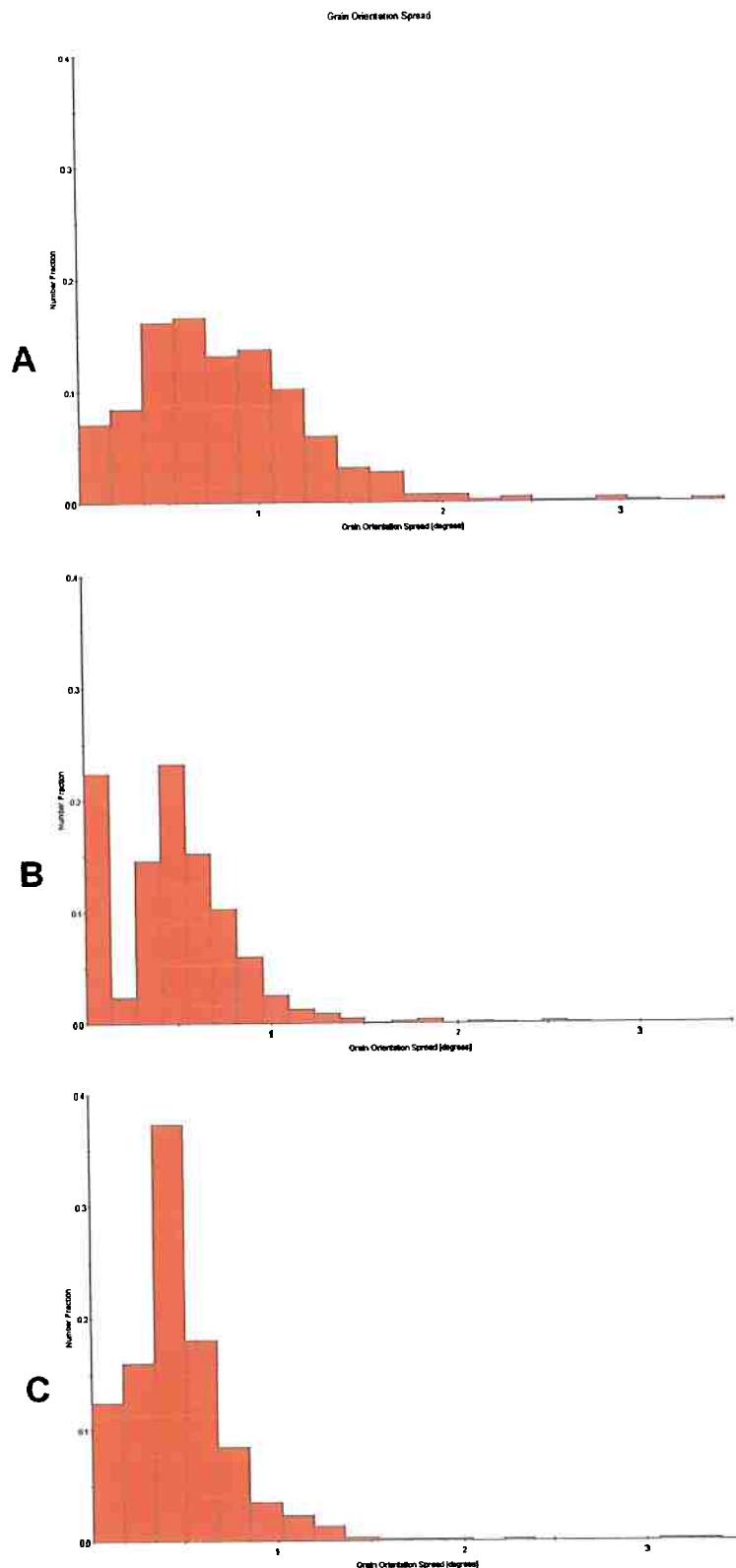
**Figura 37 – Mapa de grãos da série ECxxx com “orientation spread”. Legenda: A) EC000; B) EC006 e C) EC010.**

A Figura 37 mostra o “orientation spread” calculado para série ECxxx. O item (A), referente à amostra EC000, pode demonstrar um gradiente de deformação ao longo da espessura da chapa.

No item (C), amostra EC010, fica claro que o grão em crescimento anormal possui um “orientation spread” praticamente igual a zero, o que significa que está livre de encruamento. Devido ao contraste de densidade de discordâncias entre este grão e o resto da estrutura ainda não recristalizada, pode-se afirmar que deve existir uma força motriz favorável ao crescimento deste mesmo grão. Esta observação pode ser feita para todos os outros grãos recristalizados, como mostra a Figura 38.



**Figura 38 – Mapa de grãos da amostra EC010 com “orientation spread”. Legenda: A) regiao total; B) região ampliada.**



**Figura 39 – Gráficos de “grain orientation spread”. Legenda: A) EC010; B) EC006 e C) EC000.**

Na Figura 39, foram gerados gráficos de “grain orientation spread”, ou seja, um histograma com distribuição do “orientation spread” médio de cada grão.

Observa-se que esta série, ECxxx, reteve parte da deformação plástica, já que teve baixa fração recristalizada. Isto é confirmado através do comportamento dos gráficos, com o aumento da deformação a distribuição do “grain orientation spread” se desloca para direita, o que significa uma elevação da fração de grãos com maiores encruamentos.

A análise da evolução da textura começa com a observação da textura das amostras de controle, AC000 e AD000, mostradas nas figuras Figura 41 e Figura 42 respectivamente. A Figura 40 mostra ábacos de ODF com  $\phi_2 = 45^\circ$  como referência para os mapas de textura.

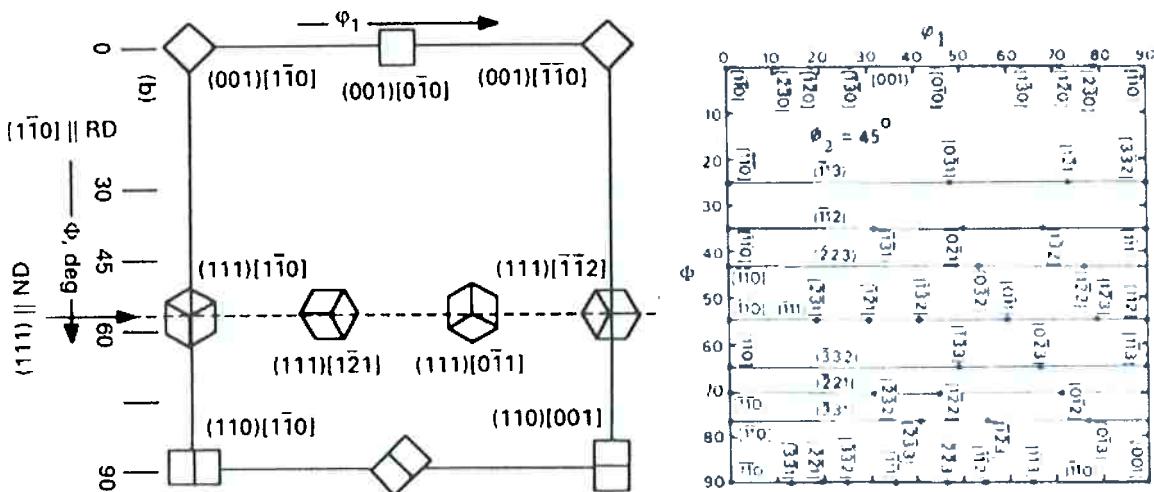
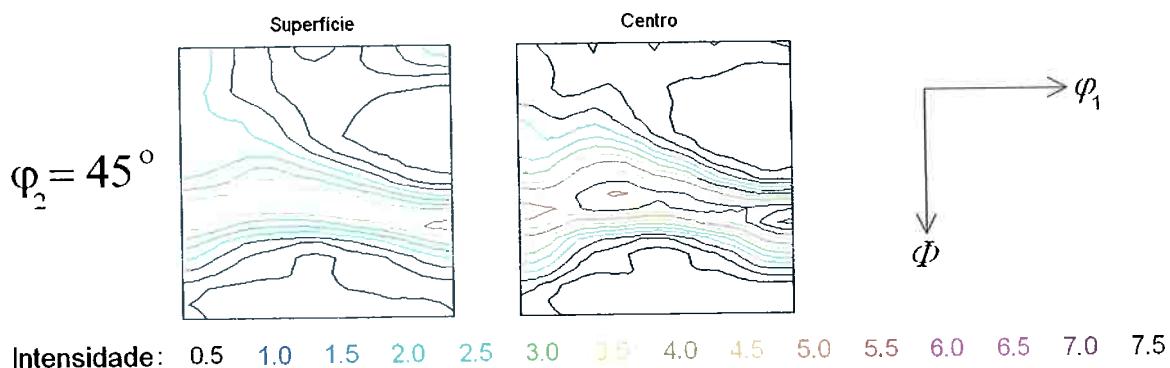
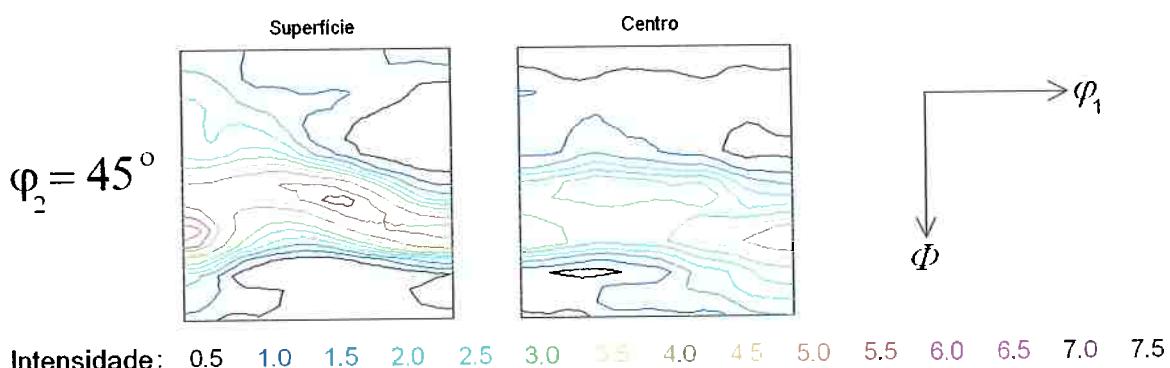


Figura 40 – Ábacos de orientações cristalográficas [17].



**Figura 41 – Mapa de textura (ODF) da amostra AC000.**

Na textura da amostra AC000 observa-se a presença forte da fibra- $\gamma$  na textura de centro, e na superfície há a presença de cubo na face em  $\{001\}<110>$  e, também, forte fibra- $\gamma$ . A textura mostrada é típica de aços baixo carbono laminados, coincidindo com a literatura [21] e [17].

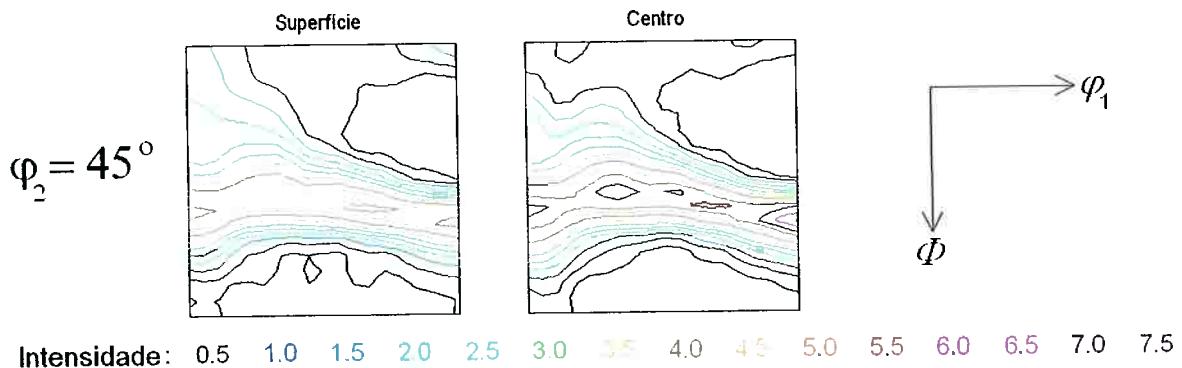


**Figura 42 – Mapa de textura (ODF) da amostra AD000.**

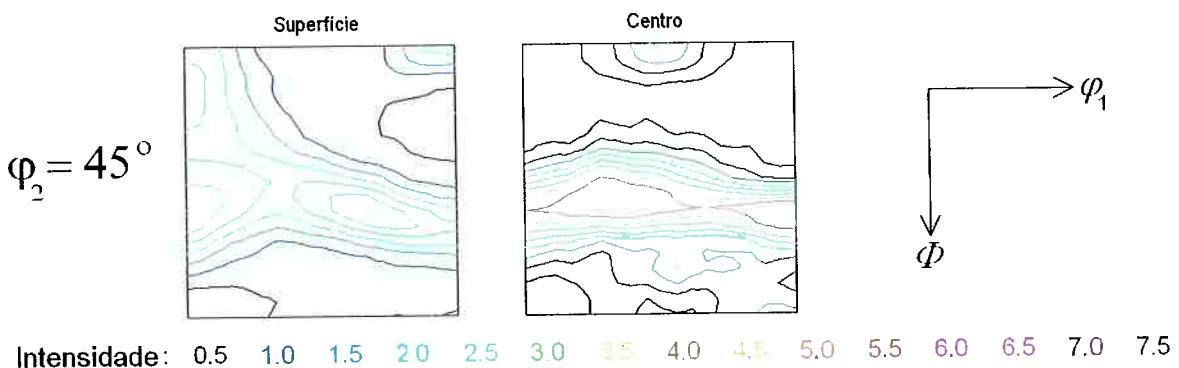
A amostra AD000 foi submetida a um tratamento de descarbonatação, como resultado houve crescimento normal de grão. Pode-se observar uma alteração da textura em relação à amostra AC000, esta evolução ocorre notadamente no interior da amostra (centro). Há uma dispersão em torno da fibra-γ e fortalecimento do componente {332}<113> (migrando em direção a Goss).

Tal evolução de textura pode ser resultado de mecanismo de seleção de contornos devido a variações de mobilidade.

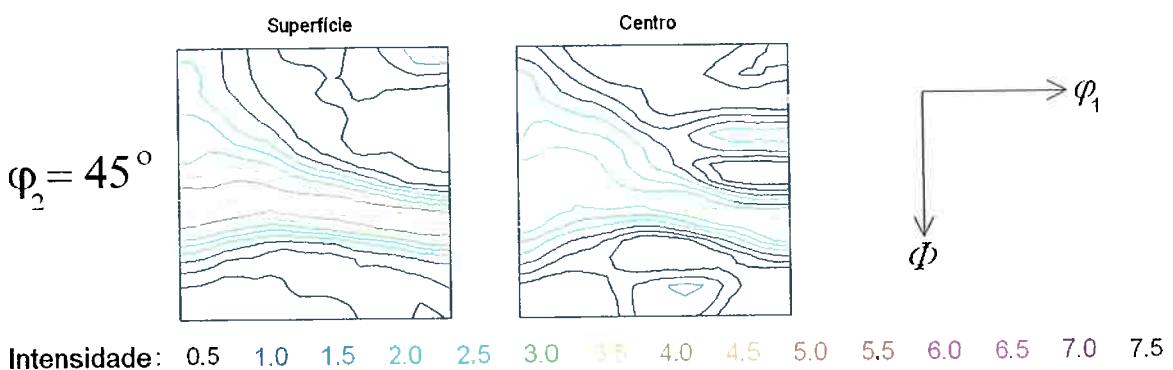
A Figura 43, Figura 44 e Figura 45 a seguir, mostram as texturas da série BCxxx.



**Figura 43 – Mapa de textura (ODF) da amostra BC000.**



**Figura 44 – Mapa de textura (ODF) da amostra BC006.**



**Figura 45 – Mapa de textura (ODF) da amostra BC010.**

A textura de superfície praticamente não se alterou com o aumento de deformação na série BCxxx. Porém nas texturas internas ligeiras mudanças ocorreram, na

amostra BC006 manteve-se a fibra- $\gamma$  e surgiu um componente cubo rodado de intensidade 2. Já a amostra BC010, também manteve a fibra- $\gamma$  e originou um componente  $\{112\}<110>$ . Deve-se lembrar que não houve recristalização significativa nessas amostras, e assim não deve haver grande evolução na textura. Tais alterações devem ser consequência de efeitos de preparação.

As texturas da série BDxxx são mostradas na Figura 46, Figura 47 e Figura 48.

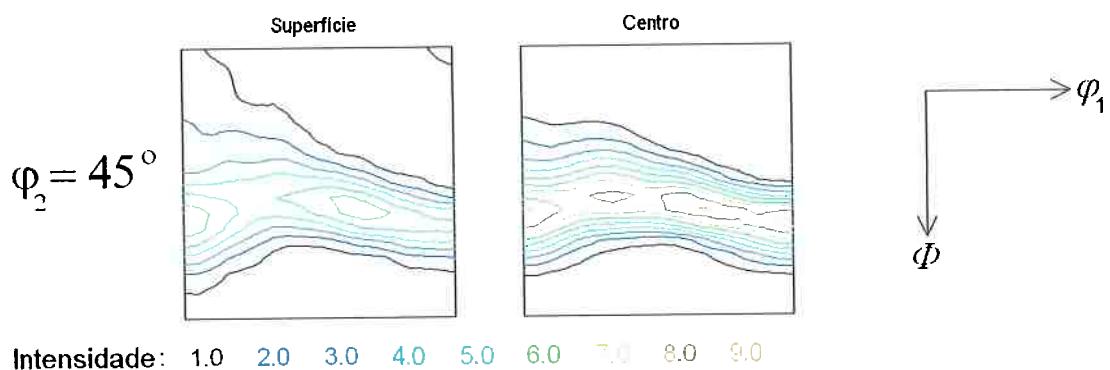
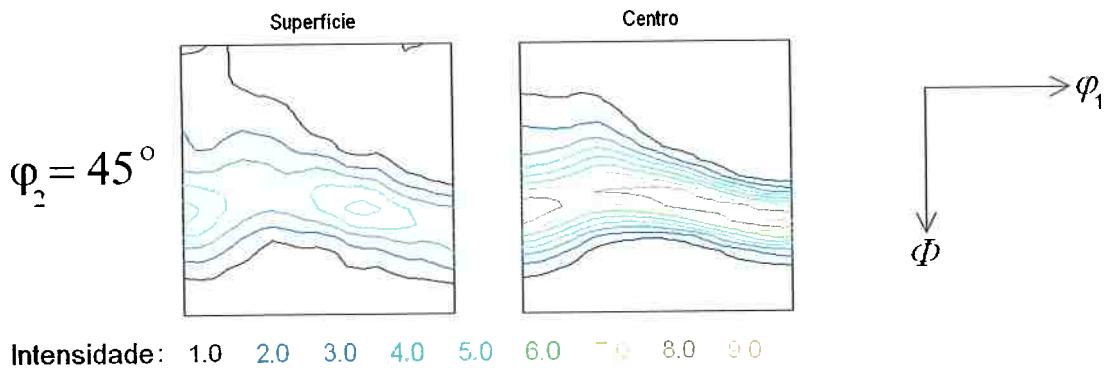
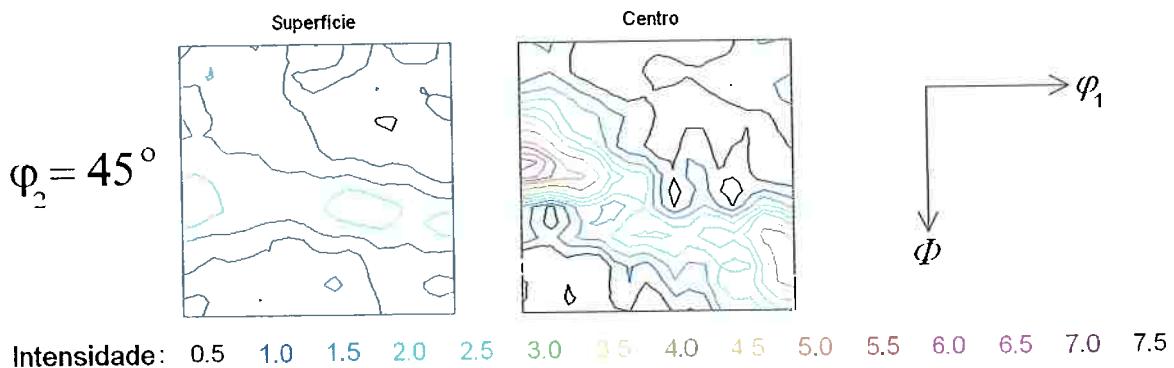


Figura 46 – Mapa de textura (ODF) da amostra BD000.

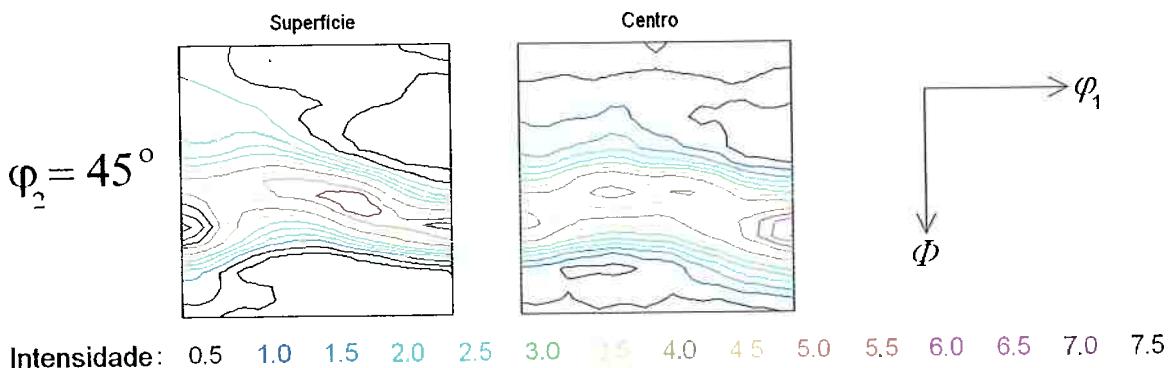




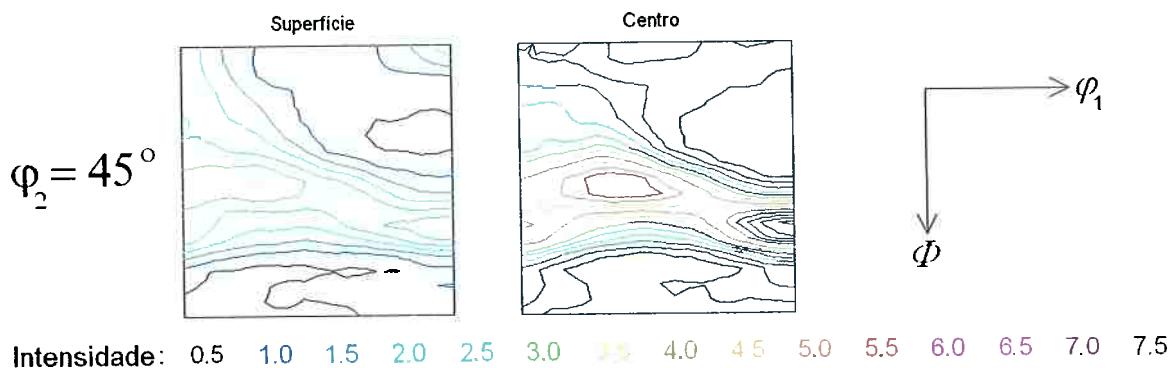
**Figura 48 – Mapa de textura (ODF) da amostra BD010.**

As amostras BD000 e BD006 não apresentaram recristalização relevante, e portanto, não apresentaram evolução de textura. Porém, como na BD010 houve uma recristalização praticamente completa foi constatada uma evolução de textura. A superfície manteve a fibra- $\gamma$ , porém com intensidade reduzida. No centro foi observada a evolução, a fibra- $\gamma$  sofreu desmembramento em duas componentes fortes: {112}<110> e {221}<110>.

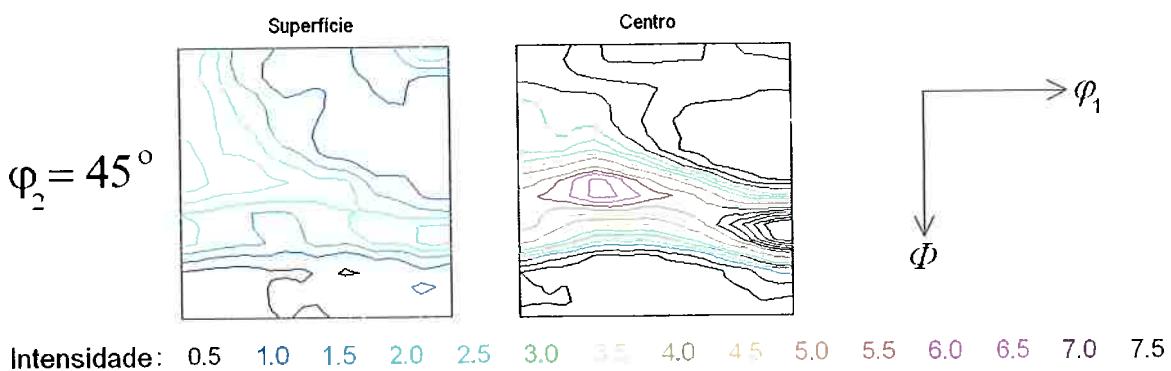
Mapas de textura da série ECxxx são exibidos na Figura 49, Figura 50 e Figura 51.



**Figura 49 – Mapa de textura (ODF) da amostra EC000.**



**Figura 50 – Mapa de textura (ODF) da amostra EC006.**

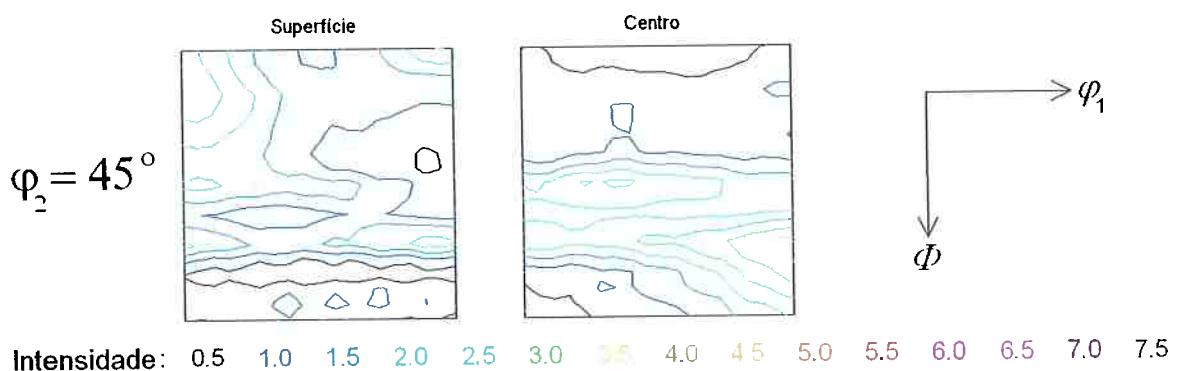


**Figura 51 – Mapa de textura (ODF) da amostra EC010.**

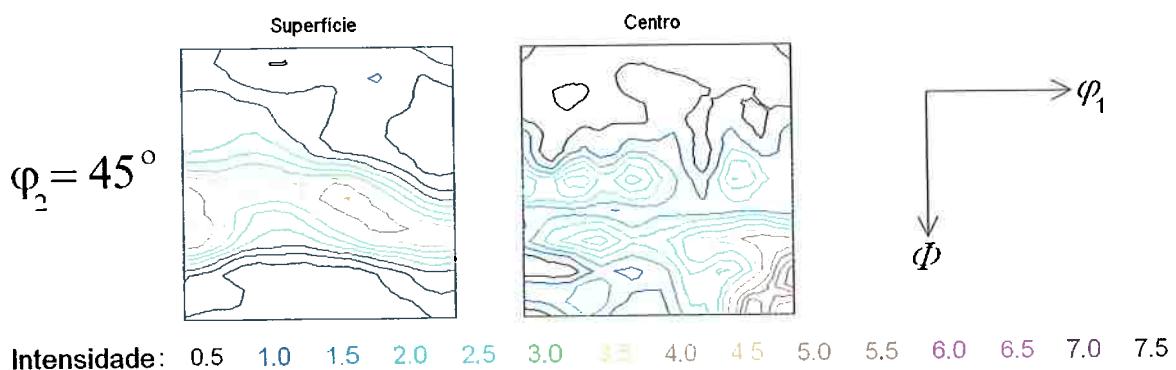
Na série ECxxx praticamente não houve evolução na textura, o padrão de textura se manteve sob recozimento, com e sem deformação. As amostras EC006 e EC010 tiveram as intensidades de textura na superfície reduzidas, mas não teve os componentes alterados. Na textura de centro a fibra-y se manteve forte e com as posições dos picos sem alterações significativas.

Como as amostras apresentaram recristalização preferencial em uma das superfícies, a difração de raios-X pode ter sido realizada nas superfícies com pouca recristalização, e assim, resultou nesta baixa alteração da textura. Em relação à textura de centro o motivo foi que o crescimento de grão por deformação e recozimento não ocorreu sobre as regiões centrais.

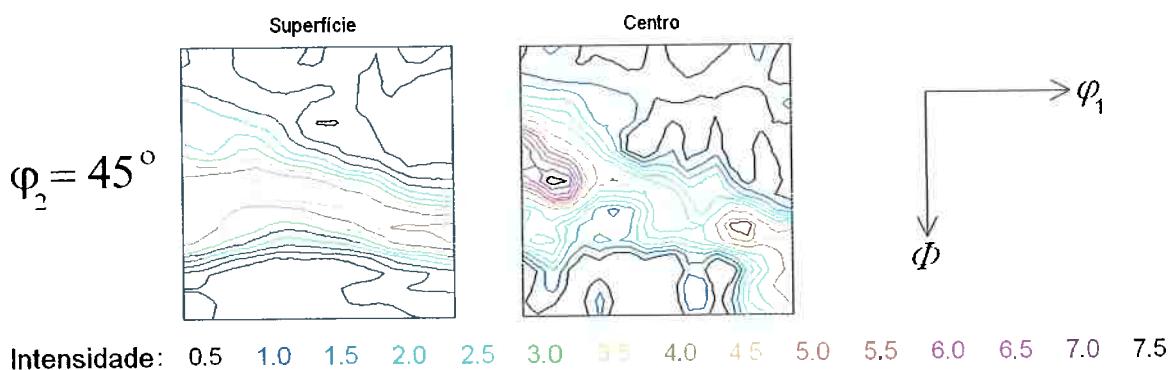
Na Figura 52, Figura 53 e Figura 54 a seguir, são mostradas as texturas da série EDxxx.



**Figura 52 – Mapa de textura (ODF) da amostra ED000.**



**Figura 53 – Mapa de textura (ODF) da amostra ED006.**



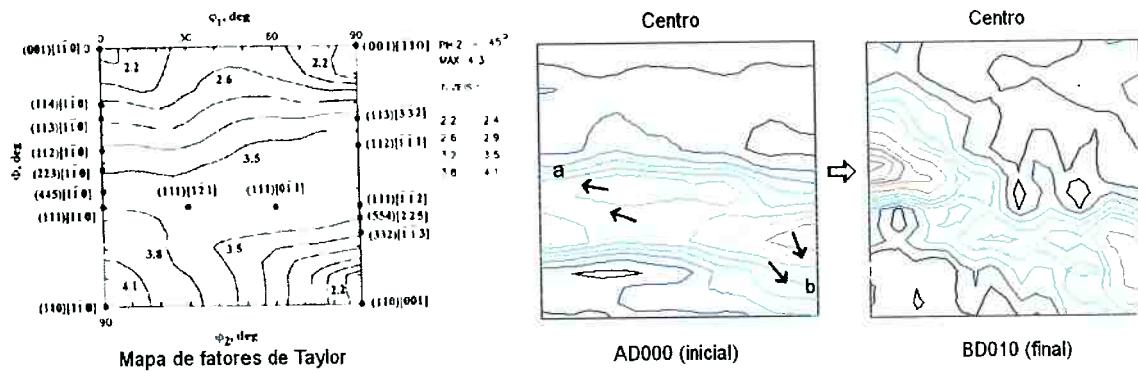
**Figura 54 – Mapa de textura (ODF) da amostra ED010.**

Esta série, EDxxx, teve crescimento exagerado de grão em todas as amostras, inclusive na sem deformação. A ED006 e ED010 foram recristalizadas por completo, e a ED000 foi recristalizada parcialmente.

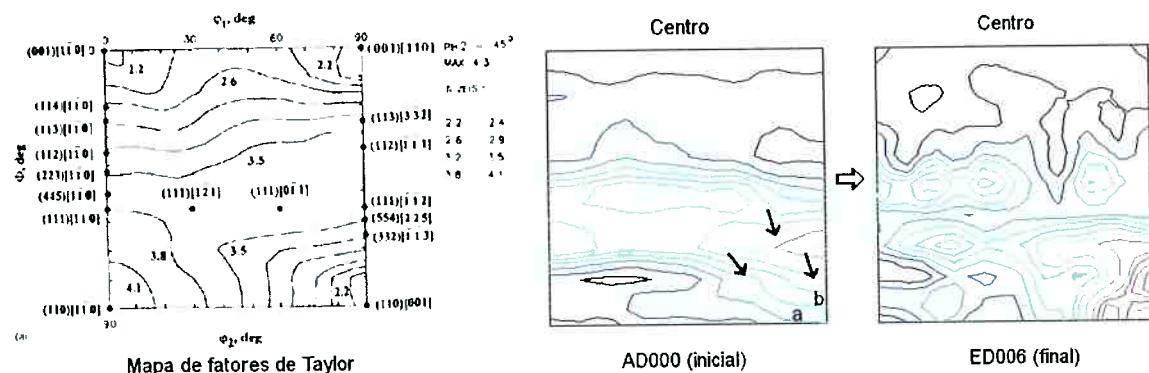
O comportamento da textura na superfície da amostra ED000 foi distinto dos outros visto neste trabalho, houve a dissolução da fibra- $\gamma$  e a formação de componentes cubo {100}<001>. No centro houve certa dispersão da fibra- $\gamma$  com redução de intensidades. Não foi encontrada referência para este comportamento. Na amostra ED006 a textura de superfície manteve a fibra- $\gamma$ , porém com a posição do pico {332}<113> deslocada para uma posição {111}<011>. No centro houve uma significativa evolução de textura devido a recristalização. A fibra- $\gamma$  sofreu dissolução e os picos mais intensos de textura se deslocaram para dois picos ao redor da componente Goss. Outros picos de menor intensidade foram formados nas regiões superior e inferior a fibra- $\gamma$ .

No caso da amostra ED010, a superfície não sofreu significativa evolução de textura. Porém, no centro houve a dissolução da fibra- $\gamma$ , formando picos em {112}<110> e {331}<012>.

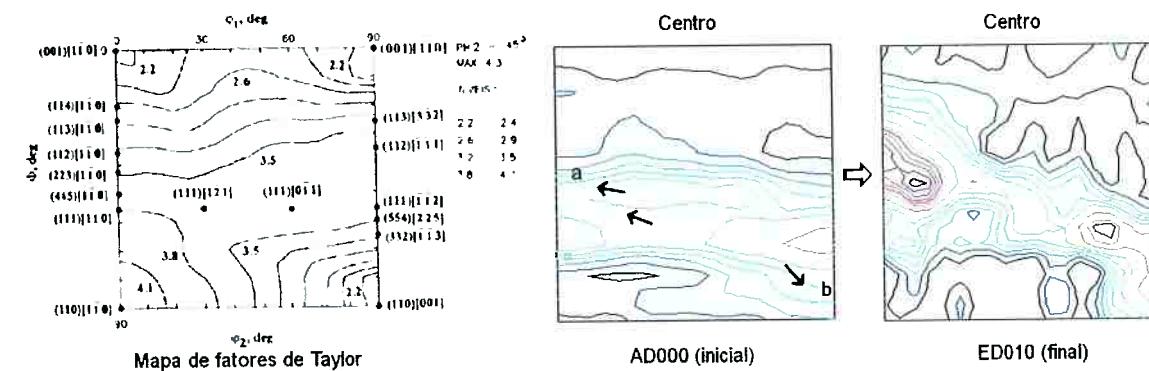
Para analisar a evolução da textura causada pelo crescimento de grão por deformação e recozimento, devem-se ater as amostra que sofreram recristalização completa. Pois a comparação destas com as amostras de controle (AC000 e AD000) podem revelar indícios sobre o comportamento do mecanismo de recristalização. A Figura 55, Figura 56 e Figura 57, fazem comparações entre as amostras totalmente recristalizadas (BD010, ED006 e ED010) e seu material de origem (AD000) sob o ponto de vista do fator de Taylor.



**Figura 55 – Evolução da textura da amostra AD000 após deformação de 10% e recozimento a 700°C por 2 horas (BD010).**



**Figura 56 – Evolução da textura da amostra AD000 após deformação de 6% e recozimento a 760°C por 2 horas (ED006).**



**Figura 57 – Evolução da textura da amostra AD000 após deformação de 10% e recozimento a 760°C por 2 horas (ED010).**

Analisando a Figura 55, pode-se observar que a nova textura se fortaleceu sobre as regiões a e b, marcadas na ODF, da amostra AD000. Estas regiões pré-existentes na amostra inicial possuem, de acordo com o mapa, fatores de Taylor menor.

Este mesmo comportamento foi observado na Figura 56 e Figura 57. Ou seja, a textura evolui para componentes pré-existentes de menor fator de Taylor.

Porém deve-se notar que o mapa do fator de Taylor utilizado é calculado para deformação por compressão pura. Como a região próxima a superfície é a onde normalmente ocorre a nucleação, e devido ao efeito cisalhante da laminacão é provável que este mapa de fator de Taylor não seja o mais indicado. Um mapa de fatores de Taylor mais realístico deve ser calculado sobre uma composição de compressão e cisalhamento. Para efeito ilustrativo a Figura 58 mostra um mapa de fator de Taylor calculado para cisalhamento puro.

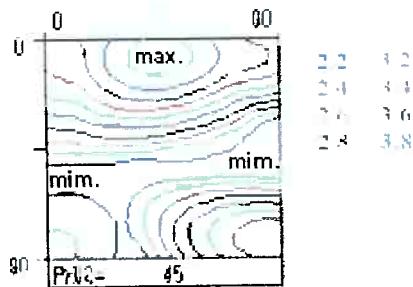


Figura 58 – Mapa de fatores de Taylor para cisalhamento puro [24].

## 5 Conclusão

Devido a parte experimental do trabalho algumas conclusões podem ser feitas:

- O efeito do carbono na composição demonstrou retardar o crescimento de grão por deformação e recozimento. O efeito deve estar relacionado com o “solute drag” e ancoramento por precipitados.
- A introdução de deformação atuou como redutor da mobilidade de contornos nas amostras não descarbonetadas e recozidas a 760°C. Nas amostras recozidas 700°C não foi possível constatar o efeito.
- A técnica de “grain orientation spread” feita por EBSD, nas amostras não descarbonetadas e recozidas a 760°C, indicou que há uma diferença de energia acumulada na deformação entre os grãos recristalizados e o restante da amostra não recristalizada.
- Através de dados estatísticos de “grain orientation spread”, pode-se dizer que parte da energia acumulada na deformação encontrava-se presente nas frações não recristalizadas, pelo menos nas amostras não descarbonetadas e recozidas a 760°C.
- A evolução da textura indica relação com o fator de Taylor.

O trabalho não pode ser conclusivo a respeito de qual o mecanismo é responsável pelo crescimento de grão por pequena deformação e recozimento. Porém alguns fatos podem contribuir para o esclarecimento:

- Há sim um efeito ancorador da deformação sobre os contornos, pelo menos na amostra não descarbonetada e recozida a 760°C, o que reforça a hipótese de recristalização induzida por deformação. Porém a força motriz para a migração de contornos parece ter relação com uma diferença de energia de deformação acumulada, como visto pelas análises do EBSD.

## 6 Referências bibliográficas

- [1]. MEHL, R. F. The Historical Development Of Physical Metallurgy. CAHN (Ed.) Physical Metallurgy. North Holland, 2nd Ed. London, P. 1-31 (1970)
- [2]. PADILHA, A.F., SICILIANO, F.Jr., Encruamento, Recristalização e Crescimento de Grão e Textura, **Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais**, 3 ed. (2004)
- [3]. DOHERTY, R.D.; HUGUES D.A.; HUMPHREYS, F.J.; JONAS, J.J.; JUUL JENSEN, D.; KASSNER, M.E.; KING, W.E.; MCNELLY, T.R.; MCQUEEN, H.J. e ROLLET, A.D. Current issues in recrystallization: a review. **Materials Science and Engineering A**238 219-274, (1997)
- [4]. ATONIONE, C. et al. Effect of slight deformations on grain growth on iron. **Journal of Materials Science vol 12**, Chapman and Hall Ltd. p. 747-750 (1977)
- [5]. ATONIONE, C. et al. Grain Growth and Secondary Recrystallization, **Journal of Materials Science vol.8**, Chapman and Hall Ltd. P.1-10 (1973)
- [6]. ATONIONE, C.; BATTEZZATI, L.; LUCCI, A.; RIONTINO, G.; TABASSO, M.C. A statistical investigation of normal and abnormal grain growth in iron, **Journal of Materials Science 15**, p 1730-1735 (1980)
- [7]. RANDLE, V. Strain Induced Secondary recrystallization, **Materials Science forum Vol. 113-115** p 189-194 (1993)
- [8]. RIONTINO, G; ATONIONE, C.; BATEZZATI, L. e MARINO, F. "Kinetics of abnormal grain growth in pure iron", Istituto di Chimica Generale ed Inorganica, Facolta di Farmacia, Universita di Torino, Italy, **Journal of Materials Science 14**, p. 86-90 (1979)
- [9]. LANDGRAF, J.F.G; HERNALSTEEENS, C. Crescimento de grão induzido por deformação em aço baixo carbono. **Contribuição técnica do 50º Congresso Anual da ABM** [s.n.], S. Pedro. (1995)
- [10]. LANDGRAF, J.F.G; TAKANOHASHI, R.; CAMPOS, M. F. Tamanho de grão e textura dos aços elétricos de grão não-orientados, **Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão**, p 211-246 (2003)
- [11]. PAULA, A.S; VIANA, C. S. C., R. Textura de deformação. **Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão**, p 35-54 (2003)
- [12]. FALLEIROS, I. G. S; CAMPOS, M. F. Nucleação da recristalização. **Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão**, p 55-70 (2003)
- [13]. BECK, P. A; SPERRY, P. R. Strain induced grain boundary migration in high purity aluminum. **Jornal of Applied Physics**, vol.21, p 150-152 (1950)
- [14]. CAMPOS; M. F. **Microestrutura, textura e propriedades magnéticas em aços elétricos.** 2000. 303 p.Tese de Doutorado – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (2000)
- [15]. JAKOBSEN, B; ET AL. Formation and Subdivision of Deformation Structures During Plastic Deformation. **MATERIALS SCIENCE: Collective Defect Behavior Under Stress.** Science 312. (2006)

- [16]. WARDLE, S.T; LIN, L. S; CETEL, A; ADAMS, B.L; Orientation Imaging Microscopy: Monitoring Residual Stress Profiles in Single Crystals using an Image-Quality Parameter, IQ in **Proc. 52nd Annual Meeting of the Microscopy Society of America**, eds. G. W. Bailey and A.J. Garratt-Reed, San Francisco Press: San Francisco, pp. 680-1, (1994).
- [17]. RAY, R. K.; JONAS, J. J.; HOOK, R. E. Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels. **Int. Mat. Rev.**, v. 39, n. 4, p. 129-172, (1994)
- [18]. CUNHA, M.A., PAOLINELLI, S.C. Effect of the annealing temperature on the structure and magnetic properties of 2%Si steel. **Apresentado no Congresso de Estruturologia de 2001**, Tiradentes, (2001).
- [19]. MCCURRIE, R. A. Ferromagnetic Materials. **Structure and Properties**. London, Academic Press, (1994)
- [20]. CASTRO, S.F; GALLEGOS, J; LANDGRAF, F.J.G; KESTENBACH, H.-J; Orientation dependence of stored energy of cold work in semi-processed electrical steels after temper rolling, **Materials Science and Engineering: A**, Volume 427, Issues 1-2, 15 July 2006, Pages 301-305.
- [21]. CASTRO, N. A; LANDGRAF, F. J. G; PLAUT, R. L; YONAMINE, T. Gradiente de deformação e textura em chapas de aço submetidas a laminação de encurvamento. **Contribuição técnica do 61º Congresso Anual da ABM** (2006).
- [22]. CASTRO, N. A; LANDGRAF, F. J. G; YONAMINE, T; ARAÚJO, E. G. Efeito da preparação da amostra em ODF obtida por difração de raio-X. **Contribuição técnica do III Workshop sobre textura e relações de orientação** (2006).
- [23]. VACUUMSCHMELZE. Soft magnetic materials: fundamentals, alloys, properties, products, applications; the Vacuumschmelze handbook. Lodon: Heyden, (1978).
- [24]. KESTENS, L. Crystallographic aspects of plasticity. Material de palestra oferecida à Universidade de São Paulo. (2006).