

**MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
CURSO DE MESTRADO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

BÁRBARA VAZ ANDRADE

**FRAGMENTAÇÃO DE GRÃOS EM UM AÇO LIVRE DE
INTERSTICIAIS**

**Rio de Janeiro
2016**

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

BÁRBARA VAZ ANDRADE

**FRAGMENTAÇÃO DE GRÃOS EM UM AÇO LIVRE DE
INTERSTICIAIS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão – D.C.

Rio de Janeiro
2016

c2015

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

Praça General Tibúrcio, 80 – Praia Vermelha

Rio de Janeiro – RJ CEP: 22290-270

Este exemplar é de propriedade do Instituto Militar de Engenharia, que o poderá incluir em base de dados, armazenar em computador, microfilmear ou adotar qualquer forma de arquivamento.

É permitida a menção, reprodução parcial ou integral e a transmissão entre bibliotecas deste trabalho, sem modificação de seu texto, em qualquer meio que esteja ou venha a ser fixado, para pesquisa acadêmica, comentários e citações, desde que sem finalidade comercial e que seja feita a referência bibliográfica completa.

Os conceitos expressos neste trabalho são de responsabilidade do(s) autor(es) e do(s) orientador(es).

620.11	Andrade, Bárbara Vaz
A553f	Fragmentação de grãos em um aço livre de intersticiais / Bárbara Vaz Andrade, orientado por Luiz Paulo Mendonça Brandão – Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2016.
	113p.: il.
	Dissertação (Mestrado) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2016.
	1. Curso de Ciência dos Materiais – teses e dissertações. 2. EBSD. 3. Difração. 4. Textura. 5. Fragmentação. 6. Aço. I. Brandão, Luiz Paulo Mendonça II. Título. III. Instituto Militar de Engenharia.

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

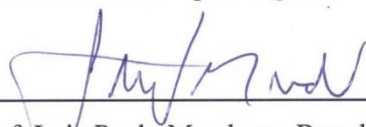
BÁRBARA VAZ ANDRADE

**FRAGMENTAÇÃO DE GRÃOS EM UM AÇO LIVRE DE
INTERSTICIAIS**

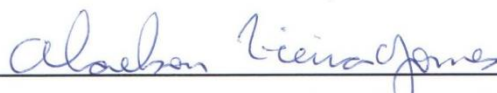
Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Mestrado em Ciência dos Materiais do Instituto Militar de Engenharia, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências em Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão – D.C.

Aprovada em 28 de abril de 2016 pela seguinte Banca Examinadora:




Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão – D.C. do IME – Presidente



Prof. Alaelson Vieira Gomes – D.C. do IME



Prof.^o Andersan dos Santos Paula - D.C. do IME



Prof. Rodrigo Felix de Araujo Cardoso – D.C. do CBPF

Rio de Janeiro

2016

Dedico este trabalho à minha amada avó Terezinha.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, que me sustentou durante todas as dificuldades e a quem devo todas as possibilidades de vida e progresso.

Aos meus pais amados Marta e Ary e à minha irmã Lorena por todo o apoio nos momentos difíceis e pelo amor que me fez mais forte. Ao Fernando companheiro de todas as horas, pelo incentivo na realização dos meus sonhos e principalmente, pela paciência durante os momentos de distância.

Ao meu orientador, Prof. D.C. Luiz Paulo Brandão pela oportunidade, acolhida, confiança e pelo empenho dedicado à elaboração desse trabalho. A todos os funcionários e professores do IME, particularmente ao Joel, Prof Andersan, Prof Elias, Prof Luís Henrique, Prof Leila e Prof Marcelo Prado por acreditarem e se dedicaram a mim.

Aos amigos que conquistei no IME, em especial, Renata, Daniele, Gisele, Camila e Ana Rosa e companheiros de laboratório: Igor, Nicki, Eustáquio, Ramón, Simone, Talita, Juciane, Rebeca, Saulo, Rogério, Carol, Bruna e Renato que foram parte imprescindível no decorrer do trabalho e que vão continuar presentes em minha vida.

Ao Instituto Nacional de Tecnologia - INT, pelo apoio, em especial, aos colegas Simone, Olívia, Raphael, Raquel e ao Cássio, por todo o suporte na preparação de algumas das amostras utilizadas nesse trabalho. Ao Rodrigo Cardoso, responsável pela oficina mecânica, do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – CBPF, por sempre estar disponível no auxílio aos colegas do IME.

Ao Eng. Guinancio, M.Sc., da CSN, pela doação do material para o desenvolvimento do trabalho.

À CAPES, pelo suporte financeiro.

À todos os demais familiares e amigos que compartilharam os prazeres e dificuldades desta jornada.

Muito obrigada!

Agradeço todas as dificuldades que enfrentei, não fosse por elas, eu não teria saído do lugar. As facilidades nos impedem de caminhar.

FRANCISCO CÂNDIDO XAVIER

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES	10
LISTA DE TABELAS	18
LISTAS DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS	19
LISTA DE SIGLAS	22
1 INTRODUÇÃO	25
2 OBJETIVO	26
2.1 Objetivos Específicos.....	26
3 REVISÃO DE LITERATURA	27
3.1 Estado da Arte	27
3.2 Revisão de Conceitos Básicos.....	33
3.2.1 Aços Livres de Intersticiais (Aços If)	33
3.2.2 Textura Cristalográfica.....	34
3.2.2.1 Textura de Deformação.....	35
3.2.2.2 Textura de Recristalização	36
3.2.3 Notação e Representação da Textura Cristalográfica	37
3.2.3.1 Figuras de Polo.....	37
3.2.3.2 Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC)	39
3.2.4 Determinação de Microtextura Cristalográfica	42
3.2.4.1 Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD)	42
3.2.4.2 Microscopia por Imagem de Orientação (OIM).....	45
3.2.4.3 Desorientação	46
3.2.5 Deformação Plástica em Policristais	47
3.2.5.1 Modelo de Sachs	47
3.2.5.2 Modelo de Taylor	48
3.2.5.3 Modelo de Bishop e Hill	51
3.2.6 Heterogeneidades na Deformação.....	52
3.2.6.1 Bandas de Deformação	53
3.2.6.2 Bandas de Transição	54

3.2.6.3	Bandas de Cisalhamento	55
3.2.6.4	Fragmentação dos Grãos	55
3.2.7	Sítios de Coincidência (CSL).....	57
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	60
4.1	Material	60
4.2	Processamento Termomecânico	61
4.2.1	Recozimento.....	61
4.2.2	Laminações a Frio	63
4.3	Caracterização	65
4.3.1	Análise de Microtextura por EBSD	65
4.3.2	Análise de Textura Cristalográfica por DRX.....	66
5	RESULTADOS.....	69
5.1	Textura Cristalográfica.....	69
5.2	Microscopia por Imagem de Orientação (OIM).....	73
5.2.1	Condição C1	73
5.2.2	Condição C2.....	76
6	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....	79
6.1	Avaliação da Textura por Difração de Raios-X	79
6.2	Microscopia por Imagem de Orientação (OIM).....	81
6.3	Fragmentação dos Grãos	83
6.3.1	Condição C1	83
6.3.2	Condição C2.....	84
6.4	Tamanho de Grãos	85
6.5	Avaliação das Rotações por Ângulos de Euler	86
6.5.1	Condição C1	86
6.5.2	Condição C2.....	89
6.6	Perfil de Diferença de Orientação	95
6.6.1	Condição C1	95
6.6.2	Condição C2.....	98
6.7	Contornos CSL e as Relações de Desorientação.....	100

7	CONCLUSÕES	106
8	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	108
9	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	109

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- FIG 3.1 Subestrutura de uma amostra de Fe-Si com 45% de deformação. Contornos pretos representam contornos de alto ângulo maior que 15° . Linhas vermelhas representam os contornos de baixo ângulo entre 2° e 10° (SILVA, 2007). 27
- FIG 3.2 Mapas de EBSD/OIM da evolução microestrutural de amostras amostra de Fe-Si deformadas. (a) Sem deformação (b) 10% de deformação (c) 30% de deformação (d) 40% de deformação (e) 60% de deformação (f) 90% de deformação (SILVA et al, 2006b)..... 28
- FIG 3.3 Mapas de EBSD (seção longitudinal), mostrando desorientação de baixo ângulo em relação ao pixel vizinho $> \Theta_{\text{mis}}$ (linhas brancas). A diferença na escala de cinza é relatada para ϕ_2 para cada pixel. Linhas pretas marcam regiões reconstruídas por algoritmo usando $\Theta_{\text{mis}} = 8^\circ$ (a) 30% de redução ($\Theta = 2^\circ$), (b) 50% de redução ($\Theta = 4^\circ$) (Li et al, 2004). 30
- FIG 3.4 Perfis de referência de misorientação ao longo da direção de laminação: (a) redução de 30%, fibra γ e (b) redução de 30%, fibra α . As orientações ao longo da varredura são mostrados nas figuras de polo $\{111\}$ (Li et al, 2004). 31
- FIG 3.5 Perfis de referência de misorientação ao longo da direção de laminação: (a) redução de 50%, fibra γ e (b) redução de 50%, fibra α . As orientações ao longo da varredura são mostrados nas figuras de polo $\{111\}$ (Li et al, 2004). 31
- FIG 3.6 Distribuição de contornos de grão para um aço IF laminado com redução de, respectivamente: (a) 90%, (b) 98% e (c) 99,5% (Saha e Ray, 2007) 32
- FIG 3.7 Representação esquemática das relações entre macrot textura, microtextura e mesotextura (RANDLE, 1992)..... 35
- FIG 3.8 Textura de laminação de um aço baixo carbono, laminado a frio; figura de pólo 200 com 90% de redução. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004) 36

FIG 3.9	(a) Família de polopolo {001} de um monocristal cúbico representados em uma projeção estereográfica (b) família de polopolo desse cristal (GRAJALES, 2010 apud BUNGE, 1982).	37
FIG 3.10	Figuras de polo (100), (110) e (111) para um aço IF laminado a frio (VERLINDEN et al., 2007).	38
FIG 3.11	Figura de polo inversa de um aço elétrico GNO com 3,3% Si obtida a partir de mapas gerados por EBSD/OIM (RODRIGUES, 2011).	38
FIG 3.12	Definição dos ângulos de Euler ϕ_1 , Φ e ϕ_2 , segundo Bunge (VERLINDEN et al., 2007).	39
FIG 3.13	Representação de orientações no espaço tridimensional definido pelos ângulos de Euler (convenção de Bunge) (VERLINDEN et al., 2007).	41
FIG 3.14	Ábacos para a interpretação de FDOC's para as seções $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$	41
FIG 3.15	Textura de deformação para um aço IF Ti-Nb laminado a frio com redução de 90%. (a) seção ϕ_2 constante ilustrando claramente duas das mais nítidas fibras de deformação, Fibras α e γ . (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).	41
FIG 3.16	Padrão de EBSD para (a) uma amostra preparada adequadamente e para (b) uma amostra preparada de forma inadequada de Zircônio (WRIGHT et al., 2011).	43
FIG 3.17	Arranjo experimental normalmente utilizado para análises de EBSD. (PINTO; LOPES, 2003)	44
FIG 3.18	(a) Padrão de Kikuchi obtido em uma amostra de nióbio (CCC); (b) transformada de Hough de (a); (c) padrão de (a) identificado (PINTO; LOPES, 2003).	44
FIG 3.19	(a) Mapa de orientação de uma liga Fe-Si recristalizada; (b) Triângulo unitário de referência das cores utilizadas. (SILVA, 2007).	46
FIG 3.20	Escala de cores para interpretação da desorientação nos mapas de orientação (SILVA et al, 2006a).	46

FIG 3.21	Subestruturas formadas no interior dos grãos durante a deformação plástica em um aço: 1) banda de deformação; 2) microbandas ou bandas de transição; 3) contorno de grão; 4) regiões de inclusão (GORELIK, 1981).....	52
FIG 3.22	Bandas de transição em uma liga Al-Cu após compressão uniaxial a temperatura ambiente (ALVES, 2011).....	52
FIG 3.23	A hierarquia da microestrutura formada pela deformação por deslizamento de um metal policristalino: (a) Discordâncias; (b) contorno de discordância; (c) Bandas de deformação e (d) Bandas de cisalhamento (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).....	55
FIG 3.24	Desenho esquemático acompanhado de microestruturas de Níquel no estado deformado em amostras após (a) deformações intermediárias e (b) grandes deformações (DOHERTY et al, 1997)	57
FIG 3.25	Representação gráfica hipotética do contorno $\Sigma 13a$	58
FIG 4.1	Amostra de aço IF como recebida da CSN.....	61
FIG 4.2	Microestrutura do aço IF como recebido, em diferentes regiões da amostra: (a) Central; (b) Lateral	62
FIG 4.3	Microestrutura do aço IF após o recozimento a 900°C por 30 minutos.	62
FIG 4.4	Esquema do gabarito utilizado para laminação da amostra da condição C2.	63
FIG 4.5	Fluxograma de processamento das amostras	64
FIG 4.6	Laminador FENN MFG. Co., modelo D 51710 de 1973. Laboratório de Processamento Mecânico do IME.....	64
FIG 4.7	Fluxograma de análises microestruturais das amostras.	65
FIG 4.8	PANalytical X'Pert PRO MRD do laboratório de difração de raios-x do IME	67
FIG 4.9	Representação de uma tabela .chd	68

FIG 5.1	(a) FDOC para uma amostra laminada a quente como recebida. $\phi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).	69
FIG 5.2	(a) FDOC para uma amostra recozida a 900°C por 30 minutos. $\phi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).	70
FIG 5.3:	(a) FDOC para uma amostra deformada em 10%. $\phi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).	70
FIG 5.4	(a) FDOC para uma amostra deformada em 30%. $\phi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).	71
FIG 5.5	(a) FDOC para uma amostra deformada em 50%. $\phi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).	71
FIG 5.6	(a) FDOC para uma amostra deformada em 70%. $\phi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).	72
FIG 5.7	(a) FDOC para uma amostra deformada em 90%. $\phi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).	72
FIG 5.8	Mapas de EBSD/OIM Figura de polo inversa para (a) uma amostra recozida a 900°C por 30 min, (b) uma amostra deformada em 10%, (c) uma amostra deformada em 30%, (d) uma amostra deformada em 50%, (e) uma amostra deformada em 70% e (f) uma amostra deformada em 90%.	74
FIG 5.9	Figuras de polo inversa para (a) uma amostra recozida a 900°C por 30 min, (b) uma amostra deformada em 10%, (c) uma amostra deformada em 30%, (d) uma	

	amostra deformada em 50%, (e) uma amostra deformada em 70% e (f) uma amostra deformada em 90%.....	75
FIG 5.10	Mapas de EBSD/OIM Distribuição de grãos para (a) uma amostra recozida a 900° C por 30 min, (b) uma amostra deformada em 10%, (c) uma amostra deformada em 30%, (d) uma amostra deformada em 50%, (e) uma amostra deformada em 70% e (f) uma amostra deformada em 90%.....	76
FIG 5.1	Mapas de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra (a) deformada em 30%, (b) deformada em 45%, (c) deformada em 60%.....	76
FIG 5.12	Figuras de polo inversa para uma amostra (a) deformada em 30%, (b) deformada em 45%, (c) deformada em 60%.....	77
FIG 5.13	Mapas de EBSD/OIM Desorientação Média entre Grãos para uma amostra (a) deformada em 30%, (c) deformada em 45%, (e) deformada em 60% e Distribuição de grãos e para a mesma amostra (b) deformada em 30%, (d) deformada em 45%, (f) deformada em 60%.....	78
FIG 5.14	Mapas de EBSD/OIM Phase+contorno de grãos para uma amostra (a) deformada em 30%, (b) deformada em 45%, (c) deformada em 60%.....	78
FIG 6.1	Intensidade dos principais componentes da Fibra α , comparada ao aumento do grau de deformação a frio para a condição C1.....	79
FIG 6.2	Intensidade dos principais componentes da Fibra γ , comparada ao aumento do grau de deformação a frio para a condição C1.....	79
FIG 6.3	Intensidade das Fibras α e γ , comparada ao aumento do grau de deformação a frio para a condição C1.....	80
FIG 6.4	Mapas de EBSD/OIM Figura de polo inversa (IPF) para (a) uma amostra recozida a 900° C por 30 min, (b) uma amostra deformada em 50%.....	82
FIG 6.5	Distribuição de contornos de grão em amostras com diferentes deformações para a condição C1.....	83

FIG 6.6	Distribuição de contornos de grão em uma mesma amostra com diferentes deformações para a condição C2.....	84
FIG 6.7	Medidas de tamanho médio de grão em amostras com diferentes deformações para a condição C1.	85
FIG 6.8	Representação esquemática das regiões de coleta de dados num Mapa de EBSD/OIM Figura de Polo Inversa para uma amostra recozida a 900° C por 30 min.....	86
FIG 6.9	Menor ângulo entre planos em amostras com diferentes deformações para a condição C1.....	88
FIG 6.10	(a) Mapa de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 30% com os grãos medidos destacados; (b) Representação esquemática das regiões de coleta de dados num Mapa de EBSD/OIM Figura de Polo Inversa para uma amostra recozida a 900° C por 30 min.	89
FIG 6.11	Mapa de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 30% com as regiões de medidas indicadas para o GRÃO 1, (b) Ângulo de rotação entre os planos para os intervalos de deformação para GRÃO 1.	90
FIG 6.12	Mapa de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 30% com as regiões de medidas indicadas para o GRÃO 2, (b) Ângulo de rotação entre os planos para os intervalos de deformação para GRÃO 2.	91
FIG 6.13	Mapa de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 30% com as regiões de medidas indicadas para o GRÃO 3, (b) Ângulo de rotação entre os planos para os intervalos de deformação para GRÃO 3.	91
FIG 6.14	Mapa de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 30% com as regiões de medidas indicadas para o GRÃO 4, (b) Ângulo de rotação entre os planos para os intervalos de deformação para GRÃO 4.	91
FIG 6.15	Mapa de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 30% com as regiões de medidas indicadas para o GRÃO 5, (b) Ângulo de rotação entre os planos para os intervalos de deformação para GRÃO 5.	92

FIG 6.16	Representação das vizinhanças analisadas na condição C2.....	93
FIG 6.17	Relação entre as regiões vizinhas medidas para: (a) Vizinhança 1; (b) Vizinhança 2; (c)Vizinhança 3.	94
FIG 6.18	Esquema utilizado para traçado das linhas teste para Condição C1.	95
FIG 6.19	(a) Mapas de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra recozida a 900°C por 30 min; (b) Perfil de Desorientação (°) x Distância (µm) para a linha teste mostrada em (a).....	95
FIG 6.20	(a) Mapas de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 10%; (b) Perfil de Desorientação (°) x Distância (µm) para a linha teste mostrada em (a).....	96
FIG 6.21	(a) Mapas de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 30%; (b) Perfil de Desorientação (°) x Distância (µm) para a linha teste mostrada em (a).....	96
FIG 6.22	(a) Mapas de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 50%; (b) Perfil de Desorientação (°) x Distância (µm) para a linha teste mostrada em (a).....	96
FIG 6.23	(a) Mapas de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 70%; (b) Perfil de Desorientação (°) x Distância (µm) para a linha teste mostrada em (a).....	96
FIG 6.24	(a) Mapas de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 90%; (b) Perfil de Desorientação (°) x Distância (µm) para a linha teste mostrada em (a).....	97
FIG 6.25	Esquema utilizado para traçado das linhas teste para Condição C2.	98
FIG 6.26	Mapas de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 30%, (b) Perfil de Desorientação (°) x Distância (µm) para a linha teste mostrada em (a).....	98

FIG 6.27	Mapas de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 45%, (b) Perfil de Desorientação ($^{\circ}$) x Distância (μm) para a linha teste mostrada em (a).....	99
FIG 6.28	Mapas de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 60%, (b) Perfil de Desorientação ($^{\circ}$) x Distância (μm) para a linha teste mostrada em (a).....	99
FIG 6.29	Frequência de contornos CSL em amostras da condição C1.....	100
FIG 6.30	Frequência dos principais contornos CSL em amostras da condição C1.	101
FIG 6.31	Evolução de contornos CSL $\Sigma 3$ e contornos de alto ângulo, comparadas ao aumento do grau de deformação a frio.....	102
FIG 6.32	Correlação entre contornos CSL $\Sigma 3$ e contornos de alto ângulo.	102
FIG 6.33	Intensidades do contorno CSL $\Sigma 13b$ e da fibra γ , comparadas ao aumento do grau de deformação a frio.....	103
FIG 6.34	Correlação linear entre intensidade da Fibra γ e contornos CSL $\Sigma 13b$	104
FIG 6.35	Correlação polinomial de 3 $^{\circ}$ grau entre intensidade da Fibra γ e contornos CSL $\Sigma 13b$	104
FIG 6.36	Correlação polinomial de 4 $^{\circ}$ grau entre intensidade da Fibra γ e contornos CSL $\Sigma 13b$	104
FIG 6.37	Intensidades do contorno CSL $\Sigma 11$ e da fibra α , comparadas ao aumento do grau de deformação a frio.....	105
FIG 6.38	Correlação linear entre intensidade da Fibra α e contornos CSL $\Sigma 11$	105

LISTA DE TABELAS

TAB 3.1	Faixa de composições típicas (em % peso) para os aços IF (KRAUSS, 2005). ...	34
TAB 3.2	Diferentes nomenclaturas para as estruturas 1 e 2 apresentadas na FIG 2.23. (SILVA, 2007).....	53
TAB 3.3	Pares eixo-ângulo correspondentes aos contornos CSL até $\Sigma=29$ nos sistemas cúbicos. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).....	58
TAB 4.1	Composição química do aço em estudo	60
TAB 6.1	Índices de Miller referentes as mesmas posições de um um grão central qualquer de cada amostra da Condição C1	87
TAB 6.2	Ângulos de Euler referentes aos grãos da amostra da Condição C2.....	89
TAB 6.3	Índices de Miller referentes aos grãos da amostra da Condição C2.....	90
TAB 6.4	Desorientação média calculada para as deformações da condição C1.....	97
TAB 6.5	Desorientação média calculada para as deformações da condição C2.....	99

LISTAS DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

ABREVIATURAS

Al	- Alumínio
BQ	- Bobina laminada a quente
C	- Carbono
CB	- Blocos de células (<i>Cell Blocks</i>)
CCC	- Cristal cúbico de corpo centrado
CCD	- Dispositivo de carga acoplada (<i>Charge-Coupled Device</i>)
CFC	- Cristal cúbico de face centrada
Co	- Cobalto
DDW	- Paredes de alta densidade de discordâncias (<i>Dense Dislocations Walls</i>)
DL	- Direção de Laminação
DN	- Direção Normal
DT	- Direção Transversal
DRX	- Difração de raios X
EBSD	- Difração de elétrons retroespalhados (<i>Electron backscatter diffraction</i>)

EDS	-	Espectroscopia de energia dispersiva de RX (<i>Energy-dispersive X-ray spectroscopy</i>)
GNB	-	Contornos geometricamente necessários (<i>Geometrically Necessary Boundaries</i>)
IDB	-	Contornos de discordâncias “incidentais” (<i>Incidental Dislocation Boundaries</i>)
IF	-	Livre de intersticiais (<i>Interstitial Free</i>)
LB	-	Contornos lamelares (<i>Boundaries Lamellar</i>)
MET	-	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	-	Microscopia Eletrônica de Varredura
MB	-	Microbandas (<i>Micro Bands</i>)
Mg	-	Magnésio
N	-	Nitrogênio
Nb	-	Nióbio
Ni	-	Níquel
ODF	-	Função de distribuição de orientações (<i>Orientation Distribution Function</i>)
OIM	-	Microscopia por imagem de orientação (<i>Orientation Imaging Microscopy</i>)
Ta	-	Tântalo
Ti	-	Titânio

- TQ - Tira laminada a quente
- WDS - Espectroscopia por dispersão de comprimento de onda (Wavelength-dispersive X-ray spectroscopy)

SÍMBOLOS

- {hkl} - Índices de Miller indicando uma representação genérica de uma família de orientações referentes a planos atômicos.
- <uvw> - Índices de Miller indicando uma representação genérica de uma família de orientações referentes às direções atômicas.
- Fibra- α - $\langle 110 \rangle \parallel DL, \{hkl\} \langle 110 \rangle$
- Fibra- γ - $\langle 111 \rangle \parallel DN, \{111\} \langle uvw \rangle$

LISTA DE SIGLAS

IME	INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA
CBPF	CENTRO BRASILEIRO DE PESQUISAS FÍSICAS
CAPES	COMISSÃO DE APERFEIÇOAMENTO DE PESSOAL DO NÍVEL SUPERIOR
CSN	COMPANHIA SIDERÚRGICA NACIONAL

RESUMO

Foi investigado a fragmentação de grãos grosseiros e mudanças microestruturais de um aço livre de intersticiais (IF) estabilizado ao Nióbio (Nb) e Titânio (Ti). As técnicas de Difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e a Difração de raios X (DRX) foram aplicadas para acompanhar a influência da deformação a frio no desenvolvimento da textura, para diversas reduções a frio, em amostras distintas e em uma população restrita de grãos. Os resultados permitiram afirmar que os grãos não rotacionam uniformemente quando submetidos a deformação, evidenciando a ocorrência do fenômeno de fragmentação. Tal fenômeno se mostrou evidente em amostras com deformação a partir de 30%. Avaliou-se que possíveis efeitos da vizinhança colaboraram com a sequência de rotação durante a deformação. As regiões que apresentaram rotações baixas ($<10^\circ$) ou são consideradas “imóveis”, provavelmente encontram-se nessa situação para que regiões vizinhas rotacionem com liberdade. Os contornos CSL se revelaram como um fator importante na correlação dos resultados de microtextura e textura cristalográfica, sendo os mais proeminentes os tipos $\Sigma 3$, $\Sigma 9$, $\Sigma 13b$ e $\Sigma 11$.

ABSTRACT

The fragmentation of coarse grains and microstructural changes of a free steel interstitials (IF) stabilized niobium (Nb) and Titanium (Ti) during cold rolling deformation was investigated. The electron backscattering diffraction (EBSD) and X-ray diffraction (XRD) were applied to evaluate the influence of deformation on the texture development in different samples and in the same area of one sample that was followed during all the cold rolling steps, a restricted grain population. The results demonstrate that the specimen grains do not uniformly rotate when deformed, indicating the occurrence of fragmentation phenomenon. This phenomenon was more evident in samples with deformation from 30% and up. It was evaluated the neighborhood cause possible effects in the rotation sequence during deformation. The regions that exhibited small rotations ($<10^\circ$) probably are in this situation so that neighboring regions could rotate freely. CSL boundaries are revealed as an important factor in the correlation of the results of microtexture and crystallographic texture, the most prominent being the types $\Sigma 3$, $\Sigma 9$, $\Sigma 13b$ and $\Sigma 11$.

1 INTRODUÇÃO

Os aços livre de intersticiais - IF têm sido adotados nos últimos anos, principalmente, para aplicações em operações de embutimento profundo de peças para a indústria automotiva. Devido a isso, esse setor tem grande interesse e necessidade de desenvolver chapas de aço capazes de suportar altos níveis de deformação antes de ocorrer falha mecânica.

A evolução microestrutural desse tipo de aço quando deformado plasticamente por laminação a frio, tem sido intensamente estudada por diversas técnicas experimentais, incluindo microscopia ótica, microscopia eletrônica de transmissão (MET) e de varredura (MEV). Inicialmente, estudos realizados por Sachs (1928) indicavam que a deformação plástica em metais e ligas seria homogênea, porém foi verificado por Taylor (1938) e Bishop e Hill (1951b) que durante a deformação plástica a microestrutura se torna heterogênea, mediante o aparecimento de diferentes microestruturas de deformação. Esta deformação heterogênea é comumente acompanhada pelo aparecimento de subgrãos originados a partir da fragmentação dos grãos do material.

Neste sentido a deformação plástica de materiais policristalino, envolve processos de acomodação macro e microscópica que afetam a evolução microestrutural (HANSEN, 1990). O primeiro processo é responsável pela mudança no formato dos grãos, que se tornam mais alongados, acompanhada de um considerável aumento na área total dos contornos. Simultaneamente, discordâncias são geradas continuamente durante a deformação e passam a interagir entre si levando à formação de subestruturas mais complexas (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Microscopicamente, os grãos subdividem-se em diferentes componentes cristalográficos pela rotação do cristal.

A técnica de Difração de Elétrons Retroespalhados - EBSD têm sido utilizada para um melhor entendimento dessa fragmentação dos grãos, principalmente por sua influência tanto no desenvolvimento da textura como no fenômeno da recristalização.

2 OBJETIVO

O presente trabalho tem por principal objetivo caracterizar por EBSD a fragmentação dos grãos grosseiros de um aço IF estabilizado ao Ti e Nb para diversas reduções, obtidas por meio de laminação a frio, considerando-se a evolução de amostras distintas e em uma população restrita de grãos.

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Estudar e caracterizar por desorientação a evolução da fragmentação dos grãos para deformações de 10, 30, 50, 70 e 90 %;
- Acompanhar e avaliar as rotações de grãos individuais e as heterogeneidades de deformação para reduções de 30, 45 e 60% de uma população restrita;
- Seguir a evolução da textura cristalográfica por DRX e relacionar com o EBSD.

3 REVISÃO DE LITERATURA

O presente capítulo apresenta uma análise sucinta de assuntos que contribuem para o melhor entendimento do posicionamento dessa dissertação e seus objetivos, por meio de comentários sobre o aço avaliado, relevância da pesquisa e autores de estudos que são revisados da literatura.

3.1 ESTADO DA ARTE

Silva *et al* (2006a) utilizaram o método de indentação por microdureza Vickers para delimitar uma microrregião e acompanharam a evolução da textura de uma população de grãos, em uma amostra de Fe-Si que foi submetida a deformações de 10, 20, 45 e 55%. Observou-se de modo geral, que os grãos tenderam a evoluir para orientações com maior Fator Taylor. A deformação plástica provocou um "espalhamento" da desorientação dentro de um grão deformado, ou seja, estes apresentam grande desorientação, começando até mesmo a ocorrer subdivisão de grãos para taxas de deformação de 45% ou mais. A FIG 3.1 é uma ampliação da amostra com 45% de deformação de uma região com acentuada heterogeneidade. Mostrando que a partir de um nível intermediário de deformação, iniciou-se o aparecimento de subestruturas.

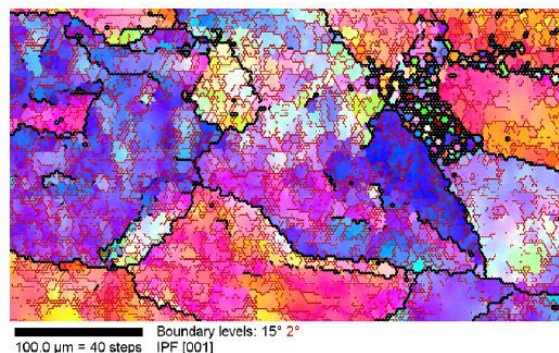


FIG 3.1: Subestrutura de uma amostra de Fe-Si com 45% de deformação. Contornos pretos representam contornos de alto ângulo maior que 15°. Linhas vermelhas representam os contornos de baixo ângulo entre 2° e 10° (SILVA, 2007).

Em outro artigo publicado no mesmo ano, Silva *et al* (2006b) analisaram amostras de um aço elétrico de grão não orientado com 1,25% de silício, submetido à laminação a frio com intervalos entre 10% e 90% de deformação. Por meio do uso da técnica de EBSD foram medidas diferenças de orientações cristalográficas ao longo de uma linha dentro dos grãos que apresentavam diferença de orientação em seu interior.

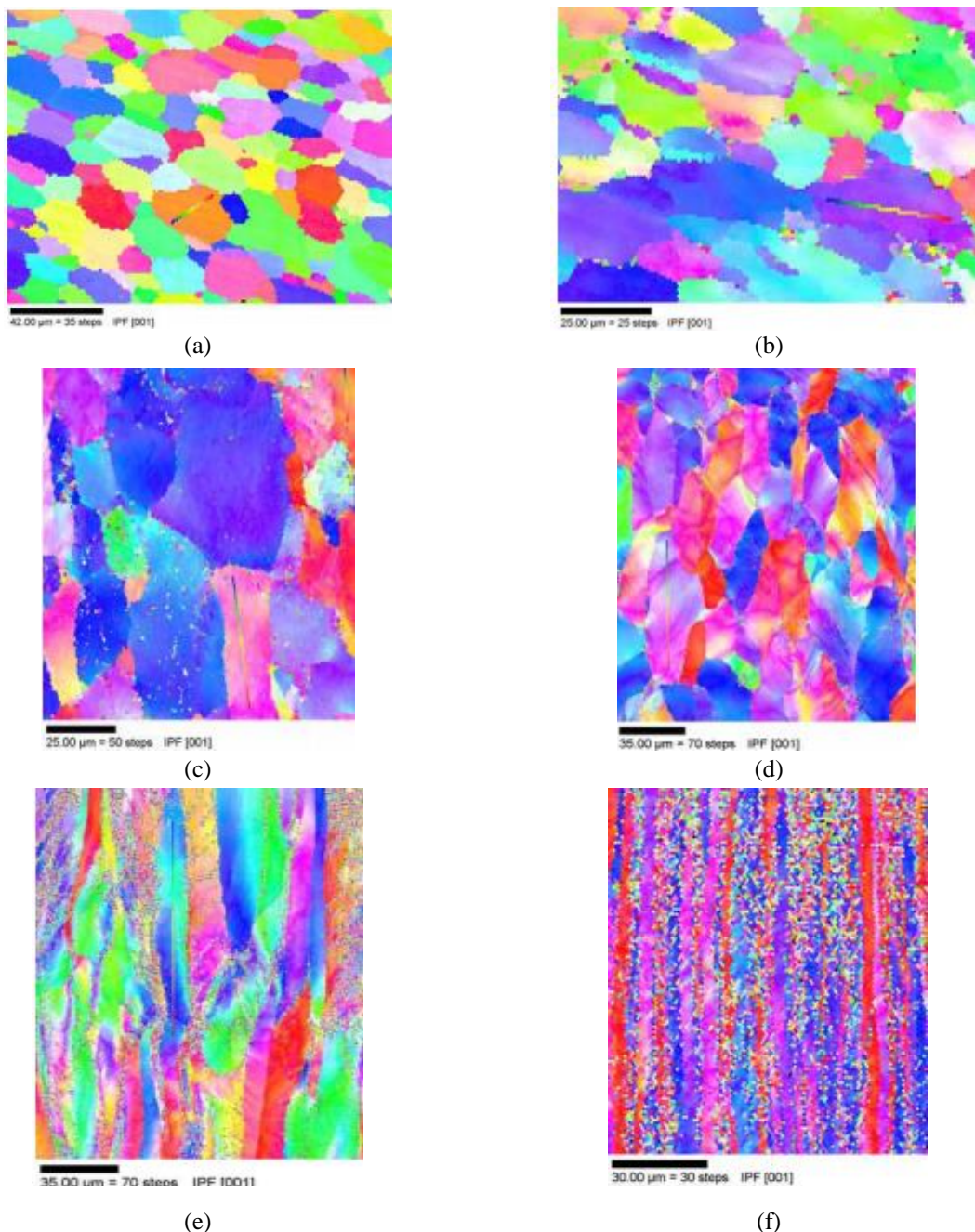


FIG 3.2: Mapas de EBSD/OIM da evolução microestrutural de amostras amostra de Fe-Si deformadas. (a) Sem deformação (b) 10% de deformação (c) 30% de deformação (d) 40% de deformação (e) 60% de deformação (f) 90% de deformação (SILVA *et al*, 2006b).

A análise dos mapas EBSD/OIM, mostrados na FIG 3.2, representam a população de grãos acompanhada e mostrou que a diferença de orientação no interior de um grão sem deformação foi de 3°. Porém, uma deformação de 10% aumentou essa diferença para 10° e uma deformação de 30% excedeu 30°. Aumentando para 60% de deformação observou-se que alguns grãos mantiveram o alongamento, enquanto outros grãos apresentaram bandas de transição, com diferenças de orientação ultrapassando 50°. A partir deste ponto, os grãos tornaram-se mais achatados e as diferenças de orientação menos bruscas, sendo que, dentro de um mesmo grão com 90% de deformação, essa diferença ficou entre 8 e 10°. Vale ressaltar que o índice de confiabilidade para estas amostras reduz consideravelmente com o aumento da deformação. Segundo os autores este problema pode ser resolvido com o uso de um MEV “Field Emission Gun” FEG/SEM. (SILVA *et al*, 2006b).

Huges e Hansen (1997) a partir de observações em um microscópio de transmissão (MET) em amostras de Al, Ni e Ta, altamente deformadas por torção e laminação comprovaram que os contornos de baixo e de alto ângulo produzidos durante a deformação originaram da subdivisão do grão pela acumulação de discordâncias e pela rotação, respectivamente. Esses mecanismos podem levar à formação de diferentes componentes de textura dentro de um grão original. A distribuição da desorientação foi estimada com base nestes mecanismos. A criação de elevados limites de ângulo baseados em evolução da textura ocorreu apenas após alguma deformação, quando a textura final já tinha sido bem desenvolvida. Em geral, a microestrutura evoluiu para uma estrutura lamelar de contornos de baixo e alto ângulo, emaranhados. O número destes últimos foi significativamente maior, cerca de 3-5 vezes, em amostras laminadas e 27 vezes em torcionadas, que o número de contornos de grão original.

A formação de limites de alto ângulo durante a deformação plástica levou a uma redução de tamanho de grão induzida por deformação. Este refinamento de grão terá um efeito tanto sobre as propriedades mecânicas como sobre o comportamento térmico de qualquer um dos metais deformados no estudo.

Em estudo anterior, Bay *et al* (1992) investigaram por meio de observações no MET a evolução da microestrutura durante o deslizamento em metais CFC, em exemplos de ligas de Al, Ni, Ni-Co e uma liga de Al-Mg, deformadas à temperatura ambiente, por laminação e por torção e comprovaram experimentalmente a interpretação teórica da fragmentação dos grãos.

A partir de tais observações, os autores determinaram que os princípios que regeram essa evolução foram:

- o surgimento de diferenças no número e variedade de sistemas de escorregamento atuando simultaneamente entre blocos de células (CB's) vizinhos em grãos individuais. Sendo que o número de sistemas de deslizamento ficou aquém do exigido para o princípio de deformação homogênea (Taylor), mas grupos de blocos de células vizinhas cumpriram o critério de Taylor coletivamente;
- os deslocamentos foram executados por blocos de células que são estruturas de deslocamento de baixa energia. A evolução microestrutural a partir de pequenas deformações avançou pela subdivisão dos grãos em blocos de células delimitadas por paredes de alta densidade de discordâncias.

Esses limites acomodaram as misorientações que resultaram de deslizamento em diferentes combinações de sistemas de deslizamento em blocos de células.

Li *et al*, 2004 estudaram por meio de MET a evolução microestrutural durante a laminação a frio do aço IF deformado a 30% e 50%. As microestruturas de deformação possuíam características semelhantes às já identificadas em vários metais CFC, ou seja, blocos de células que mostravam um padrão de subdivisão. Uma diferença importante observada foi um aumento da prevalência de deformações localizadas. A subdivisão dos grãos durante a laminação a frio para reduções de 30% e 50% foi caracterizada ao longo da direção de laminação, como mostrado na FIG 3.3.

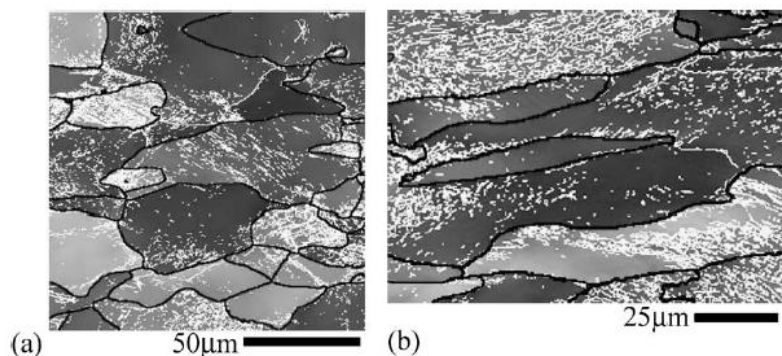


FIG 3.3: Mapas de EBSD (seção longitudinal), mostrando desorientação de baixo ângulo em relação ao pixel vizinho $> \Theta_{\text{mis}}$ (linhas brancas). A diferença na escala de cinza é relatada para φ_2 para cada pixel. Linhas pretas marcam regiões reconstruídas por algoritmo usando $\Theta_{\text{mis}}=8^\circ$ (a) 30% de redução ($\Theta_{\text{mis}}=2^\circ$), (b) 50% de redução ($\Theta_{\text{mis}}=4^\circ$) (Li *et al*, 2004).

Para os grãos de todas as orientações, gradientes de orientação (desorientação) significativos foram desenvolvidos e representados nos gráficos das FIG 3.4 e FIG 3.5. Uma orientação dependente da microestrutura deformada foi observada que quase todos os limites de deslocamento são coincidentes com os planos de deslizamento $\{110\}$ ou $\{112\}$.

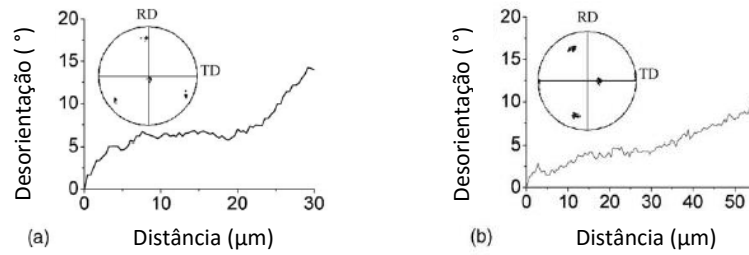


FIG 3.4: Perfis de referência de misorientação ao longo da direção de laminação: (a) redução de 30%, fibra γ e (b) redução de 30%, fibra α . As orientações ao longo da varredura são mostrados nas figuras de polo $\{111\}$ (Li et al, 2004).

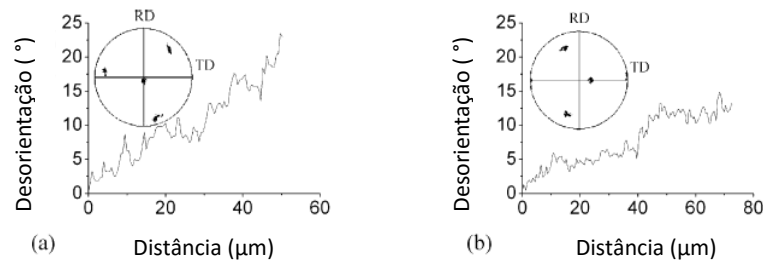


FIG 3.5: Perfis de referência de misorientação ao longo da direção de laminação: (a) redução de 50%, fibra γ e (b) redução de 50%, fibra α . As orientações ao longo da varredura são mostrados nas figuras de polo $\{111\}$ (Li et al, 2004).

A queda acentuada na ductilidade entre reduções de laminação de 30% e 50% foi atribuída ao início da formação de bandas de transição que estão relacionadas ao processo de fragmentação. Um cálculo da tensão de escoamento, com base em contribuições de deslocamento e endurecimento dos contornos de grão, levou a inferir valores de tensão e um comportamento de encruamento em boa concordância com os valores determinados experimentalmente. μm

Em estudo realizado em 2007, Saha e Ray deformaram a frio uma chapa de aço IF Ti + Nb com adição de boro em 90, 98 e 99,5% e comprovaram por meio de microscopia de transmissão e difração de elétrons retroespalhados (EBSD) a continuidade da fragmentação de grãos para altas deformações. Verificaram que a fração de contornos de grão de alto ângulo cresce até 98% de laminação e, em seguida, mostra uma diminuição perceptível com o aumento da deformação, exemplificado na FIG. Também evidenciaram e correlacionaram a presença de contornos CSL com a textura cristalográfica do material, sendo que, os tipos mais proeminentes foram os $\Sigma 3$, $\Sigma 11$ e $\Sigma 13b$.

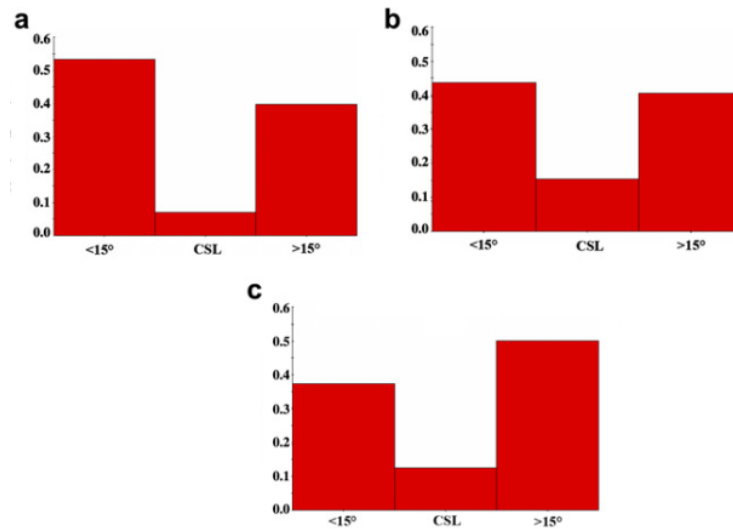


FIG 3.6: Distribuição de contornos de grão para um aço IF laminado com redução de, respectivamente: (a) 90%, (b) 98% e (c) 99,5% (Saha e Ray, 2007)

Em outro estudo publicado em 2008, Saha e Ray verificaram que em um aço IF Ti + Nb a proporção de contornos de alto ângulo é dependente da quantidade de deformação, aumentando essa proporção, a partir do acréscimo da deformação a frio de 90% para 98%. Neste trabalho, o deslocamento de contornos de grão e a rotação de grãos foram indicados como os possíveis mecanismos para o aumento da densidade dos contornos de alto ângulo no material durante a deformação a frio. Isto tem sido explicado em termos de intensidade e estabilidade da textura cristalográfica formada em qualquer estágio da deformação.

Yan et al (2008) analisaram a distribuição de contornos de grão na microestrutura e textura de um aço inoxidável ferrítico estabilizado ao Nb + Ti por meio de microscopia eletrônica de varredura, transmissão e difração de raios-X. A adição dos elementos de liga, Ti e Nb, ocasionou a formação de TiN, NbC e Fe₂Nb que interferiram na textura das amostras provocando predominância da fibra α nas amostras laminadas e fibra γ muito forte nas amostras recozidas. Os autores comprovaram que essas alterações estão correlacionadas com as características de contornos de grão, sendo a fibra α relacionada com os contornos de alto ângulo e a fibra γ ($\{111\} \langle 112 \rangle$ e $\{111\} \langle 110 \rangle$) está relacionada com os contornos CSL, especialmente do tipo $\Sigma 13b$.

3.2 REVISÃO DE CONCEITOS BÁSICOS

Este capítulo aborda todos os assuntos de cunho teórico para o desenvolvimento do trabalho. Na primeira parte do estudo, será feita uma abordagem sobre os aços IF e os tipos de textura cristalográfica classificadas a partir dos processos termomecânicos responsáveis por sua origem. Depois, serão abordadas as técnicas responsáveis pela determinação de textura e microtextura cristalográfica. Também será realizado um estudo sobre as heterogeneidades da deformação, apresentando definição, os tipos existentes e nomenclaturas empregadas. Ao final, será introduzido o conceito de fragmentação de grãos na deformação plástica imprescindível para a conclusão do objetivo desse estudo.

3.2.1 AÇOS LIVRES DE INTERSTICIAIS (AÇOS IF)

Com o advento do uso de desgaseificadores à vácuo pelas indústrias siderúrgicas, tornou-se possível, no início da década de 70, a produção e o desenvolvimento comercial dos aços livre de intersticiais (IF). O principal objetivo era fornecer aços com características de maior conformabilidade para aplicações em chapas e uma das condições para atingir essa finalidade era provocar na matriz do material uma diminuição das quantidades de elementos intersticiais, como carbono e nitrogênio (FUKUDA e SHIMIZU, 1972). Essa condição lhes proporciona baixo limite de escoamento e alta resistência à redução de espessura durante a deformação a frio (SILVA, 2006).

Os aços IF têm sido adotados nos últimos anos, principalmente, na fabricação das diversas partes da carroceria de automóveis. A microestrutura dos aços IF é basicamente constituída de ferrita equiaxial com a presença de carbeto e nitreto de nióbio e/ou titânio que funcionam como fixadores de carbono e nitrogênio. O teor de carbono desses aços é inferior ao limite de solubilidade do carbono na ferrita, impedindo a presença de perlita nesses aços. Além disso, o baixo teor de carbono e nitrogênio aliado a adição de elementos de estabilização eliminam o envelhecimento por deformação e por aquecimento.

Os aços IF possuem faixa composição química típica como exposto na TAB 3.1. Para fins de diferenciação e padronização, eles são classificados de acordo com seus elementos

estabilizadores. Por exemplo, os aços IF estabilizados apenas por titânio, são chamados de aços IF Ti, os estabilizados por nióbio, IF Nb e os estabilizados por ambos, IF Ti-Nb.

TAB 3.1: Faixa de composições típicas (em % peso) para os aços IF (KRAUSS, 2005).

C	Ni	Si	Mn	P	Al	Nb	Ti	S
0,002 - 0,008	0,001 - 0,005	0,01 - 0,03	0,10 - 0,34	0,01 - 0,02	0,03 - 0,07	0,005 - 0,040	0,01 - 0,11	0,004 - 0,01

Para a eliminação de quantidades remanescentes de carbono e nitrogênio em solução sólida, os elementos estabilizadores podem ser adicionados à liga separadamente ou em conjunto. Para cada tipo de aço IF a precipitação de carbeto e/ou nitreto será diferente e dependente da composição química e processamento termomecânico (BANERJEE, 2012)

No aço IF Ti-Nb a presença dos dois elementos estabilizadores simultaneamente contribui para apresentar propriedades de natureza igual à adição individual. De acordo com Hoile (2000) e Banerjee (2012), a adição simultânea de titânio e nióbio confere ao material os melhores arranjos de propriedades possíveis. Esse aço é menos susceptível a fragilização durante a laminação a frio e exibe melhores características quando é soldado (HOILE, 2000).

3.2.2 TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

As orientações de grãos em policristais raramente estão distribuídas aleatoriamente. Geralmente há uma tendência de que certo volume de grãos se oriente preferencialmente em certa disposição cristalográfica seja por meio de processos como a fundição ou a processos termomecânicos, laminação e/ou recozimento. Essa orientação preferencial adquirida pelos grãos é conhecida como textura cristalográfica, ou simplesmente, textura (ENGLER; RANDLE, 2010).

A textura pode ser subdividida em três categorias. A macrotextura que considera os grãos num policristal como uma população estatística simples, sem levar em conta a localização espacial de qualquer grão ou a relação com seus vizinhos, a microtextura que considera a orientação de cada grão da população, individualmente, com uma ou mais características da microestrutura e a mesotextura que representa a textura entre grãos, onde a orientação entre

grãos vizinhos é utilizada para caracterizar a desorientação entre eles. Na FIG 3.7 são apresentadas esquematicamente as relações entre as três categorias.

A textura cristalográfica final de um material é resultado do histórico de processamento pelo qual o mesmo passou, tais como: laminação a quente, laminação a frio e recozimento. Cada processamento termomecânico leva ao surgimento de uma textura característica.

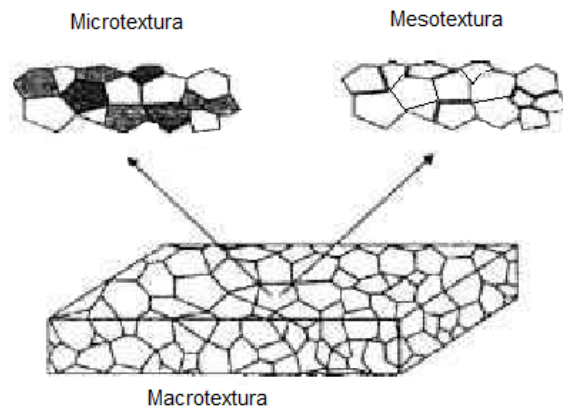


FIG 3.7: Representação esquemática das relações entre macrotextura, microtextura e mesotextura (RANDLE, 1992).

3.2.2.1 TEXTURA DE DEFORMAÇÃO

Em processos de laminação de chapas metálicas, as mudanças dimensionais são sempre acompanhadas pela deformação plástica do metal, principalmente através de escorregamento dos cristais ao longo de certas direções cristalográficas. Esse escorregamento ocorre preferencialmente ao longo dos planos cristalinos mais densamente ocupados pelos átomos.

Para que a deformação seja acomodada no material, os grãos sofrem rotações de suas direções iniciais para orientações cristalográficas mais favoráveis desenvolvendo a chamada textura de deformação. A textura final de deformação depende geralmente da orientação inicial dos grãos, da mudança de forma imposta na conformação e da temperatura em que o material foi deformado.

Uma figura de polo típica, 200, de um aço com 90% de redução por laminação a frio, é mostrada na FIG 3.8. Cinco orientações individuais têm sido usadas para descrever os componentes desta textura: $\{111\}\langle 112\rangle$, $\{001\}\langle 110\rangle$, $\{112\}\langle 110\rangle$, $\{111\}\langle 123\rangle$ e $\{111\}\langle 110\rangle$ (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004)

Tem-se descrito as orientações preferenciais do aço através de duas texturas de fibra. Uma dessas orientações corresponde à textura de fibra γ com um eixo $\langle 111 \rangle$ perpendicular a superfície da chapa; $\{111\}\langle uvw \rangle$. A outra é uma textura de fibra α parcial $\langle 110 \rangle$, com o eixo da fibra paralelo a direção de laminação; $\{hkl\}\langle 110 \rangle$.

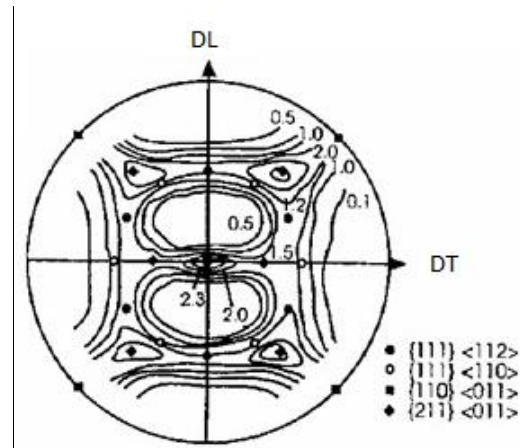


FIG 3.8: Textura de laminação de um aço baixo carbono, laminado a frio; figura de pólo 200 com 90% de redução. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004)

3.2.2.2 TEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO

A textura de recristalização pode ter orientação diferente daquela de deformação. A recristalização pode conduzir à ausência de textura cristalográfica, à geração de componentes muito intensas ou, simplesmente, não alterar a textura cristalográfica de deformação. No caso de materiais com estrutura cúbica de face centrada, a textura cristalográfica de recristalização depende da textura cristalográfica de deformação, que depende da energia de falha de empilhamento do metal ou liga (LOW, 2000).

Além disso, o tratamento térmico de recozimento em temperaturas altas e após baixos graus de deformação pode levar à recristalização secundária, cuja textura cristalográfica resultante é geralmente diferente das texturas cristalográficas de deformação e de recristalização. (LOW, 2000).

No caso de aços para estampagem, a necessidade tecnológica é maximizar a textura de fibra $\{111\}$. A textura de recristalização em metais CCC é difícil ser explicada, pois é similar à da deformação, diferentemente de metais CFC, em que há a ocorrência de textura de recristalização tipo cubo, $\{100\}\langle 001 \rangle$, em matriz com texturas de deformação tipo S $\{123\}\langle 634 \rangle$ (LIMA *et al*, 2001). O que pode se notar é um fortalecimento da fibra $\{111\}$ após a

recristalização. As medidas da desorientação na recristalização não mostram nenhuma particularidade importante no contorno de grão. Portanto, a nucleação da fibra $\{111\}$ na matriz deformada deve ser oriunda da nucleação orientada segundo SAMAJDAR *et al*, 1998.

3.2.3 NOTAÇÃO E REPRESENTAÇÃO DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

A textura de um material policristalino, em geral, pode ser representada utilizando-se as figuras de polo diretas, a função distribuição de orientações representada no espaço de Euler, as figuras de polo inversas e os ábacos de fibras. O tipo de representação é escolhido dependendo do objetivo da medida e também em função da análise dos resultados. De modo geral, as componentes da textura da chapa são representadas pela notação $\{hkl\}\langle uvw \rangle$, onde $\{hkl\}$ é um plano paralelo à superfície da chapa e $\langle uvw \rangle$ uma direção pertencente a $\{hkl\}$ paralela à direção de laminação.

3.2.3.1 FIGURAS DE POLO

Os métodos de apresentação mais comumente utilizados para a descrição da orientação preferencial são demonstrados em um espaço bidimensional, pois se baseiam em projeções estereográficas que representam nesse espaço, os planos de um monocristal mantendo as relações lineares e angulares, como ilustrado na FIG 3.9.

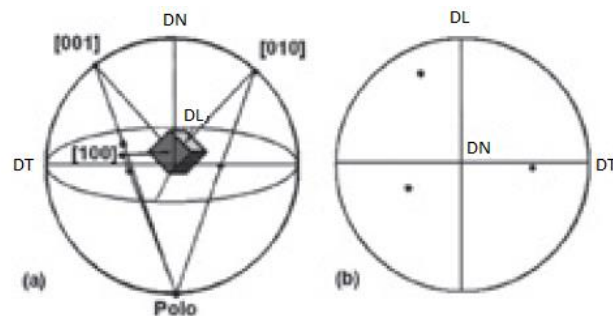


FIG 3.9: (a) Família de polopolo $\{001\}$ de um monocristal cúbico representados em uma projeção estereográfica (b) família de polopolo desse cristal (GRAJALES, 2010 *apud* BUNGE, 1982).

Uma figura de polo direta, representada na FIG 3.10, é uma projeção espacial das normais aos planos (hkl). No caso de figuras de polo semiquantitativas, cada plano representado na projeção estereográfica é associado a um valor de densidade relativa, tomando como unidade de medida a densidade de planos numa amostra com grãos orientados ao acaso. Essa projeção estereográfica usa referenciais conhecidos da amostra do material, tais como a direção de laminação e o plano superficial da chapa, por exemplo. Dessa definição entende-se que cada figura de polo se refere a apenas um plano cristalográfico do policristal.

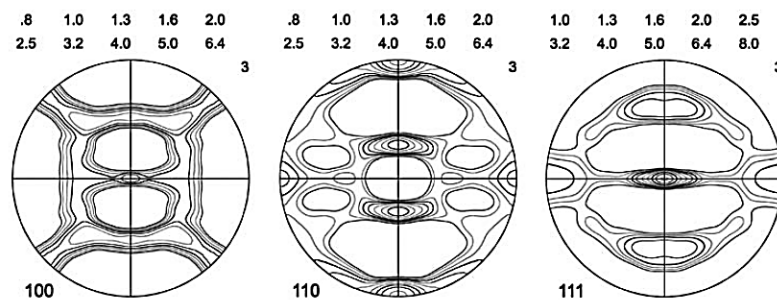


FIG 3.10: Figuras de polo (100), (110) e (111) para um aço IF laminado a frio (VERLINDEN et al., 2007).

Em outra forma de representação, a figura de polo inversa, ilustrada na FIG 3.11, descreve a densidade de polo dos planos {hkl} normais em relação a uma direção geométrica importante da amostra, por exemplo, o eixo normal ao plano da chapa; sobre um triangulo estereográfico característico do sistema cristalino do material. (GRAJALES, 2010 apud BUNGE, 1969).

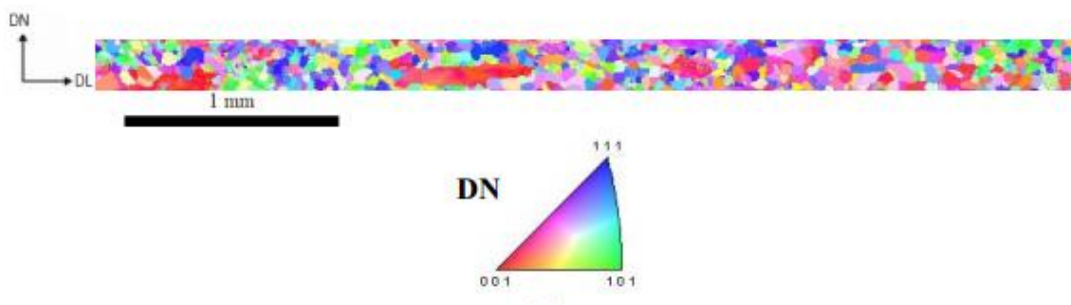


FIG 3.11: Figura de polo inversa de um aço elétrico GNO com 3,3% Si obtida a partir de mapas gerados por EBSD/OIM (RODRIGUES, 2011).

A descrição da textura com auxílio de figuras de polo é muito útil, porém, as informações que elas contêm são incompletas e semiquantitativas (RAY *et al* 1994). Devido a isso, torna-se necessário uma representação em um espaço tridimensional.

3.2.3.2 FUNÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO DE ORIENTAÇÃO CRISTALOGRÁFICA (FDOC)

Roe (1965) e Bunge (1965) *apud* Bunge (1959) deduziram a Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica (FDOC). Essa função representa a quantidade de orientações cristalográficas que estão, preferencialmente, orientadas em relação a um eixo de referência em certo volume de material, ou seja, é a probabilidade de se encontrar determinadas orientações $\{hkl\} \langle uvw \rangle$, onde $\{hkl\}$ é o plano que se encontra paralela à superfície da chapa e $\langle uvw \rangle$ a direção que pertence a este plano de laminação (VIANA; PAULA, 2001).

A FDOC é definida pela fração volumétrica de grãos com orientação $g = g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$, da seguinte maneira:

$$dV/V = f(g).dg = f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2).dg \quad \text{EQ 3.1}$$

$$dg = 1/8 \pi^2 \sin \Phi d\varphi_1.d\Phi.d\varphi_2 \quad \text{EQ 3.2}$$

Segundo Roe (1965), a função $f(g)$, normalmente é representada por uma série de harmônicos esféricos, cujo o detalhamento foge ao objetivo dessa dissertação.

O espaço tridimensional, conhecido como Espaço de Euler, pode ser definido por três ângulos. Estes ângulos constituem três rotações consecutivas que aplicadas aos eixos $[100]$, $[010]$ e $[001]$ da célula do cristal, tornam os mesmos coincidentes com os eixos DL, DT e DN, respectivamente, da superfície da chapa do material. Dois principais sistemas de notação para os ângulos de Euler, um proposto por Bunge (1959) e outro proposto por Roe (1965), determinam uma orientação pela rotação do conjunto de ângulos. Enquanto os ângulos de Euler propostos por Bunge são descritos φ_1 (phi 1), Φ (phi) e φ_2 (phi 2), os propostos por Roe são ψ (psi), θ (teta) e φ (phi).

Na FIG 3.12 é ilustrado como os ângulos de Euler são rotacionados, em relação aos eixos da amostra.

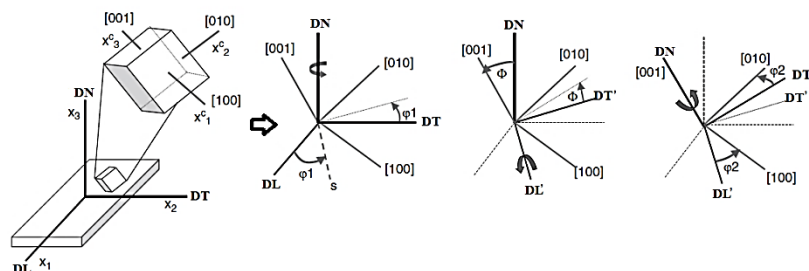


FIG 3.12: Definição dos ângulos de Euler φ_1 , Φ e φ_2 , segundo Bunge (VERLINDEN et al., 2007).

Segundo Bunge (1959), a primeira rotação (φ_1) acontece em torno da direção normal, DN, que leva a direção de laminação, DL, até a posição "s", exposta na FIG 3.12. As novas posições de DL e da direção transversal, DT, após a primeira rotação são DL' e DT'. A segunda rotação (Φ) acontece em torno do novo eixo DL', levando DN até [001] e DT' agora se encontra em sua nova posição DT". A última rotação (φ_2) ocorre novamente em DN, levando DL' até [100] e DT" até [010] (VERLINDEN et al., 2007). Essas orientações podem ser representadas por meio de uma matriz de cossenos diretores, que envolvem os três ângulos de Euler, conforme as EQ 3.3 a EQ 3.5.

$$g_1 = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 & \sin \varphi_1 & 0 \\ -\sin \varphi_1 & \cos \varphi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad \text{EQ 3.3}$$

$$g_2 = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \Phi & \sin \Phi \\ 0 & -\sin \Phi & \cos \Phi \end{bmatrix} \quad \text{EQ 3.4}$$

$$g_3 = \begin{bmatrix} \cos \varphi_2 & \sin \varphi_2 & 0 \\ -\sin \varphi_2 & \cos \varphi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad \text{EQ 3.5}$$

Portanto, a matriz de orientação de Bunge é:

$$g = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cdot \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cdot \sin \varphi_2 \cdot \cos \Phi & \sin \varphi_1 \cdot \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cdot \sin \varphi_2 \cdot \cos \Phi & \sin \varphi_2 \cdot \sin \Phi \\ -\cos \varphi_1 \cdot \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cdot \cos \varphi_2 \cdot \cos \Phi & -\sin \varphi_1 \cdot \sin \varphi_2 - \cos \varphi_1 \cdot \cos \varphi_2 \cdot \cos \Phi & \cos \varphi_2 \cdot \sin \Phi \\ \sin \varphi_1 \cdot \sin \Phi & \cos \varphi_1 \cdot \sin \Phi & \cos \Phi \end{bmatrix} \quad \text{EQ 3.6}$$

A matriz de orientação também pode ser representada pelos índices de Miller, mostrados na EQ 3.7:

$$g(hkl)[uvw] = \begin{bmatrix} u/n & kw - lv/mn & h/m \\ v/n & lu - hw/mn & k/m \\ w/n & hv - ku/mn & l/m \end{bmatrix} \quad \text{EQ 3.7}$$

Considerando que "m" e "n" nessa matriz, sejam fatores de normalização para que os índices de Miller se tornem números inteiros, é possível determinar as orientações cristalográficas com notação de índices de Miller, mediante as rotações dos ângulos de Euler.

Embora uma orientação possa ser representada unicamente por um ponto no espaço de Euler, gráficos tridimensionais não são facilmente interpretados. A alternativa é a construção de uma representação bidimensional do espaço de Euler, mostrada na FIG 3.13.

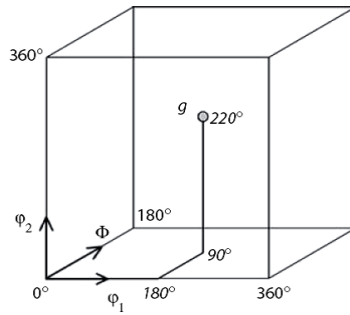


FIG 3.13: Representação de orientações no espaço tridimensional definido pelos ângulos de Euler (convenção de Bunge) (VERLINDEN et al., 2007).

As componentes cristalográficas preferenciais podem ser representadas por intermédio de ábacos, que são seções dos espaços de Euler com um ângulo constante, geralmente, ϕ_2 , exemplificado na FIG 3.14.

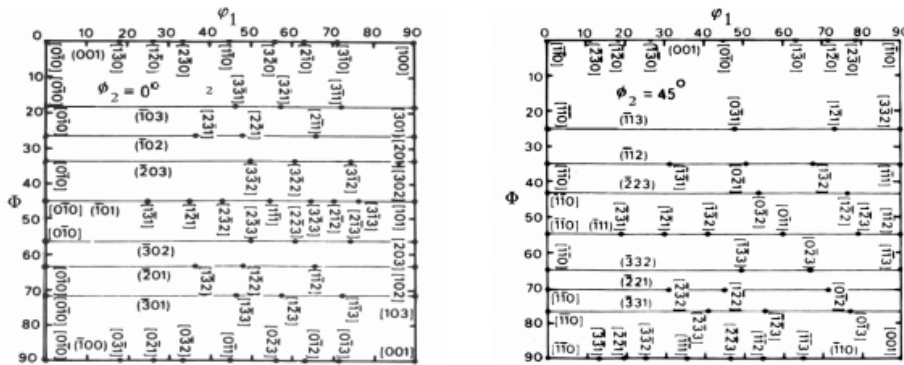


FIG 3.14: Ábacos para a interpretação de FDOC's para as seções $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$.

Uma típica representação de FDOC para um aço IF Ti-Nb é exemplificada na FIG 3.15. Nessa figura pode ser observada uma seção onde ϕ_2 permanece constante, sendo possível identificar as principais componentes cristalográficas com a ajuda de um ábaco, como ilustrado no índice "c".

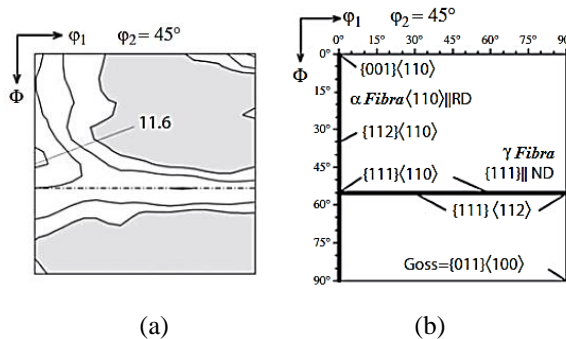


FIG 3.15: Textura de deformação para um aço IF Ti-Nb laminado a frio com redução de 90%. (a) seção ϕ_2 constante ilustrando claramente duas das mais nítidas fibras de deformação, Fibras α e γ . (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).

3.2.4 DETERMINAÇÃO DE MICROTATURA CRISTALOGRAFICA

Existem duas principais técnicas para determinação de textura cristalográfica de um material policristalino. A principal técnica para determinação da textura é a difração de raios-X, por meio da qual se medem as frações volumétricas de material vinculadas a uma determinada orientação cristalográfica de interesse, a partir da intensidade difratada permitindo assim, a análise de vários grãos simultaneamente. Já para a determinação da microtextura, a principal técnica é a difração de elétrons retroespalhados (EBSD) associado à microscopia eletrônica de varredura (MEV) que possibilita a determinação da orientação individual de cada grão, com bastante precisão.

Com o auxílio de programas computacionais pode-se determinar a fração volumétrica das principais orientações presentes na amostra a partir de dados de microtextura. Com um número suficiente de dados pontuais coletados torna-se desnecessária a análise da textura por difração de raios X (RANDLE, 1992).

3.2.4.1 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS (EBSD)

A técnica de difração de Raios - X embora seja uma técnica consagrada, fornece uma informação global da textura por meio de uma fração volumétrica de grãos com uma resolução espacial baixa, não permitindo a determinação da orientação de um grão em particular. Em contrapartida, o microscópio eletrônico de transmissão (MET) possui uma resolução espacial muito alta para avaliações intragranulares.

O equipamento de EBSD pode analisar a rede cristalina e determinar a orientação de domínios cristalinos acoplado a um microscópio eletrônico de varredura (MEV), que fornece o feixe de elétrons necessários para produzir os elétrons retroespalhados. Esta adaptação permite que a técnica EBSD possa ser combinada com imagens de elétrons secundários e análises de EDS e WDS.

A técnica EBSD baseia-se na análise dos padrões de difração, conhecidos como linhas ou padrões de Kikuchi, que estão diretamente relacionadas com a estrutura da rede cristalina, na região da amostra analisada. Estas linhas, que podem ser observadas na FIG 3.16, são bandas de alta intensidade obtidas por difração de elétrons retroespalhados, que decorrem quando a

superfície da amostra é bombardeada por um feixe de elétrons. Estes elétrons interagem com os átomos dos planos atômicos que obedecem a lei de Bragg, fazendo com que muitos sofram difração.

Segundo Goehner e Michael (1996), os padrões ou linhas de Kikuchi estão relacionados com o material de estudo de acordo com:

- o padrão obtido a partir da estrutura cristalina de simetria;
- a largura e a intensidade das bandas que estão diretamente relacionadas com o espaçamento atômico dos planos cristalinos;
- os ângulos entre as bandas que estão diretamente relacionados com os ângulos entre os planos da rede cristalina do material.

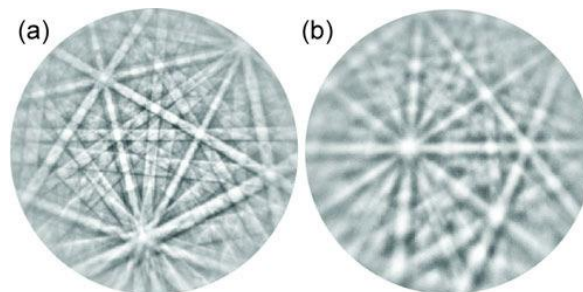


FIG 3.16: Padrão de EBSD para (a) uma amostra preparada adequadamente e para (b) uma amostra preparada de forma inadequada de Zircônio (WRIGHT *et al.*, 2011).

O uso da técnica EBSD no estudo de cristalografia de um material é iniciado através da colocação da amostra no interior da câmara do MEV, de frente para o detector e inclinado entre 70 e 75° em relação ao feixe de elétrons incidente. Esse feixe incide em uma região selecionada da microestrutura e os elétrons retroespalhados pela superfície da amostra, por sua vez, bombardeiam uma tela fosforescente formando figuras de difração. A tela de fósforo fica posicionada em frente a uma câmera de TV tipo CCD, como mostrado no esquema na FIG 3.17.

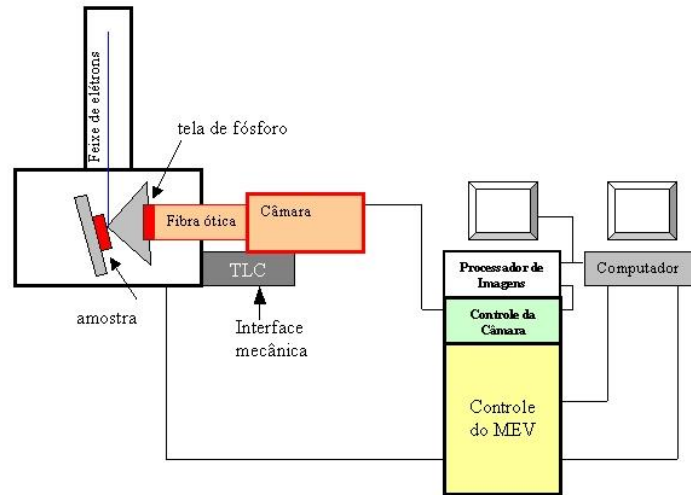


FIG 3.17: Arranjo experimental normalmente utilizado para análises de EBSD. (PINTO; LOPES, 2003)

A câmera captura as imagens de difração projetadas na tela fosforescente e conduz essas imagens para um computador, onde elas são processadas e tem seu contraste (background) melhorado, em seguida são digitalizadas e indexadas automaticamente com o auxílio de um programa baseado na transformada de Hough, representado na FIG 3.18.

Quando o sistema identifica as linhas do padrão de Kikuchi e, especialmente, as bordas, e este é capaz de calcular a posição da transformada de Hough (WRIGHT, 2000). Esta transformação é uma construção matemática que faz com que as extremidades das linhas se tornem pontos em um espaço. Estes pontos são indexados através de comparação com os padrões de programa de banco de dados teóricos.

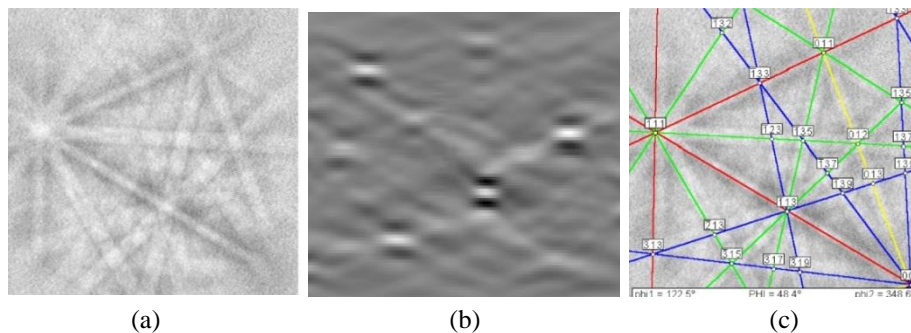


FIG 3.18: (a) Padrão de Kikuchi obtido em uma amostra de nióbio (CCC); (b) transformada de Hough de (a); (c) padrão de (a) identificado (PINTO; LOPES, 2003)

A indexação utiliza uma metodologia baseada em votação. As linhas das bordas de cada uma das bandas são detectadas. A partir desta, é traçada a linha do centro da banda que será utilizada na indexação. Cada trio de linhas é associado aos pares de ângulos da base teórica de dados e, dependendo da tolerância que estão associados, são possíveis várias soluções para

cada combinação e diferentes combinações para a mesma solução. Cada solução contabilizará um voto para uma determinada associação de linhas e ângulos. Os passos que o sistema executa durante a indexação, são acompanhados por um índice de confiança (IC), que funciona como indicativo da confiabilidade da medida e qualidade de indexação. O IC é expresso como:

$$CI = \frac{N_1 - N_2}{NS} \quad \text{EQ 3.8}$$

onde N_1 é o número de votos correspondente à solução mais votada, N_2 é o número de votos da segunda mais votada e NS é o número total de soluções encontradas. Um IC de 0,1 é considerado indexação adequada e tem 95% de chance de ser conforme. (PINTO; LOPES, 2003).

O processo acima descrito é executado para cada ponto do espaço de Hough, e para cada um destes é criado um conjunto de dados que inclui suas coordenadas (x, y), a três ângulos de Euler (φ_1 , Φ e φ_2), levando os eixos da célula unitária do ponto analisado, para coincidir com os eixos de coordenadas de referência da amostra.

Em geral, quando o estudo de cristalografia de um material é feito, uma área é selecionada para realizar a varredura por EBSD, essa área pode ser de alguns microns até alguns milímetros. A varredura é realizada e o sistema adquire informações em velocidade de processamento variável, dependendo dos parâmetros selecionados.

3.2.4.2 MICROSCOPIA POR IMAGEM DE ORIENTAÇÃO (OIM)

O termo de Microscopia de Imagem de orientação ou *Orientation Imaging Microscopy* - OIM tem sido usado para caracterizar a área varrida de uma amostra, ou seja, correspondente ao termo Mapa de EBSD/OIM. Nestes mapas, uma cor é atribuída a cada plano paralelo à área analisada que corresponde a uma determinada orientação cristalográfica que é identificada de acordo com um triângulo unitário de referência. A FIG 3.19 é um exemplo de um mapa de EBSD e seu triângulo de referência.

Comumente, após a varredura por EBSD em uma determinada amostra, o primeiro parâmetro a ser analisado é geralmente a textura. O uso da técnica de difração de elétrons

retroespalhados (EBSD) em conjunto com mapas de orientação obtidas por microscopia por imagem de orientação (OIM) apresenta dados qualitativos sobre a microestrutura do material (SILVA *et al*, 2006b).

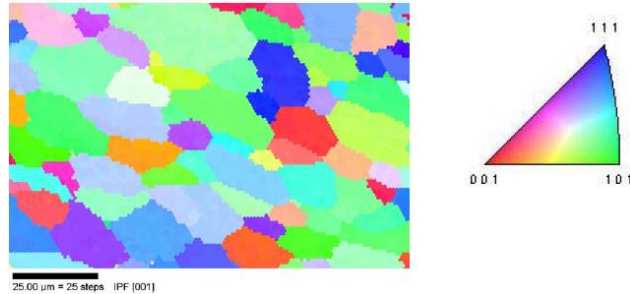


FIG 3.19: (a) Mapa de orientação de uma liga Fe-Si recristalizada; (b) Triângulo unitário de referência das cores utilizadas. (SILVA, 2007).

3.2.4.3 DESORIENTAÇÃO

A variação de orientação em grãos de um policristal pode ser determinada por dois métodos de análise de desorientação. O primeiro admite um eixo de referência relacionando-o com os eixos de orientação do interior do grão e de seus grãos vizinhos, selecionados por uma linha traçada sobre os mesmos. O segundo utiliza a relação entre cada par de pontos contidos nessa mesma linha traçada.

O resultado dessa variação pode ser representado numericamente, graficamente ou em forma de uma escala de cores, como mostrado na FIG 3.20.



FIG 3.20: Escala de cores para interpretação da desorientação nos mapas de orientação (SILVA *et al*, 2006a).

Se as matrizes que especificam as orientações de dois grãos adjacentes em um policristal são A_1 e A_2 , a matriz que descreve a desorientação é:

$$M_{12} = A_1 - A_2 \quad \text{EQ 3.9}$$

Onde M_{12} é a matriz que representa a rotação de A2 para A1 e, portanto, usualmente chamada de matriz de rotação ou matriz de desorientação. Na prática, os ângulos ou eixos de rotação são usados para descrever a desorientação entre grãos de uma mesma fase, pois esta descrição tem relevância direta com a geometria dos contornos de grão, como por exemplo, os contornos de baixo ângulo ou subcontornos podem ser rapidamente reconhecidos pelos eixos de rotação (RANDLE, 1992).

Existe uma relação entre o nível de tensões presentes no material e os ângulos de desorientação. Para baixos ângulos, quanto maior o nível de tensões impostas no material maior será a porcentagem de desorientação e para altos ângulos, quanto maior o nível de tensões impostas no material menor será a porcentagem de desorientação (RANDLE; ENGLER, 2000).

3.2.5 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA EM POLICRISTAIS

Modelos de plasticidade para policristais baseiam-se nas propriedades dos constituintes monocristalinos. Apesar dos monocristais tenderem a ser testados por cisalhamento simples ou tração, no entanto, o estado de tensão dentro dos grãos de um policristal será mais complicado, devido à anisotropia e a variação na orientação dos grãos.

Os modelos policristalinos apresentados nesta seção são essencialmente direcionados para a deformação de deslizamento que é a forma mais comum de deformação plástica.

3.2.5.1 MODELO DE SACHS

O modelo mais antigo de deformação plástica em policristais, o *Limite Inferior* apresentado por Sachs (1928), propõe que cada grão se deforma de maneira independente de seus vizinhos e no sistema de deslizamento que tem uma maior tensão de cisalhamento resolvida (τ_c), ou seja, na forma de cristais únicos livres. A tensão de escoamento é calculada pela média das tensões obtidas para os grãos do policristal que é calculada através da EQ 3.10

$$\sigma_y = (1/m) \tau_c;$$

EQ 3.10

onde m se refere ao fator Schmid máximo em cada grão, e a mesma τ_c é assumido para todos sistemas. Em um policristal CFC orientado aleatoriamente, por exemplo, $(1/m)$ médio é igual a 2.24. Em materiais CCC o fator de Taylor varia de 2 a 3,6, dependendo da relação entre a direção de aplicação da carga e a direção cristalina, resultando em encruamentos diferentes de grão a grão.

O modelo assume que a tensão é dividida entre os grãos na proporção da sua tensão de escoamento. Taylor apontou que a fragilidade do modelo de Sachs está no fato de que somente um sistema de deslizamento operaria em cada grão, o que causaria incompatibilidade entre os grãos, pois quando um policristal deforma, a mudança de forma de cada grão deve ser compatível com os grãos vizinhos. (HOSFORD, 1993).

3.2.5.2 MODELO DE TAYLOR

A teoria de *Taylor* é um *limite superior* para o escoamento e permite a predição da evolução da textura de deformação em um policristal. Isto é possível porque as rotações da rede cristalina de cada grão podem ser calculadas a partir dos cisalhamentos ativados pela imposição do tensor deformação sobre o grão. Após cada passe de deformação, a nova textura é a coleção das novas orientações calculadas para os vários grãos (VIANA; PAULA, 2001).

Taylor (1938) elaborou um modelo, em que o deslizamento ocorre em planos cristalográficos bem definidos dentro de cada grão considerando a ativação de mais de um sistema de escorregamento. Em diferentes grãos, os sistemas de deslizamento terão orientações diferentes por causa da aleatoriedade das orientações cristalinas e sofrem a mesma mudança de formato devido á deformação. Taylor (1938) trabalhou em alumínio que, por ter estrutura CFC, possui 12 sistemas de escorregamento e concluiu que 5 daqueles sistemas são necessários para satisfazer uma determinada deformação incremental imposta ao material.

Para um grão, isso equivale a um conjunto de deformações normais (ϵ) e cisalhantes (γ), imposto ao longo dos eixos de cristal.

$$\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3, \gamma_{23}, \gamma_{31} \text{ e } \gamma_{12} \quad \text{EQ 3.11}$$

A deformação normal não é independente por que:

$$\varepsilon_3 = -\varepsilon_1 - \varepsilon_2 \quad \text{EQ 3.12}$$

Como dito anteriormente, satisfazer o requisito de compatibilidade é o ponto crítico para o desenvolvimento de Taylor para isso ele assumiu que todos os grãos passam pela mesma alteração da forma como todo o policristal (HOSFORD, 1993). Em um policristal orientado aleatoriamente sob tensão uniaxial paralelo à direção x , a deformação ($d\varepsilon$) ocorre pelo fluxo axial simétrica; assim:

$$d\varepsilon_y = d\varepsilon_z = -1/2 d\varepsilon_x \quad \text{EQ 3.13}$$

$$d\gamma_{yz} = d\gamma_{zx} = d\gamma_{xy} = 0 \quad \text{EQ 3.14}$$

Quando houver mais de 5 sistemas disponíveis, os operantes serão aqueles que produzirem o mínimo de trabalho interno (dw). O trabalho que é gasto internamente pelo deslizamento de todos os sistemas de escorregamento ativos dentro de um grão é:

$$dw = \Sigma \tau d\gamma_i = \tau \Sigma |d\gamma_i| \quad \text{EQ 3.15}$$

Onde a magnitude da tensão crítica de deslizamento (τ) é assumida ser a mesma em todos os sistemas de escorregamento e $d\gamma_i$ é o deslizamento incremental no escorregamento dos sistemas individuais. Denotando $\Sigma |d\gamma_i|$ como $d\gamma$, a Eq. (2.6) simplifica para $dw = \tau d\gamma$. Para uma tensão uniaxial (σ_x) o trabalho fornecido pela tensão externa é $\sigma_x d\varepsilon_x$. Para um ensaio de tração:

$$dw = \tau d\gamma = \sigma_x d\varepsilon_x \quad \text{EQ 3.16}$$

$$\sigma_x / \tau = d\gamma / d\epsilon_x = M \quad \text{EQ 3.17}$$

Onde o fator de Taylor, depende da orientação:

$$\sigma_x = M \tau \quad \text{EQ 3.18}$$

$$d\epsilon_x = d\gamma / M \quad \text{EQ 3.19}$$

O fator de Taylor (M) é um valor escalar que fornece uma indicação da resistência à deformação plástica, em termos de resistência ao escorregamento. Por isso, é fortemente dependente da microestrutura, ou seja, das orientações cristalinas presentes na amostra.

A energia armazenada varia em função da orientação cristalográfica dos grãos. De acordo com as teorias de plasticidade, a energia armazenada aumenta com o aumento do fator de Taylor que, por sua vez, depende da orientação cristalográfica do grão em relação à direção da tensão aplicada. O fator de Taylor é definido como

$$M = \Sigma \delta\gamma_i / \delta_\epsilon \quad \text{EQ 3.20}$$

Onde os $\delta\gamma_i$ representam as parcelas de cisalhamento em cada um dos sistemas de deslizamento, ativados em determinado grão enquanto a amostra recebe uma deformação δ_ϵ . Nota-se, portanto, que uma determinada deformação macroscópica δ_ϵ gera uma maior atividade de deslizamento ($\Sigma \delta\gamma_i$) em grãos com maiores valores de M, e uma menor atividade de deslizamento em grãos com menores valores de M.

A direção de deslizamento em cristais CCC é em geral ao longo de $\langle 111 \rangle$, mas vários planos podem deslizar, incluindo $\{110\}$, $\{112\}$ e, menos comumente, $\{123\}$. A variedade de planos de deslizamento disponíveis em CCC tem como consequência um deslizamento tipo *pencil glide*, ou seja, na direção $\langle 111 \rangle$ mas em um dos planos de deslizamento descritos anteriormente (HOSFORD, 1993).

3.2.5.3 MODELO DE BISHOP E HILL

Em trabalho posterior, Bishop e Hill (1951a), usando o princípio do trabalho máximo, sugeriram que o estado de tensão necessária para causar um determinado incremento de tensão é aquele que maximiza o trabalho realizado sobre o material pela tensão aplicada, ou seja, que ao impor uma dada deformação num policristal CFC, por exemplo, 6 a 8 sistemas são ativados simultaneamente, em cada grão. Isto indica que, dentre os disponíveis (multiaxiais) estados de tensão que ativam, o estado de tensão operativa é aquela que maximiza o trabalho feito.

A análise de Taylor é baseada em encontrar os sistemas de escorregamento em um cristal que pode produzir uma mudança de forma geometricamente especificada com o menor gasto de energia interna. Nenhuma consideração é dada a existência de um estado de tensão que poderia ativar fisicamente os sistemas de escorregamento necessários. No processo de investigação deste ponto, Bishop e Hill (1951b) desenvolveu uma abordagem diferente para a análise da deformação plástica em policristais. O grau de tensão resultante encontra-se a partir da média de trabalho feito ao longo de todas as orientações do cristal. Embora esta abordagem pareça muito diferente da análise de Taylor, é de fato, matematicamente equivalente.

No caso de grãos grosseiros na microestrutura inicial observa-se que o modelo de *Taylor* é válido nas regiões próximas ao contorno de grão e o modelo de *Sachs* é válido para o interior do grão (HOSFORD, 1993). Isso pode ser explicado pelo fato de que as regiões próximas ao contorno sofrem maior restrição ao escorregamento por influência dos grãos vizinhos e, portanto, mais sistemas de escorregamento precisam ser ativados para a continuidade da deformação. Já na região central do grão, as restrições são menores tornando desnecessária a ativação de novos sistemas de escorregamento. Uma importante consequência destes diferentes sistemas de escorregamento em atividade através de um grão é que diferentes partes do grão sofrem inevitavelmente rotação para diferentes orientações durante a deformação e com isso subestruturas de deformação são desenvolvidas dentro do grão (CARDOSO, 2005) podendo conduzir a fragmentação do mesmo.

3.2.6 HETEROGENEIDADES NA DEFORMAÇÃO

As heterogeneidades de deformação, em chapas laminadas a frio, são de grande importância no estudo da recristalização e da evolução da textura cristalográfica entre outras. Contudo, devido à complexidade das estruturas de deformação, os diferentes tipos de subestruturas, ilustradas nas FIG 3.21 e FIG 3.22, foram classificados de acordo com uma análise detalhada da desorientação, morfologia, espaçamento, e orientação cristalográfica (GORELIK, 1981). A variedade de nomenclaturas empregadas por diversos autores dificulta um consenso em relação aos termos encontrados na literatura, como mostrado na

TAB 3.2.

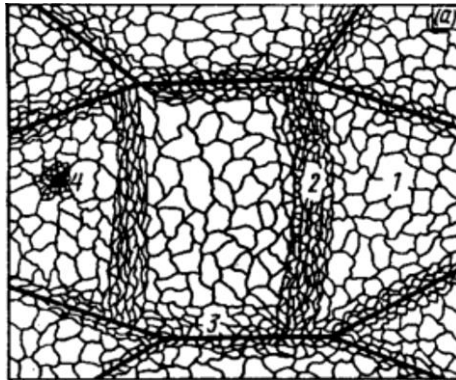


FIG 3.21: Subestruturas formadas no interior dos grãos durante a deformação plástica em um aço: 1) banda de deformação; 2) microbandas ou bandas de transição; 3) contorno de grão; 4) regiões de inclusão (GORELIK, 1981)



FIG 3.22: Bandas de transição em uma liga Al-Cu após compressão uniaxial a temperatura ambiente (ALVES, 2011)

TAB 3.2: Diferentes nomenclaturas para as estruturas 1 e 2 apresentadas na FIG 2.23. (SILVA, 2007)

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

Para efeito de padronização, será utilizada nesse estudo a nomenclatura adotada por Walter e Koch (1962).

3.2.6.1 BANDAS DE DEFORMAÇÃO

A textura final de deformação depende da orientação inicial dos grãos antes da deformação, da mudança da forma imposta pela conformação e da temperatura em que o material foi deformado (PADILHA; SICILIANO JR, 2005).

A ocorrência de bandas de deformação normalmente é observada em materiais que possuem grãos grosseiros. Barrett, 1952 *apud* Humphreys e Hatherly, 2004 definem banda de deformação como uma região dentro de um grão que possui uma orientação única e diferente de outras regiões dentro do mesmo.

A diferença de orientação dentro do grão ocorre devido à instabilidade intrínseca do grão durante a deformação plástica em sistemas de deslizamento diferentes, pois parte deles sofreram rotações em sentidos oposto durante a deformação. Segundo Taylor (1938), a ativação simultânea de diferentes sistemas para acomodação da mudança de forma dos grãos, requer menos energia para a formação destas bandas do que no modelo de deformação homogênea (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

A diferença de orientação entre duas bandas de deformações vizinhas pode chegar a 30° (BARRET, 1952). Elas são uma consequência inevitável da deformação dos policristais e são facilmente identificadas ao microscópio ótico (WALTER; KOCH, 1962). Estas também podem surgir quando há heterogeneidade na tensão transmitida pelos grãos vizinhos e são dependentes da microestrutura e das condições de deformação. Segundo Humphreys e Hatherly (2004) a ocorrência de bandas de deformação é dependente da microestrutura e das condições de deformação. A orientação do grão é um fator importante na determinação se o grão irá deformar homoganeamente ou se fragmentar através de bandas de deformação. Como dito anteriormente, para a ocorrência das bandas o tamanho de grão inicial é de grande importância, assim admite-se que o número de bandas de deformação por grão é proporcional à raiz quadrada do tamanho de grão.

3.2.6.2 BANDAS DE TRANSIÇÃO

Humphreys e Hatherly (2004) definiram banda de transição como a interface de acomodação entre partes de um mesmo grão que se deforma pela ação de diferentes sistemas de deslizamento, ou seja, podem ser considerados os limites que promovem a transição de duas bandas de deformação, apresentadas anteriormente. Elas apresentam um aglomerado de subgrãos com contornos de baixo ângulo e diferenças de orientação da ordem de 2° (GORELIK, 1981).

A FIG 3.23(c) apresenta quatro regiões com três orientações cristalográficas diferentes, A, B e C. Essas regiões são as bandas de deformações e as linhas que separam estas regiões são as bandas de transição.

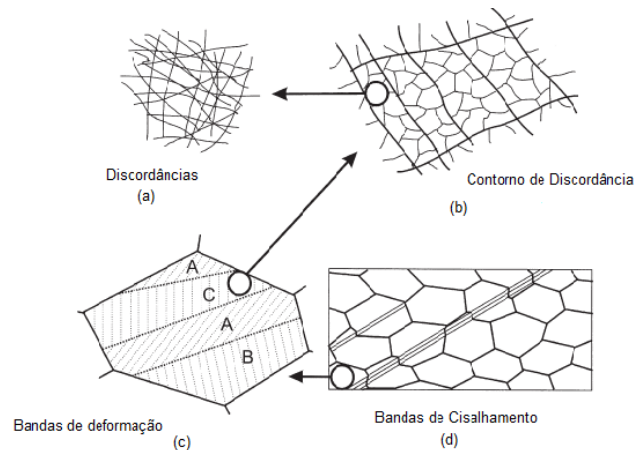


FIG 3.23: A hierarquia da microestrutura formada pela deformação por deslizamento de um metal policristalino: (a) Discórdâncias; (b) contorno de discórdância; (c) Bandas de deformação e (d) Bandas de cisalhamento (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

3.2.6.3 BANDAS DE CISALHAMENTO

As bandas de cisalhamento mostradas na FIG 3.23(d) são geradas principalmente pelo escorregamento de regiões de intenso cisalhamento e de planos na qual a deformação ocorre mais facilmente. Tais bandas geralmente são formadas sob altas taxas de deformação e em materiais laminados ocorrem a aproximadamente a 35° da direção de laminação. Uma das principais características dessas bandas é o fato delas atravessarem vários grãos, devido à alta deformação (HUMPHREYS, 2004).

3.2.6.4 FRAGMENTAÇÃO DOS GRÃOS

Kestenbach (2003) refere-se à fragmentação como sendo a subdivisão de cada grão em regiões onde um número reduzido de sistemas diferentes de deslizamento opera, causando diferenças de rotação para cada região e formação de paredes de discórdâncias entre elas. Ele ressalta que o modelo de fragmentação supõe que um determinado conjunto de regiões, consegue cumprir o critério de Taylor, isto é deformar agregado cristalino como um todo.

Durante a deformação plástica, os grãos subdividem-se em diferentes componentes cristalográficos pela rotação do cristal e formação de bandas de deformação e de cisalhamento, como mostrado na FIG 3.24. Em alguns metais a formação de subestruturas

celulares é iniciada com pouca deformação plástica. Porém, um ponto importante na caracterização da subestrutura inicial é a ausência de grandes variações em orientação entre as células. Isto porque a subestrutura, inicial, se forma apenas para diminuir sua energia armazenada. Neste caso, as paredes que separam células vizinhas receberam o nome de IDB's (*"Incidental Dislocation Boundaries"*) porque as discordâncias, junto a outras, foram "aprisionadas ao acaso" em configurações de baixa energia. Simultaneamente ao aparecimento desses limites de discordâncias, é desenvolvida uma orientação cristalográfica preferencial ou textura (KESTENBACH, 2003).

Devido à influência da vizinhança, o grão deformado se divide em regiões distintas onde sistemas diferentes de deslizamento estão operando. Isto gera rotações diferentes entre as regiões, compensadas pelo acúmulo de discordâncias de mesmo sinal nos subcontornos. Estes são denominados GNB's (*"Geometrically Necessary Boundaries"*) que são subestruturas celulares iniciais que acomodam as crescentes diferenças de orientação intragranular e se desenvolvem gradualmente para subestruturas celulares novas (DOHERTY *et al*, 1997), iniciando assim o processo de fragmentação dos grãos.

O cristal continua a subdividir-se com a multiplicação de discordâncias formadas no interior dos grãos com baixa diferença de orientação de uma célula para outra (BAY *et al*, 1992). Os primeiros GNB's aparecem geralmente em forma de DDW's (*Dense Dislocation Walls*) e ao se bifurcarem, formam as MB's (*Micro Bands*). Neste momento, é formada a estrutura que serve como base para o processo de fragmentação. Com o aumento da deformação, mais GNB's são formados, diminuindo cada vez mais o tamanho médio dos blocos celulares (CB's - *cell blocks*). Ao mesmo tempo, aumenta a rotação entre blocos vizinhos. O resultado final, após severa deformação, são os contornos lamelares (LBs - *Lamellar Boundaries*), geralmente orientados já em função da deformação macroscópica, por exemplo, paralelos ao plano de laminação. Estes LB's incluem contornos de alto ângulo ($>15^\circ$), iguais aos contornos de grão comuns, mas formados apenas por processos de rotação e deformação plástica. (KESTENBACH, 2003).

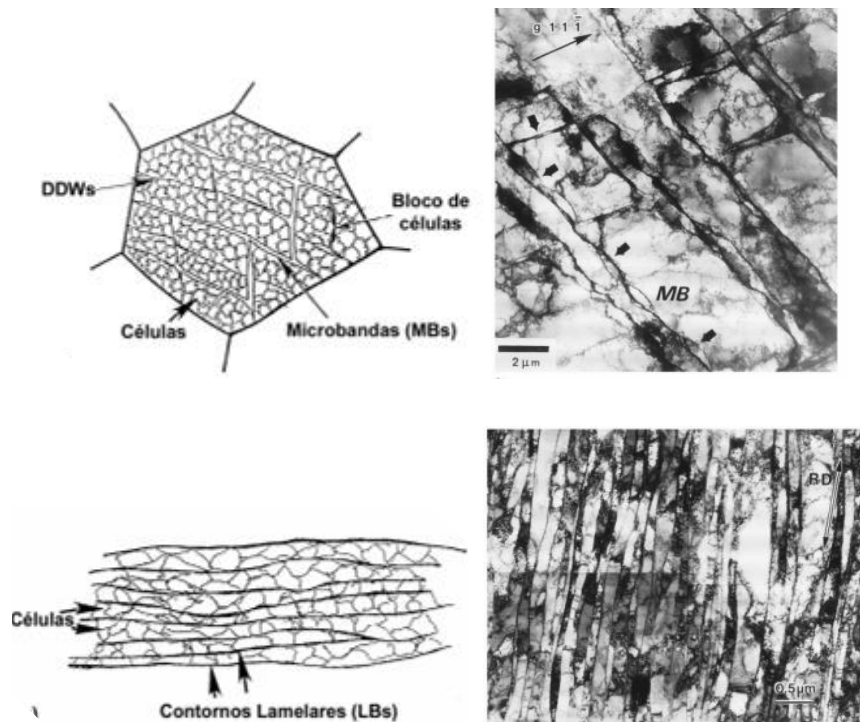


FIG 3.24: Desenho esquemático acompanhado de microestruturas de Níquel no estado deformado em amostras após (a) deformações intermediárias e (b) grandes deformações (DOHERTY *et al*, 1997)

Existem modelos teóricos para simular textura cristalográfica, porém nenhum deles está de acordo com as observações da microestrutura que demonstram a fragmentação dos grãos. Eles baseiam-se em cálculos de rotação de grãos, porém consideram que estes grãos individuais deformam de forma homogênea.

Na laminação a frio os vários tipos de orientações são formados em função do expressivo número de sistemas de deslizamento possíveis para os materiais com estrutura cúbica de corpo centrado. Cada sistema de deslizamento ativado conduz a uma rotação do grão e a superposição destas rotações determina a orientação final (GORELIK, 1981).

3.2.7 SÍTIOS DE COINCIDÊNCIA (CSL)

Em determinados ângulos de desorientação, ocorre uma coincidência nos pontos de duas redes de dois grãos adjacentes, constituindo, então, esses pontos, os sítios de coincidência, como demonstrado na FIG 3.25. Os contornos CSL são caracterizados por números inteiros

ímpares, Σ , cuja razão $1/\Sigma$ representa a proporção de sítios comum em ambas as redes, segundo a TAB 3.3. Quanto menor o valor de Σ , mais ordenado estará o contorno de grão.

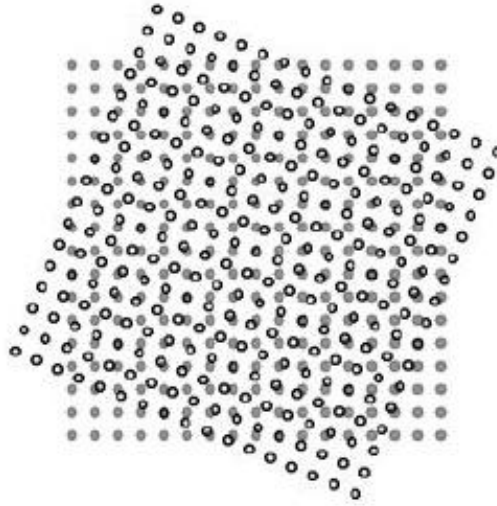


FIG 3.25: Representação gráfica hipotética do contorno $\Sigma 13a$.

TAB 3.3: Pares eixo-ângulo correspondentes aos contornos CSL até $\Sigma=29$ nos sistemas cúbicos. (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004)

Σ	θ	Eixo
1	0	Qualquer um
3	60	<111>
5	36,87	<100>
7	38,21	<111>
9	38,94	<110>
11	50,48	<110>
13a	22,62	<100>
13b	27,80	<111>
15	48,19	<210>
17a	28,07	<100>
17b	61,93	<221>
19a	26,53	<110>
19b	46,83	<111>
21a	21,79	<111>
21b	44,40	<211>
23	40,45	<311>
25a	16,25	<100>
25b	51,68	<331>
27a	31,58	<110>
27b	35,42	<210>
29a	43,61	<100>
29b	46,39	<221>

Os contornos CSL não podem alterar sempre que o ângulo de rotação mudar. Pequenos desvios da desorientação de um contorno CSL pode ser acomodado pela rede, porém, quando esse desvio é grande a rede pode ser distorcida até se tornar completamente incoerente. Segundo Pinto e Lopes (2003), esta acomodação é dada pelo critério de Brandon, que define a tolerância de $\Delta\theta$, em torno da desorientação ideal para a classificação de um contorno como CSL, qual a EQ 3.21:

$$\Delta\theta \leq 15^\circ \Sigma^{-\frac{1}{2}} \quad \text{EQ 3.21}$$

Em materiais policristalinos é incomum a ocorrência de grãos distribuídos aleatoriamente, devido a isso, esses contornos especiais tem sido associados à textura desses materiais. É considerado, pela comunidade acadêmica, como nos estudos de Saha e Ray em 2007 e 2010 e Low em 2006, que a textura de um material possa estar intimamente ligada com a distribuição dos contornos CSL presentes nele.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo possui enfoque nos procedimentos experimentais que foram realizados em escala laboratorial, porém com a intenção de simular uma aplicação industrial. Apresenta-se a composição química do material, previamente analisada. Em seguida, foi abordado todo o processo para a prática do processamento termomecânico, que incluiu a laminação e recozimento. São descritas todas as técnicas e equipamentos utilizados na caracterização e análise dos materiais.

4.1 MATERIAL

Foram utilizadas amostras de um aço IF Ti-Nb fornecidas pela Companhia Siderúrgica Nacional (CSN), retiradas de chapas laminadas a quente, com 3,64 mm de espessura proveniente de uma única bobina. As temperaturas de acabamento e bobinamento médias aplicadas foram de 933 e 630°C, respectivamente. Na TAB 4.1 é mostrada a composição química do aço e a FIG 4.1 exibe uma fotografia da amostra como recebida.

TAB 4.1: Composição química do aço em estudo

Composição Química do aço IF (%peso)								
%C	%Mn	%P	%S	%Si	%Al	%N	%Ti	%Nb
0,0030	0,125	0,011	0,006	0,067	0,033	0,003	0,042	0,034

O material em estudo possui valores dentro da faixa de valores típicos de composição química para aços IF. A CSN denomina essa família de aços como "Aços com qualidade - Estampagem". De acordo com o Catálogo (2014) da empresa, algumas normas são seguidas, destacando a ASTM A621, ASTM A622 e a brasileira NBR 5906.



FIG 4.1: Amostra de aço IF como recebida da CSN.

4.2 PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO

Nesta seção são apresentadas as técnicas e os equipamentos utilizados para a prática do processamento termomecânico (recozimento e laminação a frio) e a caracterização dos produtos desse processamento.

4.2.1 RECOZIMENTO

O tamanho de grão médio da amostra como recebida foi verificado pelo método de Intercepto de Heyn. O método consiste na contagem de interseções ou objetos por comprimento real de linhas de grade posicionadas sobre a micrografia.

Após a determinação do tamanho de grão inicial verificou-se a necessidade da realização de um tratamento prévio a laminação para crescimento do grão. A amostra como recebida apresentou grãos refinados equiaxiais com poucos grãos alongados em sua microestrutura com tamanho de grão médio de 30 μm , como mostrado na FIG 4.2.

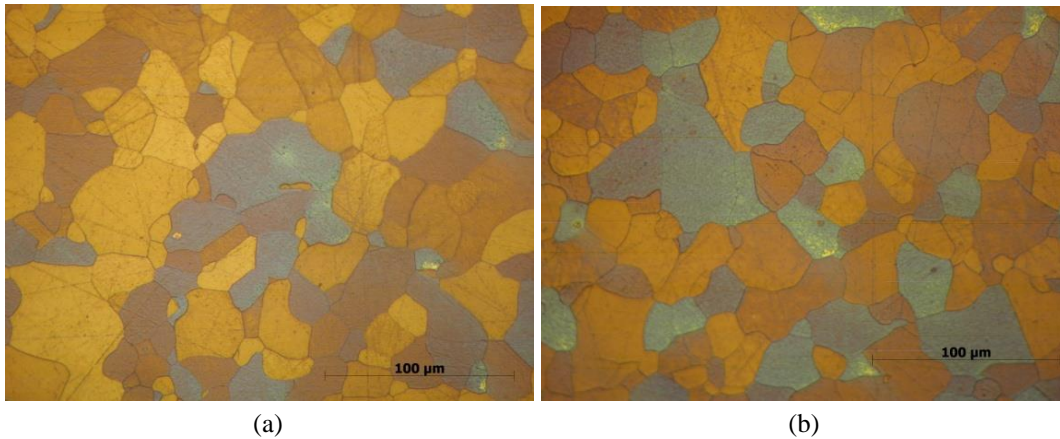


FIG 4.2: Microestrutura do aço IF como recebido, em diferentes regiões da amostra: (a) Central; (b) Lateral

Foram, então, determinados os parâmetros do tratamento térmico para esta finalidade por meio de experimentos prévios. Os tratamentos foram realizados em um forno mufla para as temperaturas de 900, 1000 e 1100°C e tempo de 30 minutos para as todas as condições. Assim, após os testes, definiu-se que o tratamento das amostras como recebidas seria realizado a 900°C por 30 minutos, para a obtenção de um tamanho de grão maior. Na condição recozida para aumento do tamanho de grão, a microestrutura apresentou grãos equiaxiais com tamanho médio de grão de 223 μm, como mostrado na FIG 4.3.

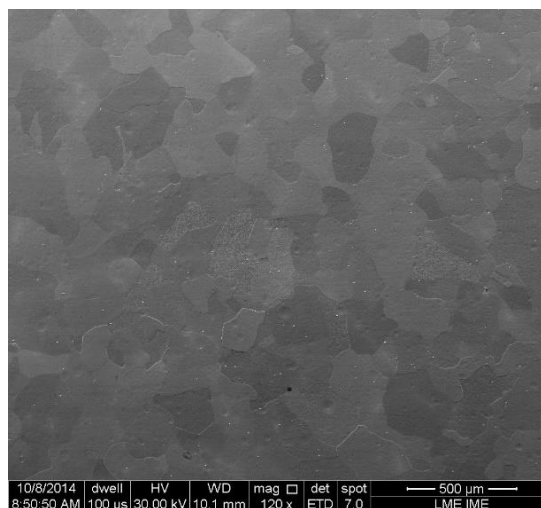


FIG 4.3: Microestrutura do aço IF após o recozimento a 900°C por 30 minutos.

4.2.2 LAMINAÇÕES A FRIO

As laminações foram executadas no laboratório de Processamento Mecânico do IME, no Laminador FENN MFG. Co. modelo D 51710, apresentado na FIG 4.6, com cilindros de trabalho de diâmetro de 133,70mm. O processo foi desenvolvido a partir de duas vertentes:

- Laminação C1: Deformações de 10, 30, 50, 70 e 90%, em uma chapa previamente recozida, produzindo 5 amostras distintas;
- Laminação C2: Deformações de 30, 45, 60%, em uma mesma amostra previamente recozida, realizando uma análise microestrutural a cada interpasse. A fim de adequar a amostra à limitação dimensional exigida pelo MEV, a laminação dessa condição foi realizada com o auxílio de um gabarito confeccionado em papelão, onde a amostra foi encaixada a cada interpasse, como mostrado na FIG 4.4. A laminação foi realizada com a utilização de uma pequena quantidade de óleo mineral, como lubrificante, nos cilindros de laminação para diminuir a influência do atrito na superfície da amostra.

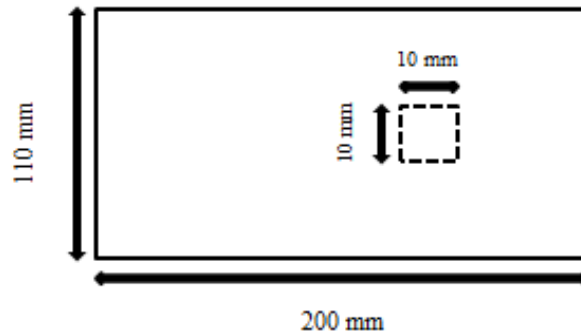


FIG 4.4: Esquema do gabarito utilizado para laminação da amostra da condição C2.

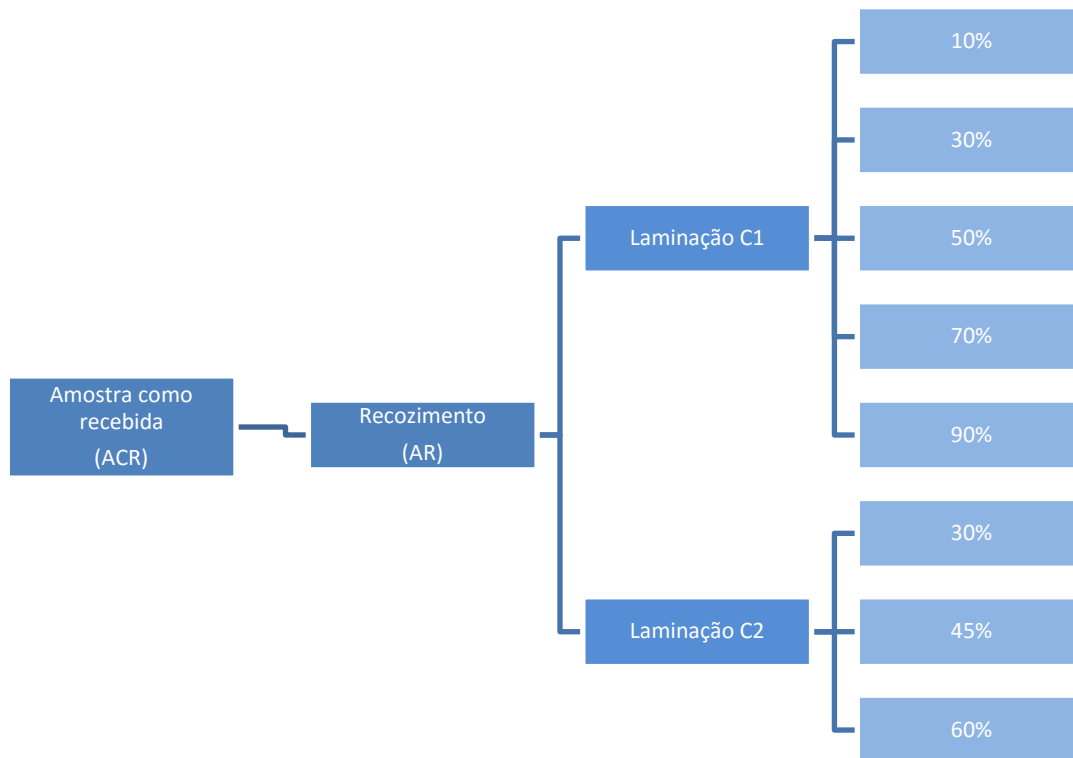


FIG 4.5: Fluxograma de processamento das amostras .



FIG 4.6: Laminador FENN MFG. Co., modelo D 51710 de 1973. Laboratório de Processamento Mecânico do IME.

4.3 CARACTERIZAÇÃO

Nesta seção, são abordados todos os procedimentos necessários para a obtenção dos resultados da análise microestrutural, microtextura por EBSD e análise de textura. Na FIG 4.7 é apresentado o fluxograma que engloba as análises de caracterização realizadas.

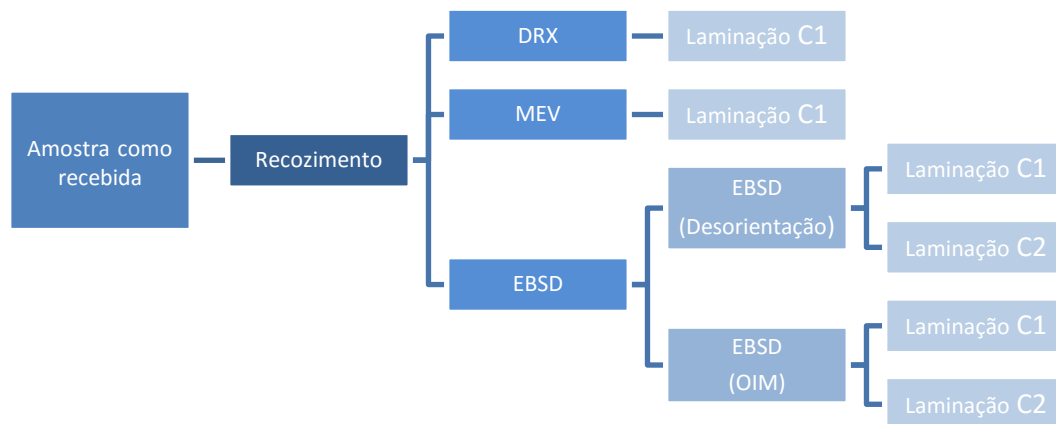


FIG 4.7: Fluxograma de análises microestruturais das amostras.

4.3.1 ANÁLISE DE MICROTTEXTURA POR EBSD

A análise da microtextura cristalográfica foi realizada pela técnica de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD). O equipamento consiste em um sistema de difração de elétrons retroespalhados QUANTAX CrystAlign da BRUKER Instruments acoplado a um microscópio QUANTA FEG 250 da fabricante FEI, equipado com o programa ESPRIT CrystAlign responsável pelo processamento dos dados obtidos durante a análise.

A chapa laminada foi cortada a cada passe de laminação para a obtenção de amostras menores com aproximadamente 10 x 10 mm. As amostras foram lixadas sequencialmente em lixas metalográficas de 220, 320, 400, 600, 1000 e 1200 mesh (#), seguido de um polimento mecânico em pasta de diamante de 6, 3 e 1 μm , com leve ataque químico utilizando Nital 3 % nos intervalos do polimento. A sequência final composta por polimento e ataque foi repetida por 3 vezes com o objetivo de reduzir as tensões superficiais. Por fim, para as amostras

destinadas a microtextura por EBSD, se fez necessário a realização de um polimento com sílica coloidal diluída em 30 partes de água destilada para a obtenção de uma superfície praticamente livre de tensões superficiais. Esse polimento foi executado durante 30 minutos de sílica (2 intervalos de 15 minutos) e 20 minutos de ultrassom (2 intervalos de 10 minutos).

Para as reduções na condição *Laminação C2*, em cada passe de laminação a amostra foi submetida novamente ao polimento mecânico em pasta de diamante de 6, 3 e 1 μm , com leve ataque químico utilizando Nital 3 % nos intervalos do polimento e ao polimento com sílica coloidal, pois nessa etapa, a amostra não foi lixada novamente para evitar a remoção da população de grãos analisados no passe anterior. Esta população foi acompanhada e avaliada em MEV/EBSD após as reduções de 30, 45 e 60% em uma mesma amostra, realizando uma análise a cada interpasse, como descrito anteriormente.

Os parâmetros de operação para as medidas de EBSD foram:

- Tensão de aceleração: 15Kv
- Distância de trabalho: 20 mm
- Diâmetro do feixe na superfície (SPOT SIZE): 5,5 μm
- Comprimento a cada passo: 1 a 3 μm
- Distância do detector: 16 mm
- Inclinação do detector: 10,5°

4.3.2 ANÁLISE DE TEXTURA CRISTALOGRÁFICA POR DRX

As análises da textura cristalográfica foram realizadas nas amostras da condição *Laminação C1* por Difração de Raios-X. O equipamento a ser utilizado foi o Difratorômetro, modelo X'Pert PRO MRD da empresa PANalytical equipado com um goniômetro modelo PW3050/60 (Theta/2Theta), mostrado na FIG 4.8.



FIG 4.8: PANalytical X'Pert PRO MRD do laboratório de difração de raios-x do IME

A chapa laminada foi cortada a cada passe de laminação para a obtenção de amostras menores com aproximadamente 20 x 20 mm. As amostras foram lixadas em lixa metalográfica até a meia espessura sequencialmente em lixas metalográficas de 220, 320, 400, 600 mesh (#), seguido de um polimento mecânico em pasta de diamante de 6, 3 e 1 μm . A preparação foi finalizada com um ataque químico utilizando Nital 5 %, por aproximadamente 30 segundos, para revelação dos contornos de grão. A sequência final composta por polimento e ataque foi repetida por 3 vezes com o objetivo de reduzir as deformações superficiais.

Para a obtenção da análise de textura cristalográfica foi necessário identificar, pela técnica *Absolute Scan*, os ângulos dos planos de difração que obedecem à lei de Bragg. Esses ângulos são importantes, pois determinam a localização dos planos cristalográficos que serão medidos. Além disso, os valores destes ângulos também foram utilizados em um programa para correção de desfocalização.

O material em estudo apresenta estrutura cristalina CCC e, devido a isso, três planos cristalográficos são suficientes para representar todo o material. Os planos medidos foram: (110), (200) e (211), com os respectivos ângulos 2θ de 52,3; 77,2 e 99,7°. Depois de serem obtidos os ângulos dos planos cristalográficos, o ensaio de medição de textura foi inicializado e as figuras de polo referentes aos planos cristalográficos definidos anteriormente foram, então, obtidas. A obtenção das figuras de polo foi realizada pelo próprio programa do aparelho, X'Pert Data Collector.

As figuras de polo obtidas, devem ser corrigidas pelo programa PopLa. Botelho (2012) explica detalhadamente como preparar os dados para a utilização do popLA:

"Antes de se utilizar o popLA é necessário preparar os arquivos. Os dados gerados pelo equipamento X'Pert PRO MRD são gravados em arquivos com a extensão .xrdml, sendo gerado um arquivo para cada plano de

difração analisado, ou seja, três arquivos para cada amostra. Esses são transformados em arquivos com extensão .rw1, entrada do programa Philips Conversion. Nesse programa, os arquivos .rw1 são compilados em um novo arquivo, com extensão .rwd, que é então transformado em um novo arquivo com extensão .raw, que é a entrada do popLA. Após correções, esse último arquivo está pronto para ser trabalhado no *preferred orientation package* – *Los Alamos*. Outro arquivo de entrada para as análises é o de correção de desfocalização, com extensão .dfb, que é gerado pelo próprio popLA. Para tal, são necessários os ângulos dos planos de difração das amostras, medidos através de um ensaio de difração de raios-x. A sequência de correções dentro do programa incluem desfocalização, rotação, por harmônicos esféricos e simetriação das figuras de pólo."

Porém, como dito anteriormente, a descrição da textura com auxílio de figuras de polo é muito útil, mas as informações cedidas são incompletas. Para descrever plenamente são utilizadas as Funções de Distribuição de Orientações Cristalográficas (FDOC's). Essa função pode ser calculada a partir da conversão de figuras de polo direta com a ajuda de dois programas: popLA e Philconv.

A obtenção de planos e direções preferenciais ocorre a partir dos arquivos de coeficientes harmônicos (.chd). Esses arquivos têm o formato de uma tabela 19x19, cujos ângulos Roe com intervalos de 5°, são crescentes da esquerda para a direita em psi (ψ) e de cima para baixo em theta (θ), como mostrado na FIG 4.9. Como os componentes cristalográficos têm ângulos bem definidos é possível identificar qualquer componente do material.

B10	6/25/15																		ODF by harmonics 14-JUL-**																	
CHDR	5.0	90.0	5.0	90.0	1	1	2	1	3	100	Phi= 45.0																									
609	513	316	164	89	24	1	1	27	71	27	1	1	24	89	164	316	513	609																		
455	402	282	167	87	14	1	1	1	24	51	30	27	72	130	187	276	389	444																		
200	209	195	124	44	1	1	1	1	1	34	64	49	71	138	194	210	205	202																		
80	90	75	3	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	64	135	153	133	118																		
24	11	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	29	69	80	78	65																		
1	1	1	1	19	41	7	1	5	13	1	15	98	153	132	89	64	44	32																		
1	1	1	41	104	107	52	1	1	1	1	70	123	118	102	132	185	204	202																		
1	8	29	50	45	29	28	17	1	1	13	81	65	6	21	130	243	295	304																		
64	71	79	48	1	1	1	26	50	41	72	96	48	1	1	41	68	77	80																		
196	183	152	93	1	1	1	110	169	148	116	87	55	44	38	1	1	1	1																		
302	265	192	134	103	113	174	239	246	203	157	130	127	147	145	97	58	79	103																		
232	216	185	174	203	248	266	238	194	181	203	232	242	232	209	192	204	240	261																		
84	120	188	234	254	248	193	112	70	95	150	189	181	127	75	69	86	82	72																		
78	125	204	231	213	176	115	49	18	13	1	1	1	1	1	1	1	1	1																		
248	252	233	178	136	131	119	82	38	1	1	1	1	1	1	1	38	50	41																		
441	409	323	228	181	177	160	106	37	1	1	1	1	1	30	87	123	136	138																		
501	468	401	349	316	273	204	128	64	10	1	1	1	34	97	90	48	28	28																		
421	393	360	370	374	318	243	204	184	139	56	1	1	58	114	63	1	1	1																		
358	330	306	341	366	319	260	255	265	220	113	7	1	68	124	63	1	1	1																		

FIG 4.9: Representação de uma tabela .chd

5 RESULTADOS

Neste capítulo serão apresentados todos os resultados experimentais, como as análises de textura na condição deformada e de microscopia de microscopia por imagem de orientação (OIM), necessários para uma discussão fundamentada.

5.1 TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

As texturas de laminação a frio dos materiais cúbicos de corpo centrado são caracterizadas por apresentarem suas orientações principais localizadas em duas fibras parciais: fibra γ com um eixo $\langle 111 \rangle$ perpendicular à superfície da chapa $\{111\} \langle uvw \rangle$ e outra é uma textura de fibra α parcial $\langle 110 \rangle$, com o eixo da fibra paralelo a direção de laminação; $\{hkl\} \langle 110 \rangle$. Para a representação da textura cristalográfica, utilizou-se a Função de Distribuição de Orientações Cristalográficas (FDOC), seguindo a notação de Bunge, com análise para $\phi = 45^\circ$. As FDOC's para as deformações da Condição C1 são apresentadas nas FIG 5.1 a FIG 5.7:

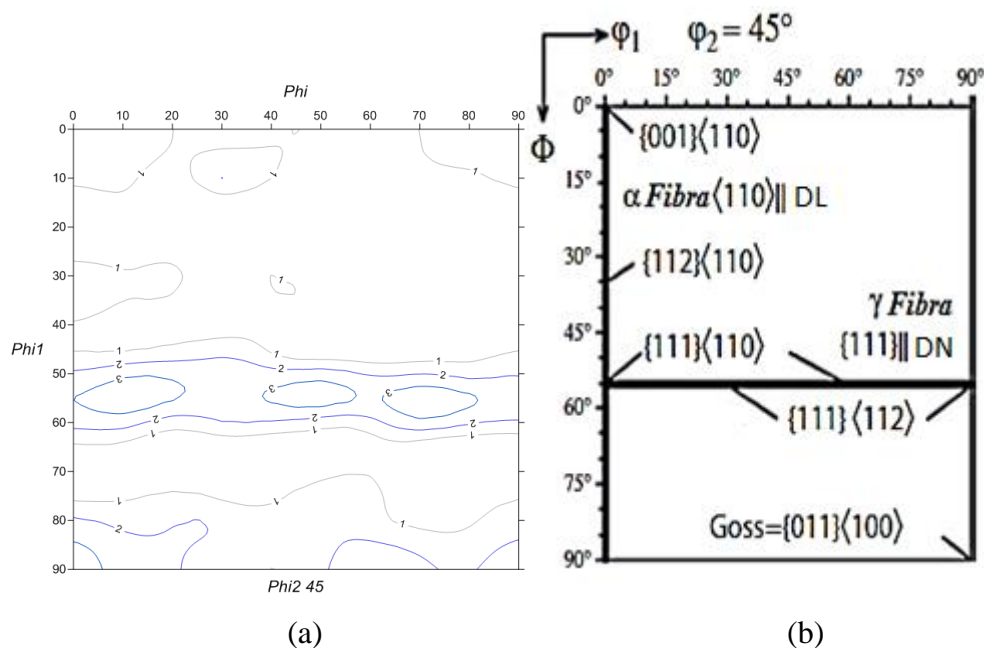


FIG 5.1: (a) FDOC para uma amostra laminada a quente como recebida. $\phi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábacó apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).

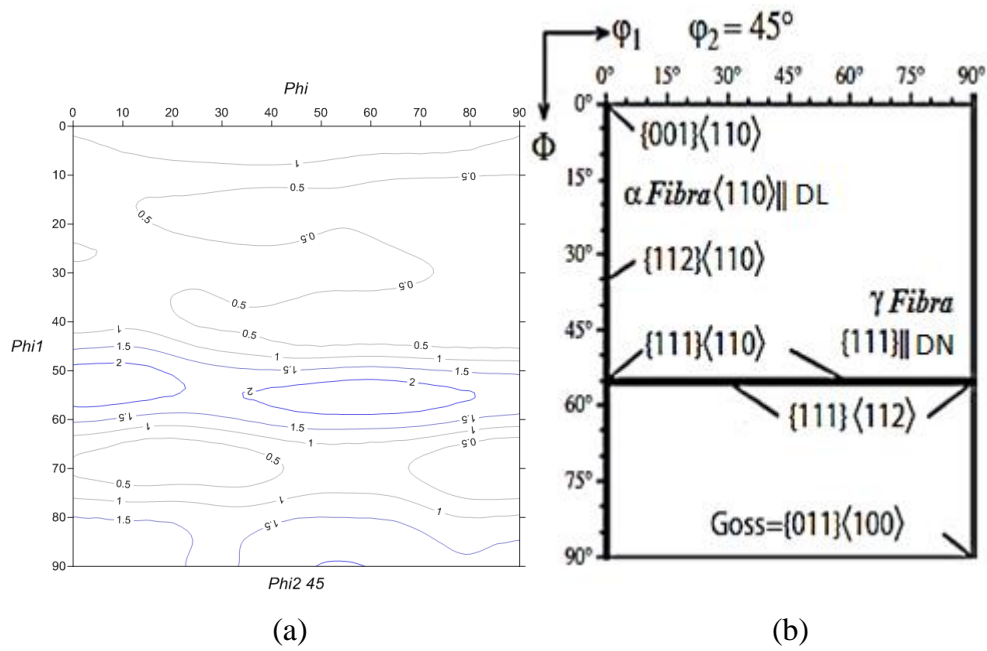


FIG 5.2: (a) FDOC para uma amostra recozida a 900° C por 30 minutos. $\varphi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).

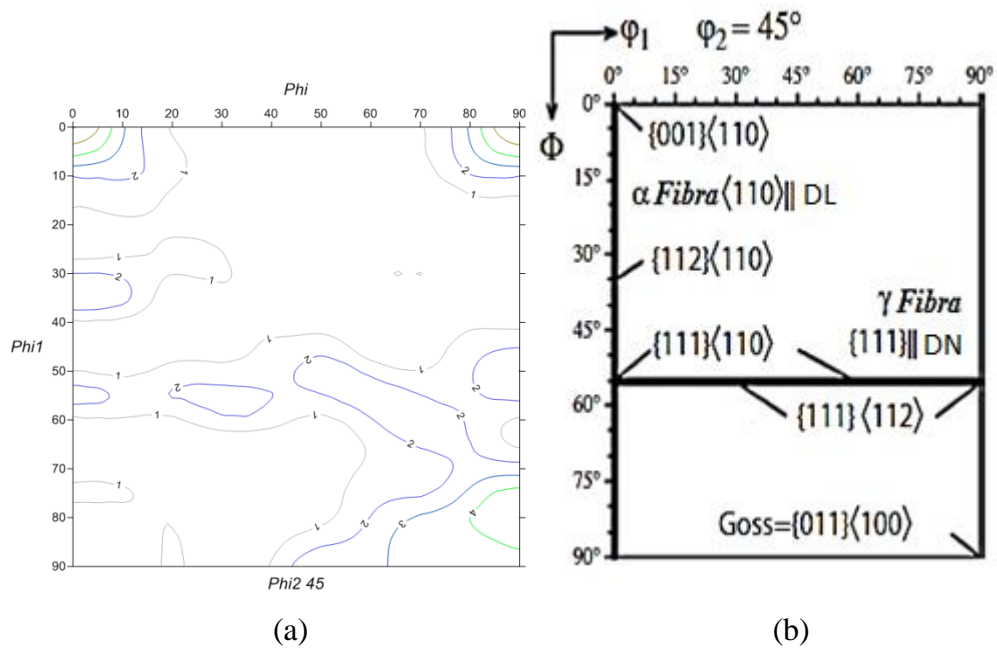


FIG 5.3: (a) FDOC para uma amostra deformada em 10%. $\varphi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).

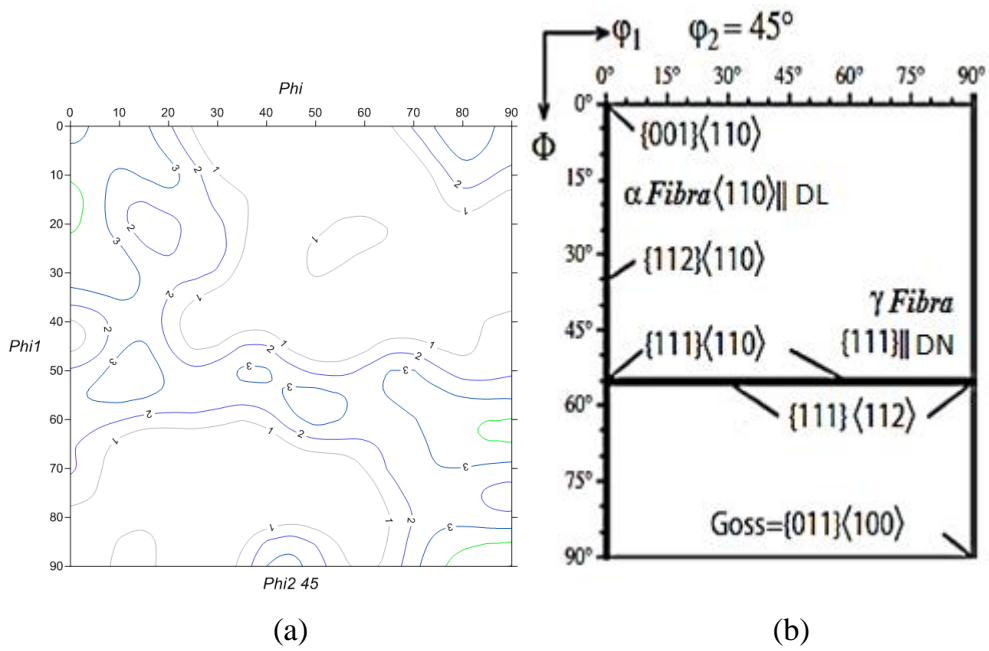


FIG 5.4: (a) FDOC para uma amostra deformada em 30%. $\varphi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).

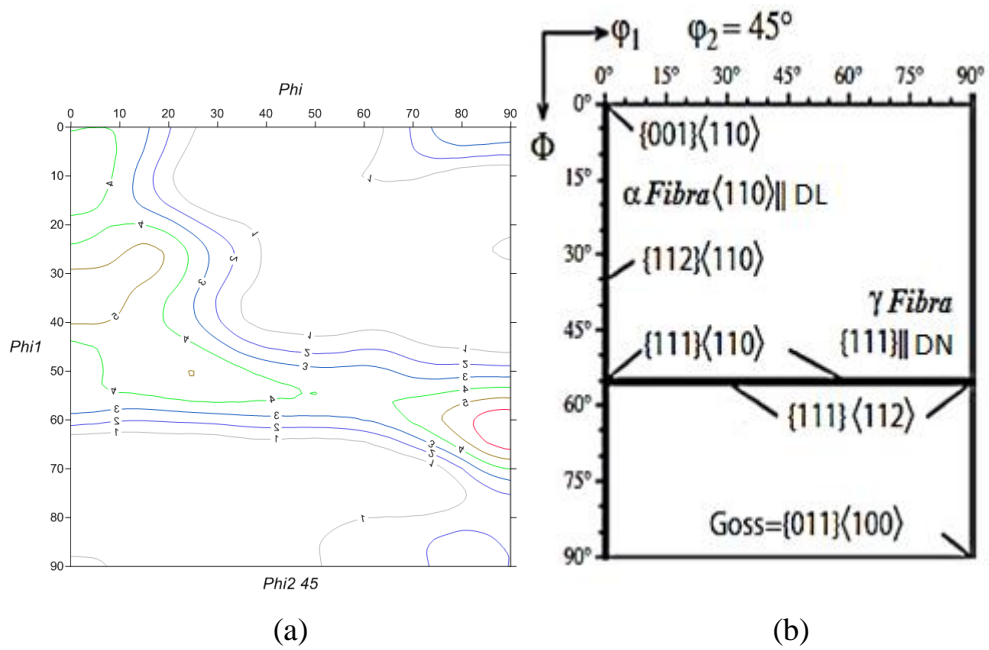


FIG 5.5: (a) FDOC para uma amostra deformada em 50%. $\varphi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).

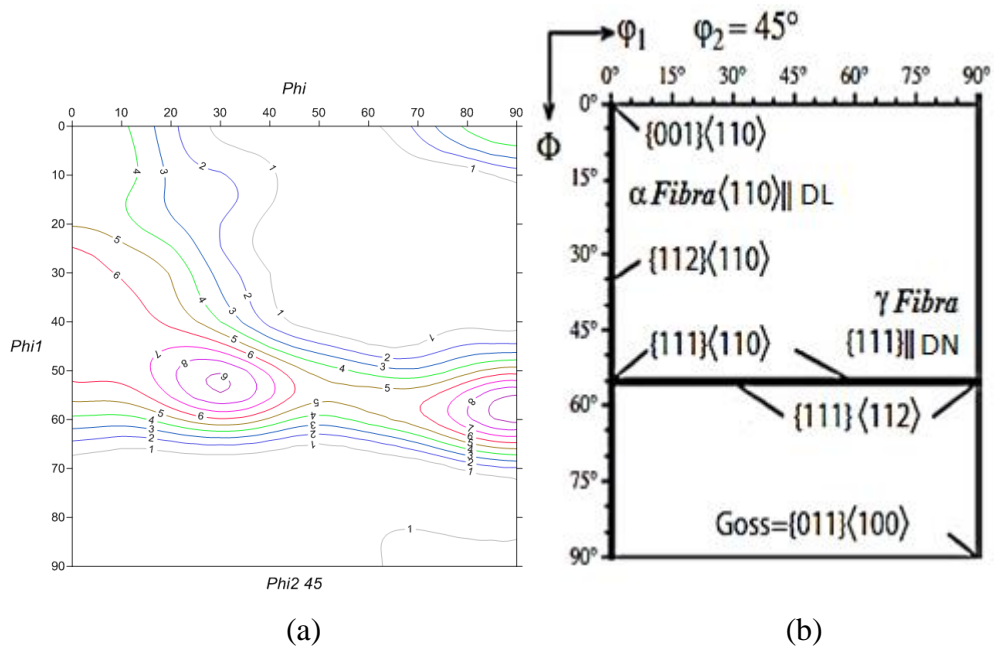


FIG 5.6: (a) FDOC para uma amostra deformada em 70%. $\phi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).

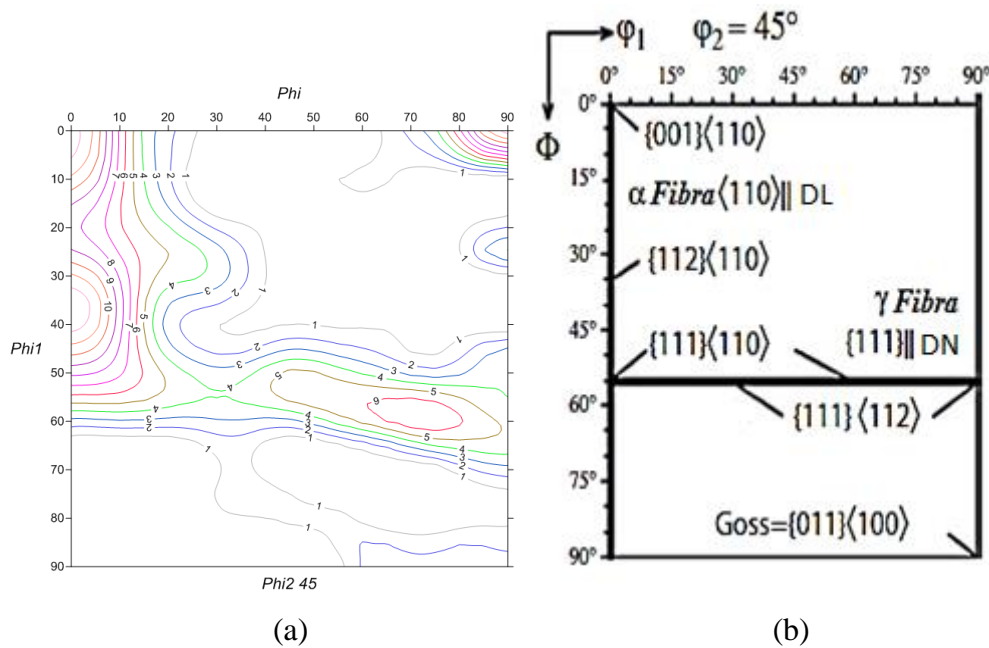


FIG 5.7: (a) FDOC para uma amostra deformada em 90%. $\phi_2 = 45^\circ$. Notação de Bunge. (b) Ábaco apresentando as principais orientações para materiais CCC (ENGLER; RANDLE, 2010).

Analisando todas as FDOC's, percebe-se um aumento tanto da fibra γ , quanto da fibra α com o aumento do grau de deformação a frio. Estes resultados estão consistentes com outros observados na literatura que serão discutidos posteriormente. Observa-se que a fibra α vai de $\{001\}\langle 110 \rangle$ até próximo de $\{112\}\langle 110 \rangle$ e que a fibra γ envolve orientações que vão de $\{111\}\langle 112 \rangle$ a

$\{111\}\langle 110\rangle$, passando por $\{111\}\langle 123\rangle$. A orientação $\{001\}\langle 110\rangle$ é característica da laminação a frio de aços ferríticos e tende a ser consumida durante a recristalização.

5.2 MICROSCOPIA POR IMAGEM DE ORIENTAÇÃO (OIM)

Como dito anteriormente, o uso da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) em conjunto com mapas de orientação obtidos por microscopia por imagem de orientação (OIM) apresenta dados qualitativos sobre a microestrutura de deformação (SILVA *et al.*, 2006b).

5.2.1 CONDIÇÃO C1

Segundo Bruker Nano (2012), o mapa *Figura de polo inversa* (IPF) é o modo mais utilizado para exibir dados de orientação como um mapa. O mapa IPF faz a ligação entre o sistema de coordenadas de referência macroscópica e o sistema de coordenadas cristalográficas. Em outras palavras, um pixel no mapa IPF é colorido de uma cor específica, com base na informação de orientação que contém, em comparação com o sistema de referência macroscópica. Por exemplo, um grão, de uma fase cúbica, que tem uma orientação em que uma das faces do cubo é paralela com a superfície da amostra, é colorido de vermelho no mapa IPFZ; isto é, porque o eixo Z (normal à superfície da amostra) é paralelo à perpendicular de uma das faces do cubo (numa direção $\langle 001\rangle$) e de acordo com a cor determinada para fases cúbicas, deve ser colorido de vermelho. Os mapas de orientação apresentados nas FIG 5.8 a FIG 5.11 têm como referencial a direção de laminação com o eixo Z (IPFZ), com o objetivo de padronização de resultados.

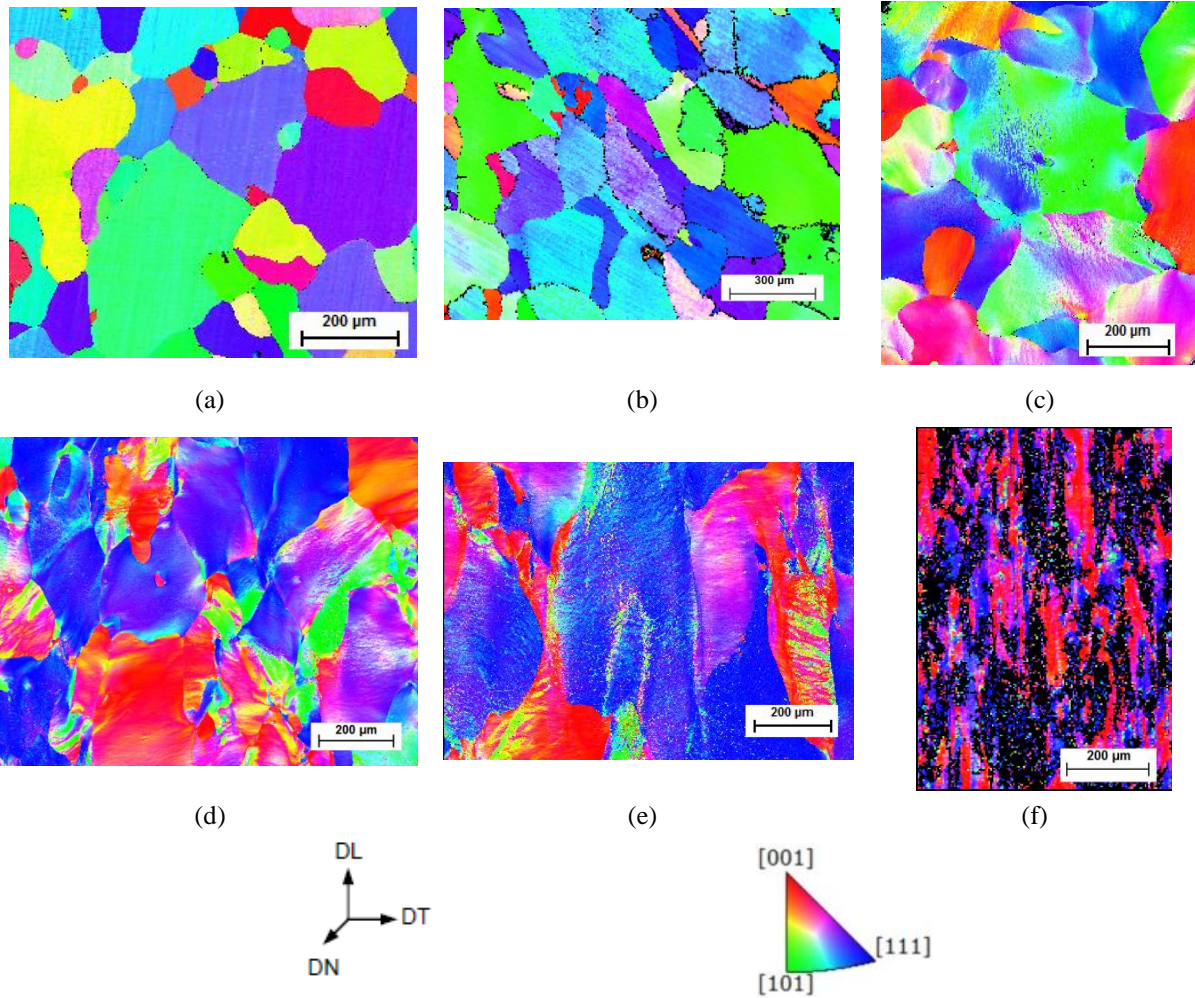


FIG 5.8: Mapas de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para (a) uma amostra recozida a 900°C por 30 min, (b) uma amostra deformada em 10%, (c) uma amostra deformada em 30%, (d) uma amostra deformada em 50%, (e) uma amostra deformada em 70% e (f) uma amostra deformada em 90%.

As Figuras de polo inversa (FPI) apresentadas na FIG 5.9 são referentes aos mapas EBSD/OIM expostos anteriormente. Nota-se que as intensidades apresentadas nas escalas são enormes, tal artefato foi causado por consequência do número restrito de grãos avaliados. Devido a esse artefato, as FPI das condições C1 e C2, devem ser examinadas apenas pelo caráter qualitativo, indicando as tendências de formação e evolução da textura, e não pelo aspecto quantitativo, pois não se analisou uma quantidade de grãos suficientes para produzir uma análise quantitativa.

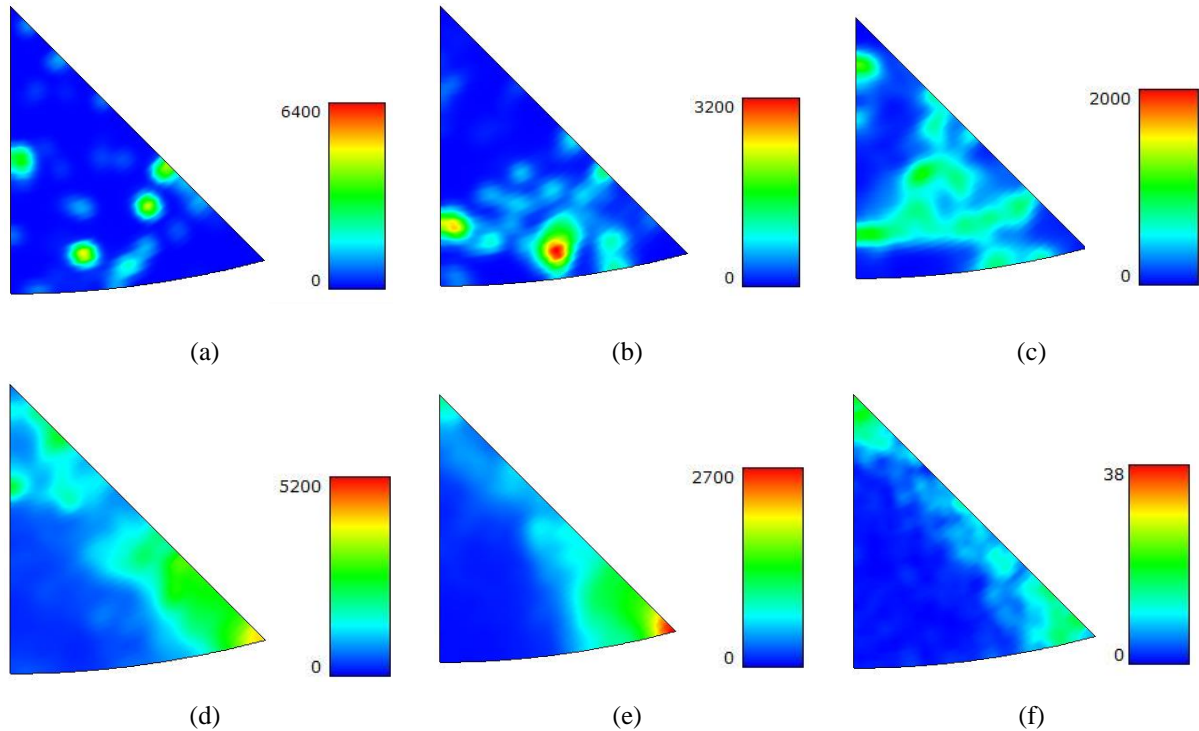


FIG 5.9: Figuras de polo inversa para (a) uma amostra recozida a 900°C por 30 min, (b) uma amostra deformada em 10%, (c) uma amostra deformada em 30%, (d) uma amostra deformada em 50%, (e) uma amostra deformada em 70% e (f) uma amostra deformada em 90%.

Depois de definir os critérios de detecção de grãos, após a execução da análise, é possível obter-se novos mapas a partir de uma série de cálculos, incluindo as estatísticas de detecção de grãos, como os mapas *Distribuição de grãos* e *Desorientação Média entre Grão*, apresentados nas FIG 5.10 e FIG 5.13. O primeiro exibe todos os grãos detectados em diferentes cores, em comparação com os seus vizinhos, as cores são escolhidas automaticamente e aleatoriamente pelo programa sendo que as mesmas não têm relação com qualquer orientação. O segundo exibe o mapa com a desorientação entre cada pixel de um grão e a orientação média desse grão. Dessa forma, é possível exibir mudanças de orientação dentro de grãos utilizando uma escala de cores, onde o azul significa que as mudanças de orientação são baixas enquanto o vermelho representa desorientação perto do máximo da escala. (BRUKER NANO, 2012).

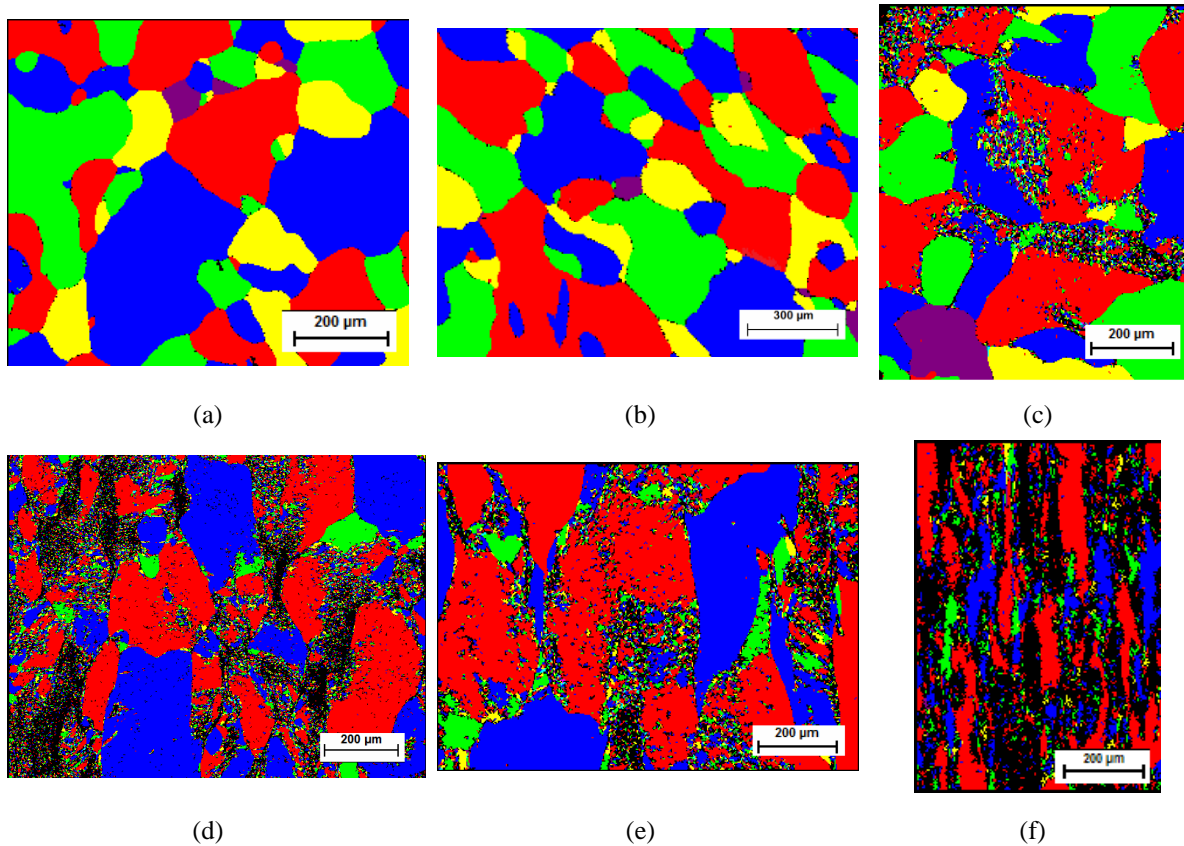


FIG 5.10: : Mapas de EBSD/OIM *Distribuição de grãos* para (a) uma amostra recozida a 900° C por 30 min, (b) uma amostra deformada em 10%, (c) uma amostra deformada em 30%, (d) uma amostra deformada em 50%, (e) uma amostra deformada em 70% e (f) uma amostra deformada em 90%.

5.2.2 CONDIÇÃO C2

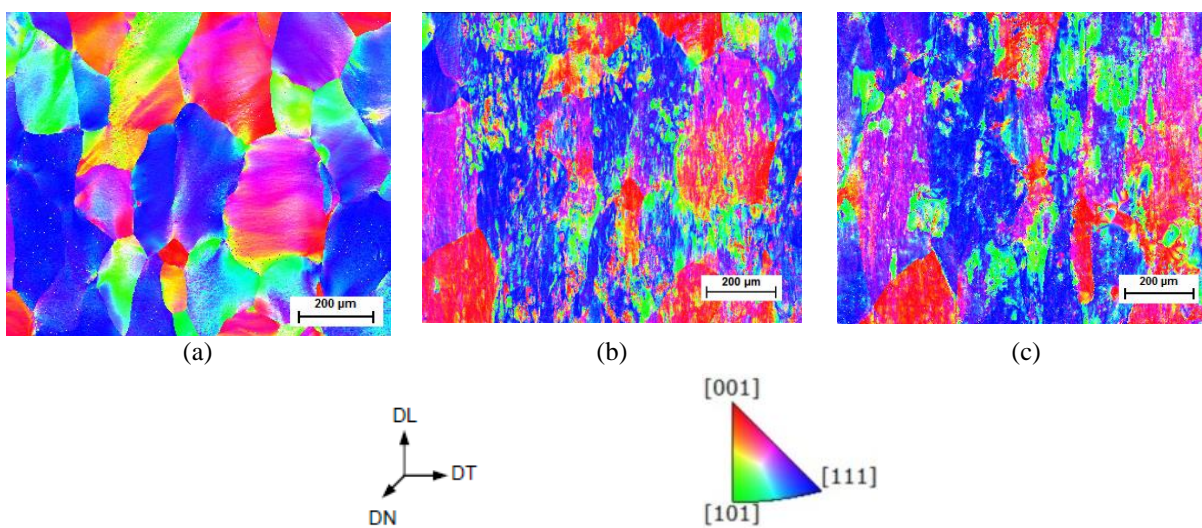


FIG 5.11: Mapas de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra (a) deformada em 30%, (b) deformada em 45%, (c) deformada em 60%.

Em seguida, na FIG 5.12, são apresentadas as Figuras de polo inversa (FPI) referentes aos mapas EBSD/OIM expostos na figura anterior.

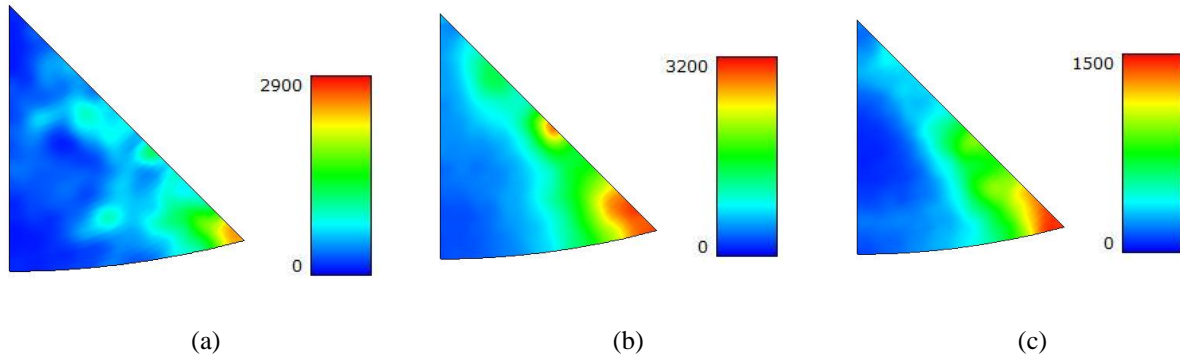
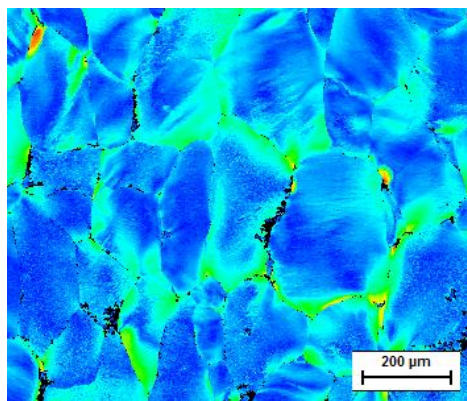
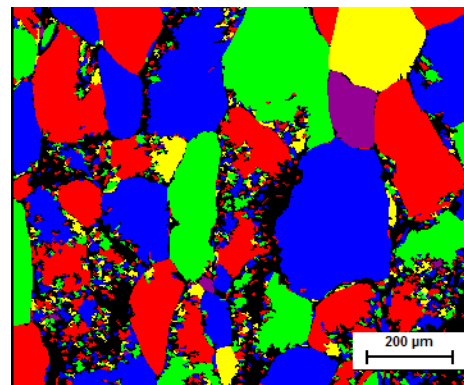


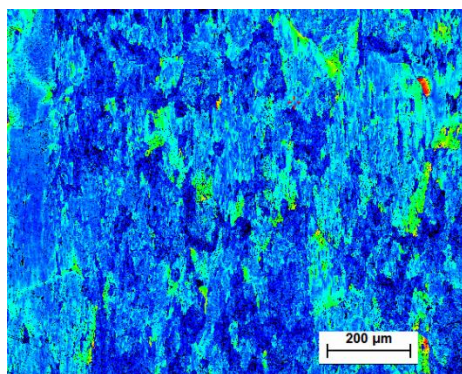
FIG 5.12: Figuras de polo inversa para uma amostra (a) deformada em 30%, (b) deformada em 45%, (c) deformada em 60%.



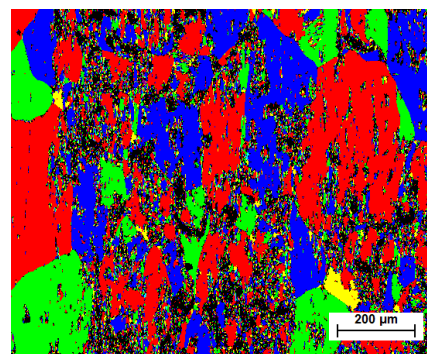
(a)



(b)



(c)



(d)

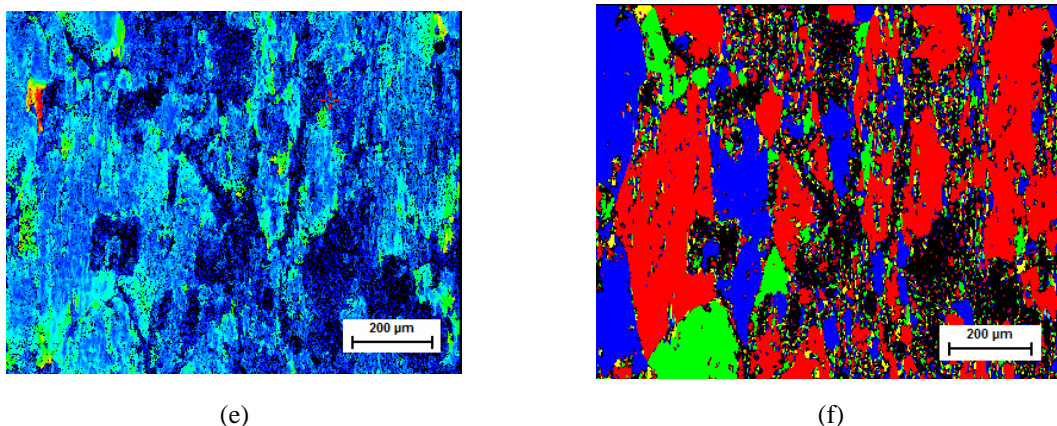


FIG 5.13: Mapas de EBSD/OIM *Desorientação Média entre Grãos* para uma amostra (a) deformada em 30%, (c) deformada em 45%, (e) deformada em 60% e *Distribuição de grãos* e para a mesma amostra (b) deformada em 30%, (d) deformada em 45%, (f) deformada em 60%.

Na condição C2, é apresentado pela FIG 5.14 o mapa *Fase* que exhibe a distribuição de fases cristalográficas utilizando um esquema de cores determinadas na lista do programa. O material utilizado no presente trabalho é um aço monofásico, de matriz ferrítica, devido a isso, o mapa é apresentado em apenas uma cor. Assim como nos mapas, *Distribuição de grãos* e *Desorientação Média entre Grãos* realizou-se um processamento após o término da análise para que os contornos de grão fossem demarcados sobre o mapa.

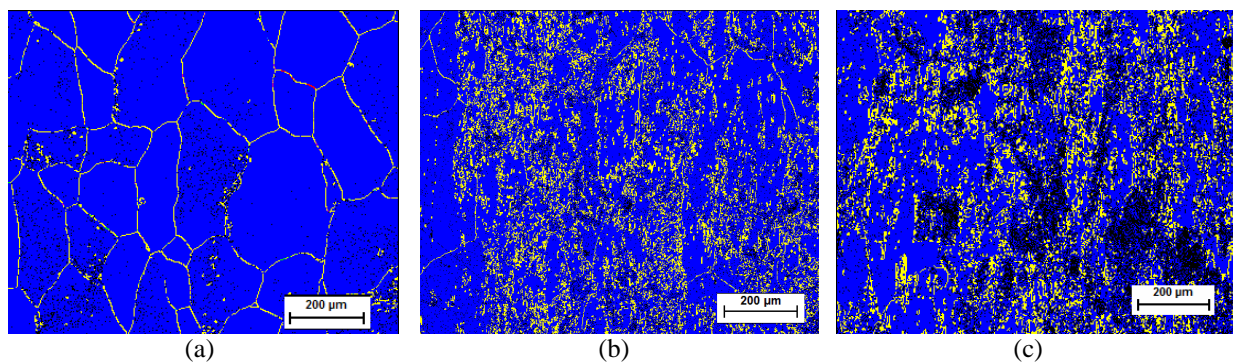


FIG 5.14: Mapas de EBSD/OIM *Phase+contorno de grãos* para uma amostra (a) deformada em 30%, (b) deformada em 45%, (c) deformada em 60%.

6 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

6.1 AVALIAÇÃO DA TEXTURA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Para entender melhor o comportamento apresentado anteriormente pelas FDOC's, os gráficos abaixo mostram a variação dos valores máximos de intensidades das componentes pertencentes às fibras α e γ com o aumento do grau de deformação a frio (FIG 6.1 e FIG 6.2).

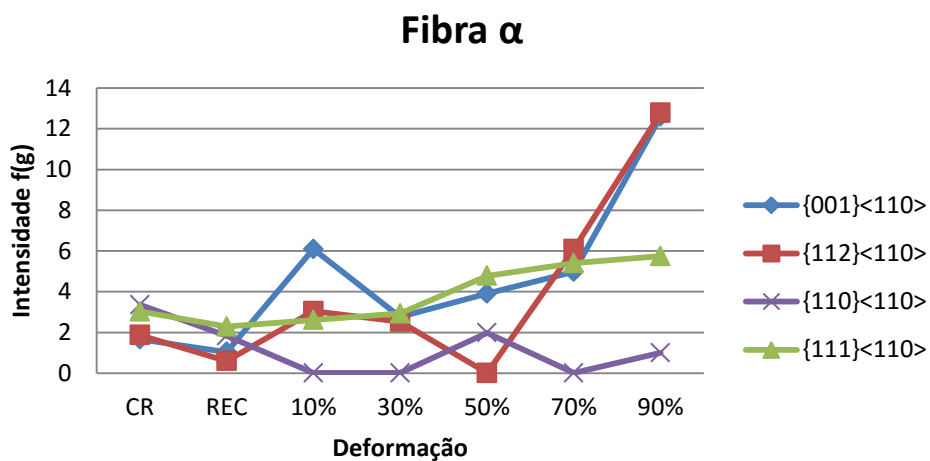


FIG 6.1: Intensidade dos principais componentes da Fibra α , comparada ao aumento do grau de deformação a frio para a condição C1.

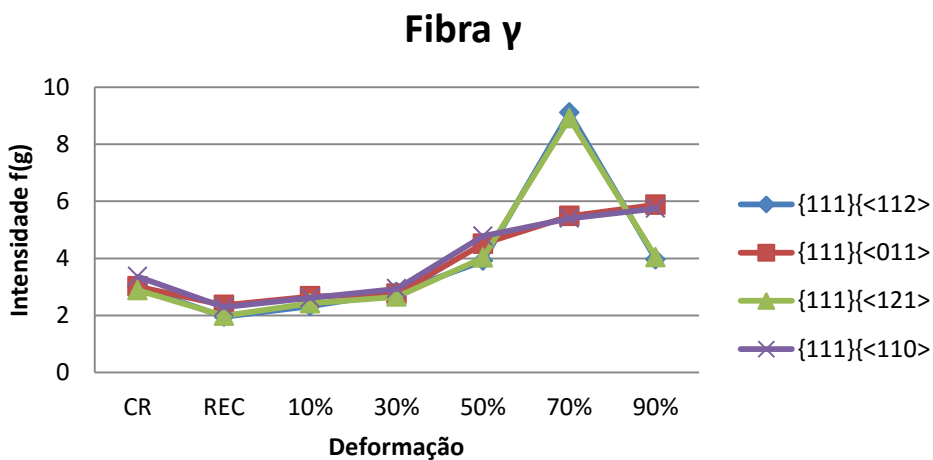


FIG 6.2: Intensidade dos principais componentes da Fibra γ , comparada ao aumento do grau de deformação a frio para a condição C1.

A amostra como recebida, apresenta uma textura característica de laminação a quente devido a temperatura de acabamento utilizada durante o processo, 933° C. Humane *et al* em 2010, examinando o efeito da laminação a quente em um aço IF, com temperatura de acabamento em 900 °C (região austenítica) na textura de um aço IF, observou que a chapa pode desenvolver uma textura fraca e não uniforme. Neste caso, as principais componentes seriam $\{001\}\langle 110\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$. No presente estudo, a amostra apresentou as componentes de textura $\{111\}\langle 110\rangle$, $\{110\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle 112\rangle$ mais intensas e $\{112\}\langle 110\rangle$ e $\{001\}\langle 110\rangle$ mais fracas. Para a amostra recozida, observou-se uma textura enfraquecida em relação a amostra como recebida, como consequência do tratamento térmico utilizado que proporcionou o crescimento do grão.

Não se pode afirmar que uma deformação de 10% é capaz de alterar a textura do material, visto que, a diferença na intensidade não é muito pronunciada. No entanto, pela FIG 6.3, é possível observar que, entre 70 e 90% de deformação, a fibra γ é enfraquecida, enquanto a fibra α é fortalecida e a componente cubo rodado $\{001\}\langle 110\rangle$, antes não evidente, é fortalecida. Com 30% de deformação há uma tendência de formação da fibra γ , levando em consideração a deformação anterior, porém quantitativamente as intensidades das componentes das duas fibras são equivalentes.

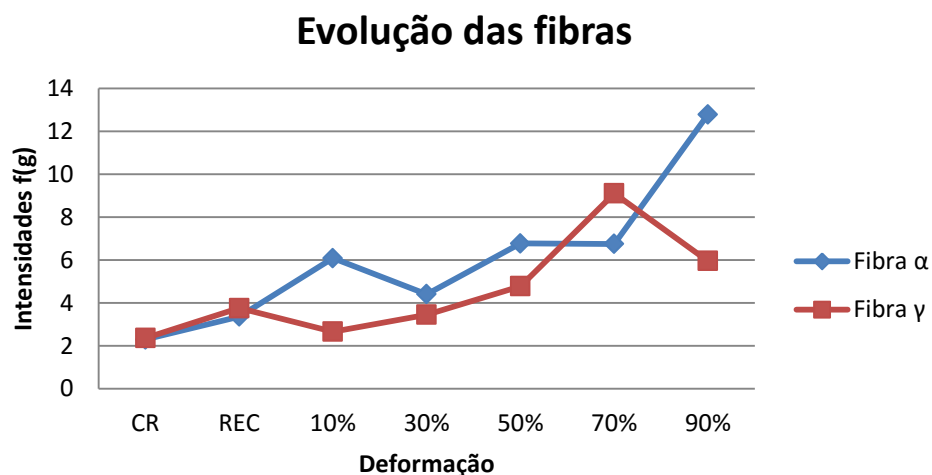


FIG 6.3: Intensidade das Fibras α e γ , comparada ao aumento do grau de deformação a frio para a condição C1.

Em 50% a intensidade da fibra γ aumenta homogeneamente e a fibra α , apesar de também ser intensificada, apresenta um valor mínimo para $\{112\}\langle 110\rangle$. A intensidade da fibra γ atinge seu pico em 70% de deformação. ELOOT *et al* (1998) observaram que a fibra γ atinge seu pico em 75% e que após o recozimento, uma forte recristalização também é obtida neste ponto. Os resultados dessa dissertação mostraram que a partir de 30% a intensidade das

duas fibras aumenta relativamente com o acréscimo do grau de deformação, entretanto, entre 70 e 90% de redução a frio observa-se um fortalecimento drástico da fibra α e um comportamento oposto na intensidade da fibra γ . Em estudos anteriores, Sardinha (2012) *apud* Humane *et al* (2010) e Zhang *et al* (2010) constataram que a fibra γ se intensifica de 75 a 80%, quando atinge sua intensidade máxima, e com o aumento da deformação ocorre o seu enfraquecimento.

Hong e Lee (2002) estudando as texturas de deformação e de recristalização de um aço IF, verificaram que as componentes constituintes da textura final de laminação a frio, em 95% de deformação, são $\{001\}\langle 110\rangle$, $\{558\}\langle 110\rangle$ e $\{665\}\langle 110\rangle$. Este comportamento também foi verificado na textura final atingida neste trabalho, pois, os componentes $\{558\}\langle 110\rangle$ e $\{665\}\langle 110\rangle$ estão muito próximos a $\{112\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle 110\rangle$, respectivamente. A componente $\{111\}\langle 110\rangle$ não representa um pico de orientação, porém tem densidade e Fator de Taylor relativamente altos e apresenta comportamento estável com o aumento da deformação.

6.2 MICROSCOPIA POR IMAGEM DE ORIENTAÇÃO (OIM)

Através dos mapas *Figura de Polo Inversa* (IPF), pode-se obter uma análise da distribuição da textura cristalográfica no plano observado. Em amostras sem deformação é comum estes mapas apresentarem homogeneidade de cores num mesmo grão. Contudo para amostras deformadas, o padrão de qualidade das amostras é diminuído à medida que se aumenta o percentual de deformação (LOW, 2006).

Esse mesmo comportamento foi observado tanto nas amostras da Condição C1, na Condição C2. A amostra inicial da Condição C1, sem deformação, apresenta os grãos coloridos a partir de cores sólidas. Alguns grãos apresentam em seu interior regiões com outros tons da mesma cor, causadas provavelmente por um resquício de deformação superficial não eliminada totalmente durante a preparação. A partir da amostra deformada a 10% podemos notar um incremento de novas cores no interior dos grãos e esse comportamento evolui até a deformação de 90%. Como exemplo, na FIG 6.4, tem-se a comparação entre dois mapas *Figura de polo inversa* (IPF).

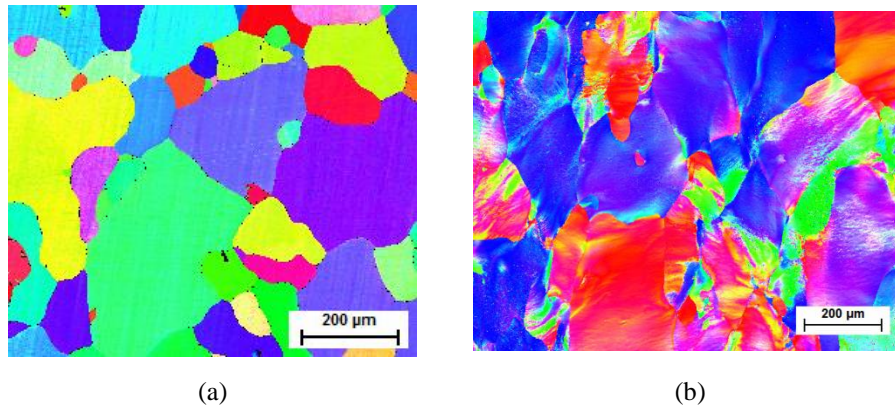


FIG 6.4: Mapas de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* (IPF) para (a) uma amostra recozida a 900° C por 30 min, (b) uma amostra deformada em 50%.

Na Condição C2, a amostra inicial já se encontra deformada a 30%, por isso, apesar de ter sido submetida a todas as etapas de preparação metalográfica, ela apresenta grãos com incremento de novas cores em seu interior. As deformações seguintes apresentam uma evolução desse comportamento, além do fato de não apresentar uma definição clara dos limites dos grãos individuais.

Os mapas *Distribuição de grãos* das duas condições apresentam, com o progresso da deformação, a nítida presença de subestruturas formadas por subgrãos que surgiram a partir dos contornos em direção ao centro do grão.

Acontecendo de forma mais severa a partir de 50% e 30% de deformação nas condições C1 e C2, respectivamente, e apresentando uma microestrutura quase que totalmente fragmentada, com poucos grãos originais na deformação de 90%; os resultados indicam que fragmentação de grão começa a ocorrer para as maiores deformações. Esses resultados estão em conformidade com a literatura corrente (SILVA *et al*, 2004), (LI *et al*, 2004), (VAN BOXEL *et al*, 2005).

Pode-se verificar por meio do mapa *Desorientação Média entre Grãos* que a Condição C2 provocou mudanças de orientação dentro dos grãos. A partir de 30% fica mais evidente que há mais deformação próxima ao contorno de grão onde provavelmente a densidade de discordâncias é mais elevada, devido à influência dos grãos vizinhos. Kestenbach (2003) afirma que esta situação gera rotações diferentes entre as regiões, compensadas pelo acúmulo de discordâncias do mesmo sinal nos subcontornos. Ainda nesta condição, os mapas de Fase com a demarcação dos contornos de grão mostram claramente que com o avanço da

deformação os contornos originais ficam menos nítidos e o número de subcontornos aparentemente aumenta.

6.3 FRAGMENTAÇÃO DOS GRÃOS

Segundo Kestenbach (2003) *apud* Hansen e Jensen (1999), a fragmentação de grãos é considerada como o aspecto estrutural mais importante para entender a formação tanto de texturas de deformação como de texturas de recozimento.

Os contornos de baixo ângulo ($<15^\circ$) formados durante o processo de fragmentação são importantes porque justificam o aumento de rotação entre regiões vizinhas com o acúmulo de discordâncias no contorno e fundamentam a viabilidade de formação de núcleos de recristalização por coalescimento de subgrãos (KESTENBACH, 2003). Utilizando o mesmo programa da microscopia por imagem de orientação (OIM) foi possível quantificar a distribuição de contornos de grão categorizando os contornos em contornos de baixo ($<15^\circ$) e de alto ângulo ($>15^\circ$).

6.3.1 CONDIÇÃO C1

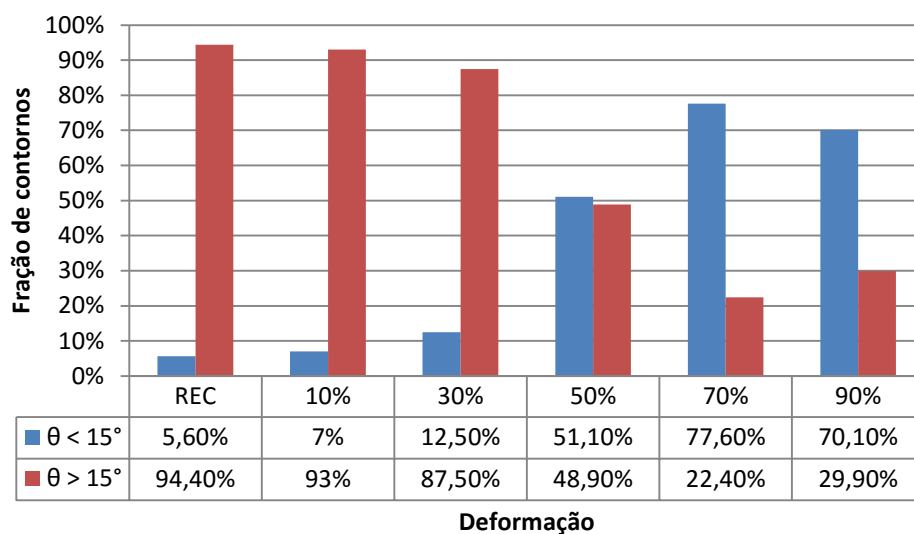


FIG 6.5: Distribuição de contornos de grão em amostras com diferentes deformações para a condição C1.

A distribuição dos contornos de grão para a Condição C1 é apresentado na FIG 6.5. Este gráfico mostra claramente que, com o aumento no nível de deformação, ocorre o aumento da fração de contornos de baixo ângulo e uma diminuição da fração de contornos de alto ângulo até 70%, ocorrendo um equilíbrio próximo a 50%. No entanto, com um aumento adicional na deformação de 70 para 90%, a fração dos contornos segue uma tendência inversa. Com 70% de deformação os contornos com ângulo maior que 15° representam 22,4% dos contornos existentes, já com 90% o percentual atinge 29,9%, comprovando, dessa forma, o processo de fragmentação de grãos. Resultados semelhantes foram encontrados por Silva et al (2006a) em pesquisa realizada a partir de uma amostra de Fe-Si. Saha e Ray (2007), verificaram que a fração de contornos de alto ângulo ($>15^\circ$) aumenta até 98% de laminação a frio, evidenciando a continuidade da tendência para deformações mais severas. O aumento da porcentagem de contornos de alto ângulo observado é de grande importância no processamento desses aços, pois esses contornos possuem alta mobilidade, facilitando o fenômeno de recristalização.

6.3.2 CONDIÇÃO C2

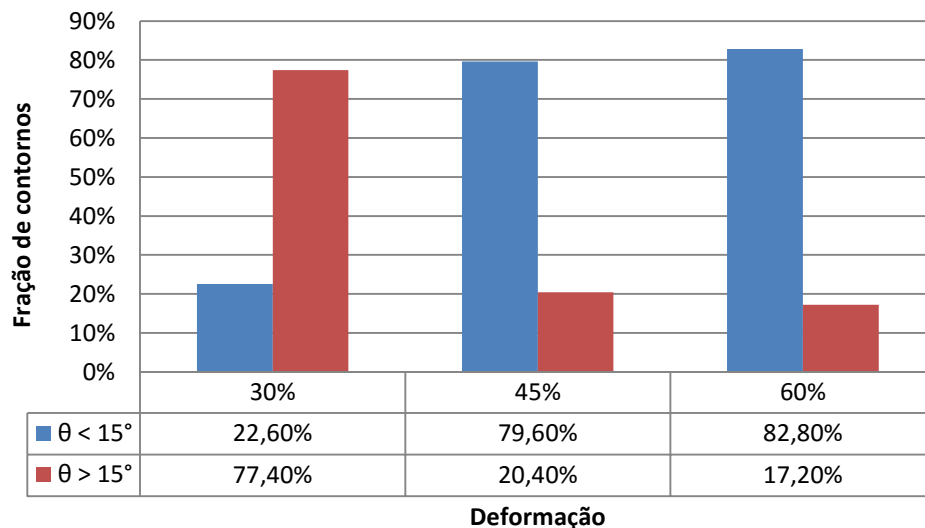


FIG 6.6: Distribuição de contornos de grão em uma mesma amostra com diferentes deformações para a condição C2.

O gráfico apresentado na FIG 6.6 com a distribuição dos contornos de grão mostra que a Condição C2 exhibe a mesma tendência de fragmentação das amostras da Condição C1, ocorre aumento do percentual de contornos de baixo ângulo com o aumento da deformação. Porém,

se compararmos essas deformações com valores próximos da Condição C1, a fração de contornos de baixo ângulo se apresenta bem maior.

Tal comportamento pode ser justificado devido a disparidade na escolha do volume de grãos analisados em cada uma das condições. Na primeira condição, a escolha foi realizada de forma aleatória, afinal, cada amostra apresentava uma população de grãos diferente; já a segunda condição, teve uma mesma população assistida. Em razão disso, a confrontação dos resultados entre as condições não pode ser realizada de forma direta.

6.4 TAMANHO DE GRÃOS

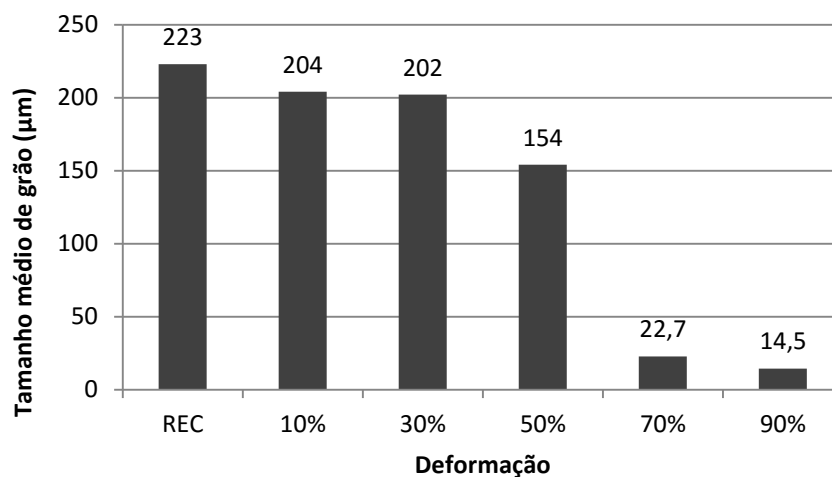


FIG 6.7: Medidas de tamanho médio de grão em amostras com diferentes deformações para a condição C1.

Na FIG 6.7 são apresentadas as medidas de tamanho de grão para a Condição C1. Estes valores foram obtidos por meio de uma das ferramentas do programa, que calcula o valor médio do diâmetro dos grãos a partir da área de contornos, incluindo os contornos de subgrãos. Uma vez que foi determinado na interface do programa, que um grão seria formado por no mínimo 5 “pixels”, uma área preenchida por 5 “pixels” pode ser considerado um novo grão.

Como previsto, o tamanho médio de grão diminuiu com o aumento da deformação. O tamanho médio dos grãos até 30% de deformação diminuiu de forma moderada, em 50% a diminuição é mais severa, porém a 70% o valor diminuiu bruscamente atingindo um valor médio de 14,5 µm em 90% de deformação. A deformação de 50% que dá início a uma

diminuição mais severa do tamanho de grão corresponde à deformação onde se iniciou efetivamente o processo de fragmentação, evidenciado nos resultados apresentados por Silva *et al* (2006a).

6.5 AVALIAÇÃO DAS ROTAÇÕES POR ÂNGULOS DE EULER

Como dito anteriormente, o espaço tridimensional, conhecido como Espaço de Euler, pode ser definido por três ângulos, denominados Ângulos de Euler. Estes ângulos constituem três rotações consecutivas que visam coincidir os eixos da estrutura cristalina do grão com os eixos da amostra. Dois principais sistemas de notação para os ângulos de Euler, um proposto por Bunge e outro proposto por Roe. No presente trabalho, optou-se por utilizar a notação de Bunge descrita por φ_1 (ϕ_1), Φ (ϕ) e φ_2 (ϕ_2).

6.5.1 CONDIÇÃO C1

Para o levantamento dos dados, foram realizadas medidas através do posicionamento do cursor do mouse em quatro regiões diferentes de um grão central qualquer mostrado num mapa Figura de Polo Inversa (IPF). Os ângulos de Euler são mostrados juntamente com os Índices de Miller correspondentes, para facilitar a interpretação dos dados. As regiões medidas são indicadas abaixo na FIG 6.8.

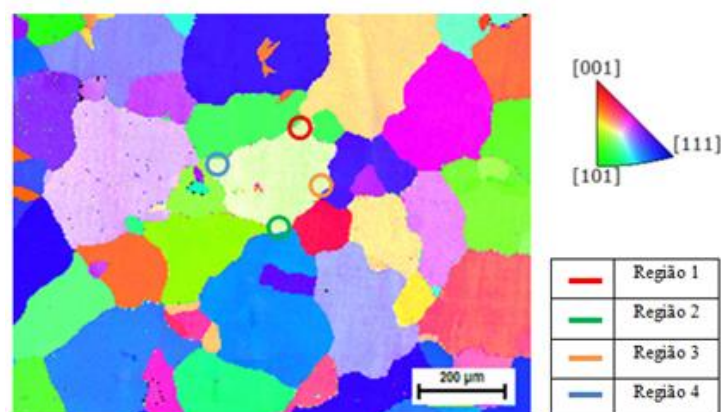


FIG 6.8: Representação esquemática das regiões de coleta de dados num Mapa de EBSD/OIM *Figura de Polo Inversa* para uma amostra recozida a 900° C por 30 min.

O procedimento de coleta de dados foi mantido para as demais deformações da Condição C1. Os valores obtidos convertidos para Índices de Miller são expostos na TAB 6.1.

TAB 6.1: Índices de Miller referentes as mesmas posições de um um grão central qualquer de cada amostra da Condição C1

Deformação	Região	Ângulos de Euler			Índices de Miller {hkl} <uvw>
		ϕ_1	ϕ	ϕ_2	
RECOZIDA	1	238	34	139	{1 -1 2} <5 -1 -3>
	2	239	34	138	{1 -1 2} <5 -1 -3>
	3	239	34	137	{1 -1 2} <5 -1 -3>
	4	239	34	137	{1 -1 2} <5 -1 -3>
10%	1	40	26	313	{-1 1 3} <6 1 2>
	2	39	25	315	{-1 1 3} <7 1 2>
	3	37	22	319	{-1 1 4} <9 1 2>
	4	39	24	315	{-1 1 3} <7 1 2>
30%	1	190	45	17	{1 3 3} <-7 3 -1>
	2	223	42	149	{1 -2 2} <15 -1 8>
	3	209	45	157	{1 -2 3} <36 1 -13>
	4	198	41	165	{1 -4 4} <47 1 -10>
50%	1	233	35	145	{1 -1 2} <5 -1 -2>
	2	122	51	239	{-2 -1 2} <4 -1 -4>
	3	265	44	123	{2 -1 2} <2 -1 -2>
	4	257	35	129	{1 -1 2} <2 -1 -2>
70%	1	286	5	109	{3 -1 35} <10 -7 -1>
	2	340	15	39	{1 1 6} <11 -4 -1>
	3	86	20	296	{-2 1 6} <3 -1 1>
	4	263	26	126	{1 -1 3} <2 -1 -1>
90%	1	113	29	214	{-1 -1 3} <2 1 1>
	2	267	5	135	{1 -1 16} <9 -8 -1>
	3	138	53	231	{-1 -1 1} <2 -1 2>
	4	299	21	56	{1 1 5} <17 1 -6>

Realizando uma análise dos índices de Miller obtidos, pode-se verificar que a rotação das regiões entre si ocorre de forma diferente para cada deformação. Os valores das regiões se modificam com o aumento da deformação, sendo que para a amostra inicial foram identificados os mesmos índices de Miller e uma diferença mínima entre os ângulos de Euler para as quatro regiões indicando uma homogeneidade no interior do mesmo grão, o que é

esperado para uma amostra sem deformação. Na amostra com 10% de deformação as quatro regiões possuem uma diferença maior em sua orientação, porém continuam com orientações próximas entre si. A partir de 30% as orientações das regiões dentro de um mesmo grão sofrem rotações diferentes gerando índices de Miller cada vez mais distantes. Estes resultados comprovam que a subdivisão varia significativamente de região para região dentro de um mesmo grão.

Para uma análise mais detalhada, realizou-se um levantamento dos menores ângulos entre as orientações para cada deformação, mostrado na FIG 6.9.

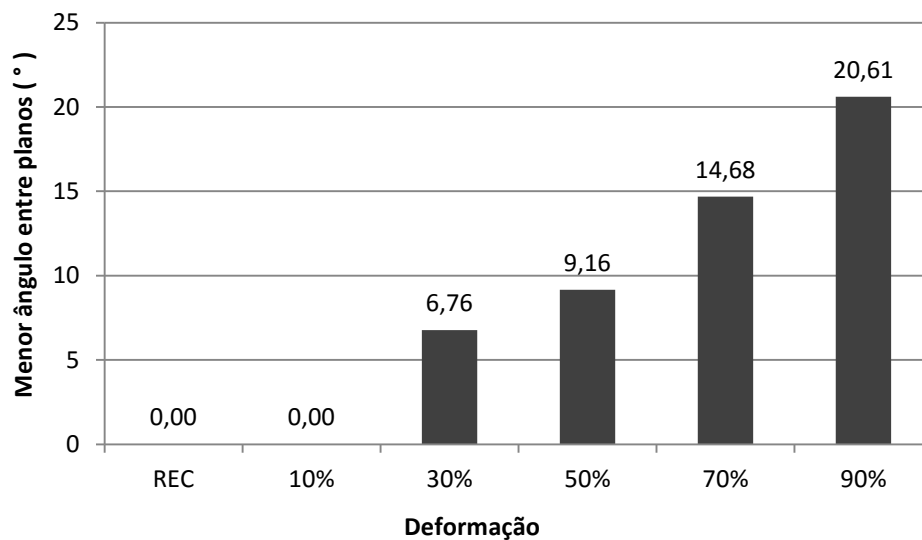


FIG 6.9: Menor ângulo entre planos em amostras com diferentes deformações para a condição C1.

Como explicado anteriormente, para cada uma das regiões foram medidos os ângulos de Euler (φ_1 , Φ e φ_2) e os mesmos foram convertidos para índices Miller ($\{hkl\} \langle uvw \rangle$). A partir dessa conversão, os planos $\{hkl\}$ obtidos para as quatro regiões de cada grão central qualquer, foram organizados e calculou-se o ângulo entre dois planos para todas as possibilidades possíveis. Notou-se a partir desse levantamento, que o menor ângulo entre dois desses planos, para cada deformação, aumentou simultaneamente com o acréscimo da deformação.

Essa avaliação reproduziu o mesmo comportamento das análises de dados anteriores que evidenciaram uma alteração a partir de 30% de deformação. O fundamento desse comportamento se dá pela distorção que o reticulado cristalino sofre durante a deformação modificando o ângulo entre os planos, por isso esse resultado salienta ainda mais que o processo de fragmentação ocorre de forma mais efetiva a partir de 30% de deformação.

6.5.2 CONDIÇÃO C2

As medidas dos ângulos de Euler e a conversão dos índices de Miller para essa condição foram realizadas através do mesmo procedimento aplicado a condição C1. Porém, por se tratar de análise de mesma área, o procedimento foi aplicado aos mesmos grãos, como demonstrado na FIG 6.10 e nas TAB 6.2 e TAB 6.3.

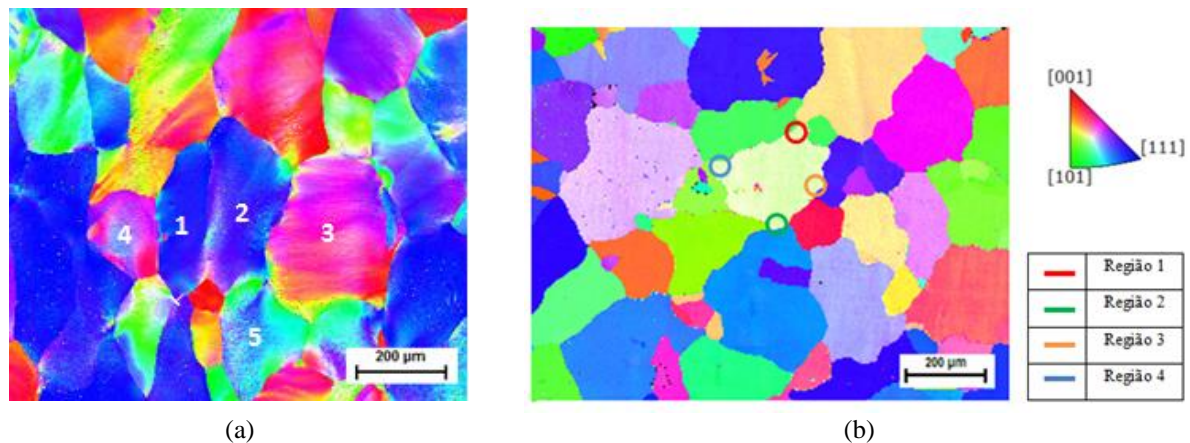


FIG 6.10: (a) Mapa de EBSD/OIM Figura de polo inversa para uma amostra deformada em 30% com os grãos medidos destacados; (b) Representação esquemática das regiões de coleta de dados num Mapa de EBSD/OIM Figura de Polo Inversa para uma amostra recozida a 900° C por 30 min.

TAB 6.2: Ângulos de Euler referentes aos grãos da amostra da Condição C2.

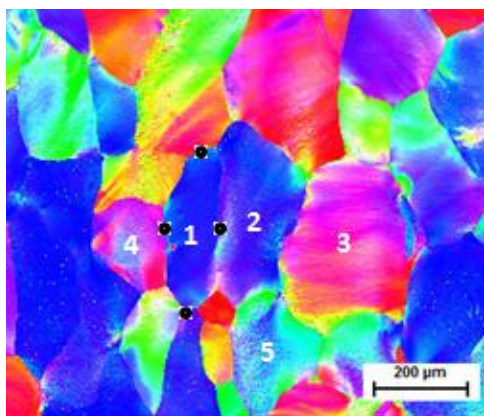
Deformação	Região	Ângulos de Euler (φ_1 , Φ e φ_2)														
		G1			G2			G3			G4			G5		
		φ_1	Φ	φ_2	φ_1	Φ	φ_2	φ_1	Φ	φ_2	φ_1	Φ	φ_2	φ_1	Φ	φ_2
30%	1	317	47	62	228	55	141	266	27	67	39	31	319	340	40	355
	2	76	43	314	112	33	216	234	25	103	44	21	317	317	42	42
	3	325	56	54	124	47	225	277	32	44	36	36	323	331	44	13
	4	312	52	63	113	44	227	272	27	51	44	27	303	316	38	32
45%	1	223	21	125	242	45	134	278	26	52	33	42	315	153	37	315
	2	73	42	315	104	30	222	216	42	123	61	17	300	199	28	123
	3	233	32	103	106	40	233	273	31	43	51	44	319	25	41	338
	4	320	47	55	111	48	238	320	21	14	66	12	257	308	35	41
60%	1	242	34	112	106	41	234	269	28	59	277	10	48	142	20	301
	2	95	43	309	105	28	216	306	46	339	45	4	321	199	46	151
	3	93	42	305	253	39	94	305	37	87	33	36	315	201	7	122
	4	328	51	52	114	29	225	271	41	54	40	44	323	331	14	48

TAB 6.3: Índices de Miller referentes aos grãos da amostra da Condição C2.

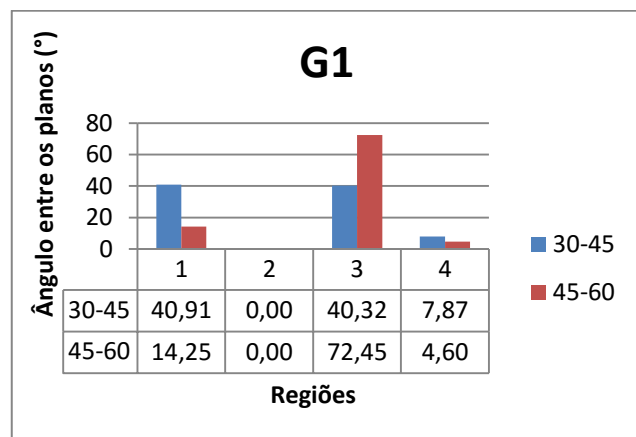
Deformação	Região	Índices de Miller {hkl} <uvw>				
		G1	G2	G3	G4	G5
30%	1	{2 1 2} <2 -1 -1>	{1 -1 1} <9 1 -7>	{2 1 5} <2 1 -1>	{2 1 4} <9 1 3>	{-1 11 14} <4 2 -1>
	2	{-1 1 2} <2 -1 2>	{-1 -1 3} <2 1 1>	{4 -1 10} <2 1 -1>	{-1 3 3} <59 1 15>	{1 1 2} <8 -1 -4>
	3	{1 1 1} <2 -1 -1>	{-1 -1 1} <181 1 138>	{1 1 2} <1 1 -1>	{19 1 25} <9 1 3>	{1 4 5} <7 1 -2>
	4	{2 1 2} <2 -1 -2>	{-1 -1 2} <5 1 4>	{1 1 3} <2 1 -1>	{1 1 2} <3 1 1>	{1 2 2} <11 1 -5>
45%	1	{-1 -1 5} <4 1 -1>	{1 -1 1} <8 -1 -7>	{1 1 3} <2 1 -1>	{-1 1 2} <3 1 1>	{-1 1 2} <-1 -3 1>
	2	{-1 1 2} <2 -1 2>	{-1 -1 3} <2 1 1>	{2 -1 2} <2 1 -1>	{-2 1 7} <584 1 154>	{2 -1 3} <5 4 -1>
	3	{4 -1 7} <2 1 -1>	{-1 -1 2} <3 1 3>	{1 1 2} <1 1 -1>	{-1 1 2} <93 -1 60>	{-1 2 3} <22 1 6>
	4	{1 1 2} <2 -1 -1>	{-2 -1 2} <27 1 26>	{1 4 11} <4 2 -1>	{-4 -1 21} <4 3 1>	{1 1 2} <11 1 -5>
60%	1	{2 -1 4} <5 1 -3>	{-1 -1 2} <4 1 3>	{2 1 4} <2 1 -1>	{1 1 8} <5 3 -1>	{-2 1 5} <-1 -11 2>
	2	{-1 1 2} <-1 -1 1>	{-1 -1 3} <2 1 1>	{-1 3 3} <-1 2 -2>	{-1 1 23} <20 -2 1>	{1 -2 2} <4 1 -1>
	3	{-1 1 2} <-1 -1 1>	{14 -1 18} <3 1 -3>	{19 1 25} <-1 -1 -1>	{-1 1 2} <3 1 1>	{2 -1 15} <18 14 -1>
	4	{1 1 1} <2 -1 -1>	{-1 -1 3} <3 1 2>	{1 1 2} <-1 1 -2>	{-1 1 2} <10 1 5>	{1 1 6} <8 -3 -1>

Analisando os ângulos de Euler obtidos, nota-se que o processo de rotação, que leva a subdivisão, é desenvolvido por cada grão de maneira diferente evidenciando heterogeneidade na deformação já relatada por Lins *et al* (2002) para materiais com grãos grosseiros. Na condição C2 torna difícil estabelecer uma relação a partir somente desses dados.

Nas FIG 6.11 a FIG 6.15 são apresentadas as regiões medidas de cada grão acompanhadas do gráfico que apresenta o ângulo de rotação entre os planos verificados para os estágios de deformação 30 a 45% e 45 a 60%.

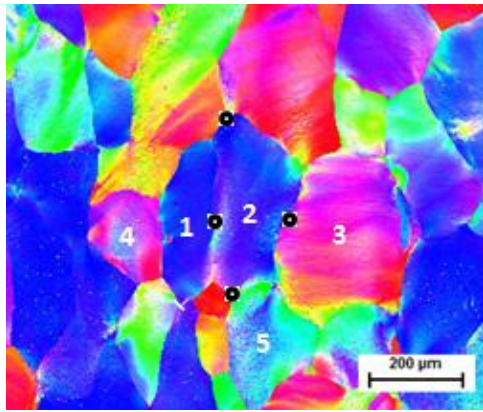


(a)

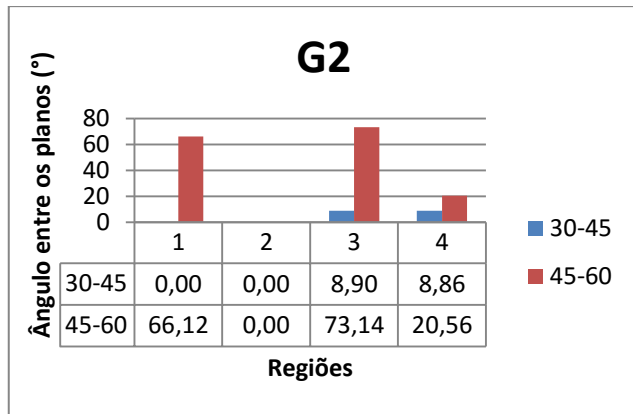


(b)

FIG 6.11: Mapa de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra deformada em 30% com as regiões de medidas indicadas para o GRÃO 1, (b) Ângulo de rotação entre os planos para os intervalos de deformação para GRÃO 1.

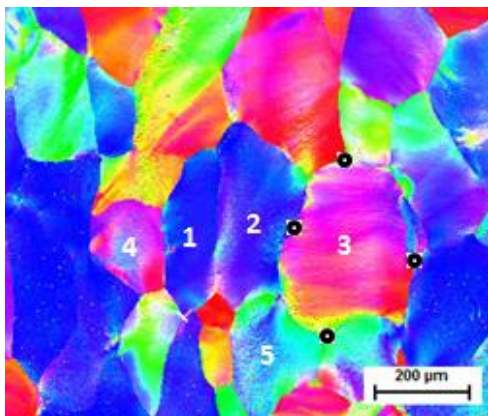


(a)

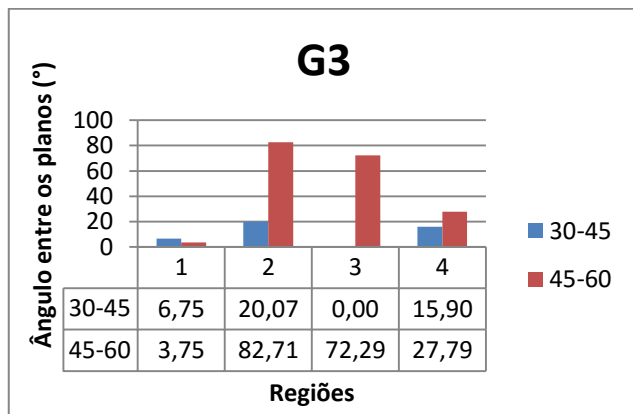


(b)

FIG 6.12: Mapa de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra deformada em 30% com as regiões de medidas indicadas para o GRÃO 2, (b) Ângulo de rotação entre os planos para os intervalos de deformação para GRÃO 2.

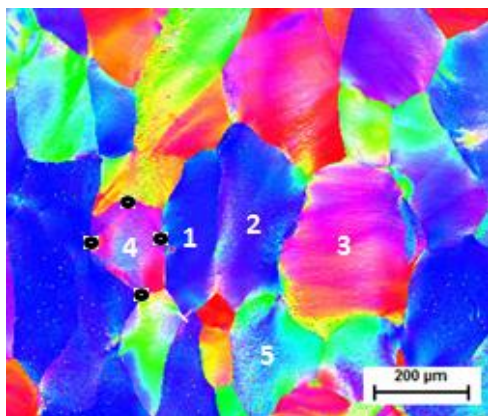


(a)

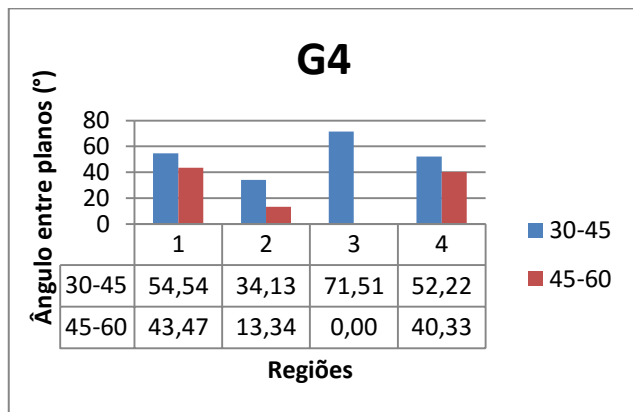


(b)

FIG 6.13: Mapa de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra deformada em 30% com as regiões de medidas indicadas para o GRÃO 3, (b) Ângulo de rotação entre os planos para os intervalos de deformação para GRÃO 3.

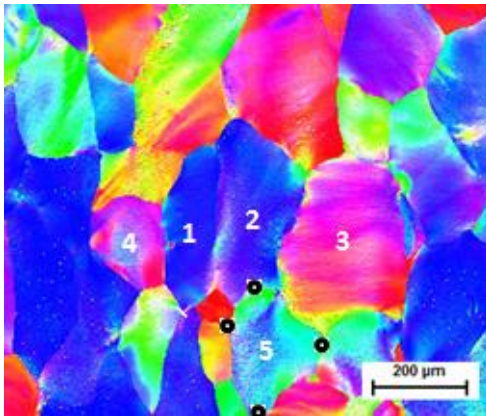


(a)

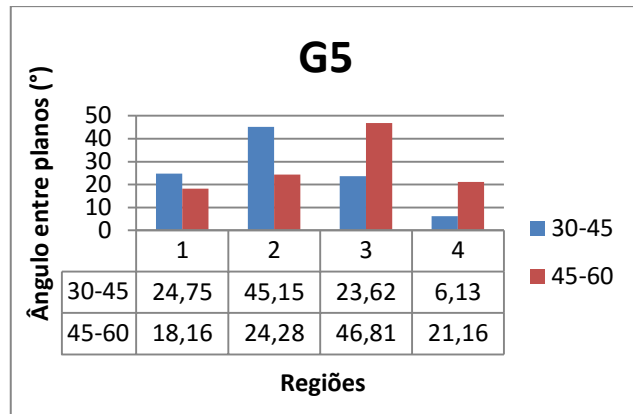


(b)

FIG 6.14: Mapa de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra deformada em 30% com as regiões de medidas indicadas para o GRÃO 4, (b) Ângulo de rotação entre os planos para os intervalos de deformação para GRÃO 4.



(a)



(b)

FIG 6.15: Mapa de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra deformada em 30% com as regiões de medidas indicadas para o GRÃO 5, (b) Ângulo de rotação entre os planos para os intervalos de deformação para GRÃO 5.

Analisando esses resultados, é possível realizar as seguintes observações:

- Para o GRÃO 1: As regiões 1 e 4 apresentaram uma rotação maior para o primeiro estágio de deformação (30-45%), ao contrário da região 3 que rotacionou mais no segundo estágio (45-60%). Ainda na região 4, pode-se observar que a rotação nos dois estágios foi insignificante, podendo ser considerado que praticamente não houve rotação assim como na região 2.
- Para o GRÃO 2: As regiões 1, 3 e 4 apresentaram uma rotação maior para o segundo estágio de deformação (45-60%) e rotações insignificantes no primeiro estágio (30-45%). Na região 2 não foi verificada nenhuma rotação nos dois estágios;
 - Para o GRÃO 3: As regiões 2, 3 e 4 apresentaram uma rotação maior para o segundo estágio de deformação (45-60%), ao contrário da região 1 que rotacionou mais no primeiro estágio (30-45%), porém de forma insignificante nos dois estágios. Além disso, a região 2 não rotacionou no primeiro estágio;
 - Para o GRÃO 4: Todas as regiões apresentaram uma rotação maior para o primeiro estágio de deformação (30-45%). A região 3 não rotacionou no segundo estágio;
 - Para o GRÃO 5: As regiões 1 e 2 apresentaram uma rotação maior para o primeiro estágio de deformação (30-45%), ao contrário das regiões 3 e 4 que rotacionaram mais no segundo estágio (45-60%). Além disso, a região 4 sofreu rotação de forma insignificante no primeiro estágio.

A partir dessas observações, foi possível propor explicações plausíveis para a ocorrência do fenômeno de rotação dos grãos ocorridos durante a deformação.

Falleiros e Campos (2001) afirmaram que subgrãos submetidos à deformação a frio podem manter a mesma orientação ou aumentar o ângulo entre si, gerando novos contornos de grão. A fronteira entre uma região rotacionada e uma não rotacionada é um contorno de alto ângulo, isto é, geralmente a fronteira entre regiões que têm mais de 10° de diferença de orientação. Portanto, as regiões que apresentaram rotações abaixo de 10° , podem ser consideradas “imóveis”, provavelmente para que regiões vizinhas rotacionem com liberdade. Em todos os grãos observados nessa condição, as regiões “imóveis” se apresentaram vizinhas de regiões com maior número de contornos, dificultando a rotação dessa área. Lins *et al* (2002) atribui este comportamento, às restrições impostas pela maior ou menor proximidade do contorno de grão. A deformação plástica ocorre por meio da movimentação de discordâncias. Possivelmente as discordâncias se encontram mais concentradas próximo aos contornos interagindo entre si e com os contornos, diminuindo a mobilidade, sendo necessária a aplicação de uma tensão maior para dar continuidade ao processo de deformação. Tal fato também pode ser atribuído às regiões que apresentaram uma rotação relevante ou maior somente no segundo estágio de deformação, pois as mesmas encontram-se próximas a regiões com maior número de contornos ou influenciadas pela interação com precipitados que se encontram normalmente em maior número no interior de grãos grosseiros. Em regiões onde a rotação do primeiro estágio foi bem maior que as ocorridas nas demais regiões, acredita-se que a presença de um único grão vizinho motivou uma maior distorção da rede, mesmo que a partir de um pequeno incremento de tensão.

A fim de entender melhor a influência da vizinhança na rotação do grão, confrontou-se a rotação medida de regiões que foram coincidentes entre dois grãos. Essas vizinhanças foram destacadas como mostrado na FIG 6.16.

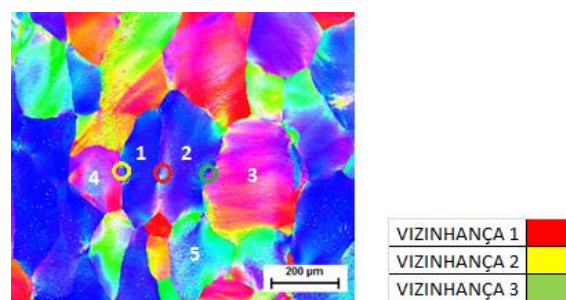


FIG 6.16: Representação das vizinhanças analisadas na condição C2.

Os dados das duas regiões vizinhas destacadas na FIG 6.16 foram agrupados e expostos nos gráficos da FIG 6.17.

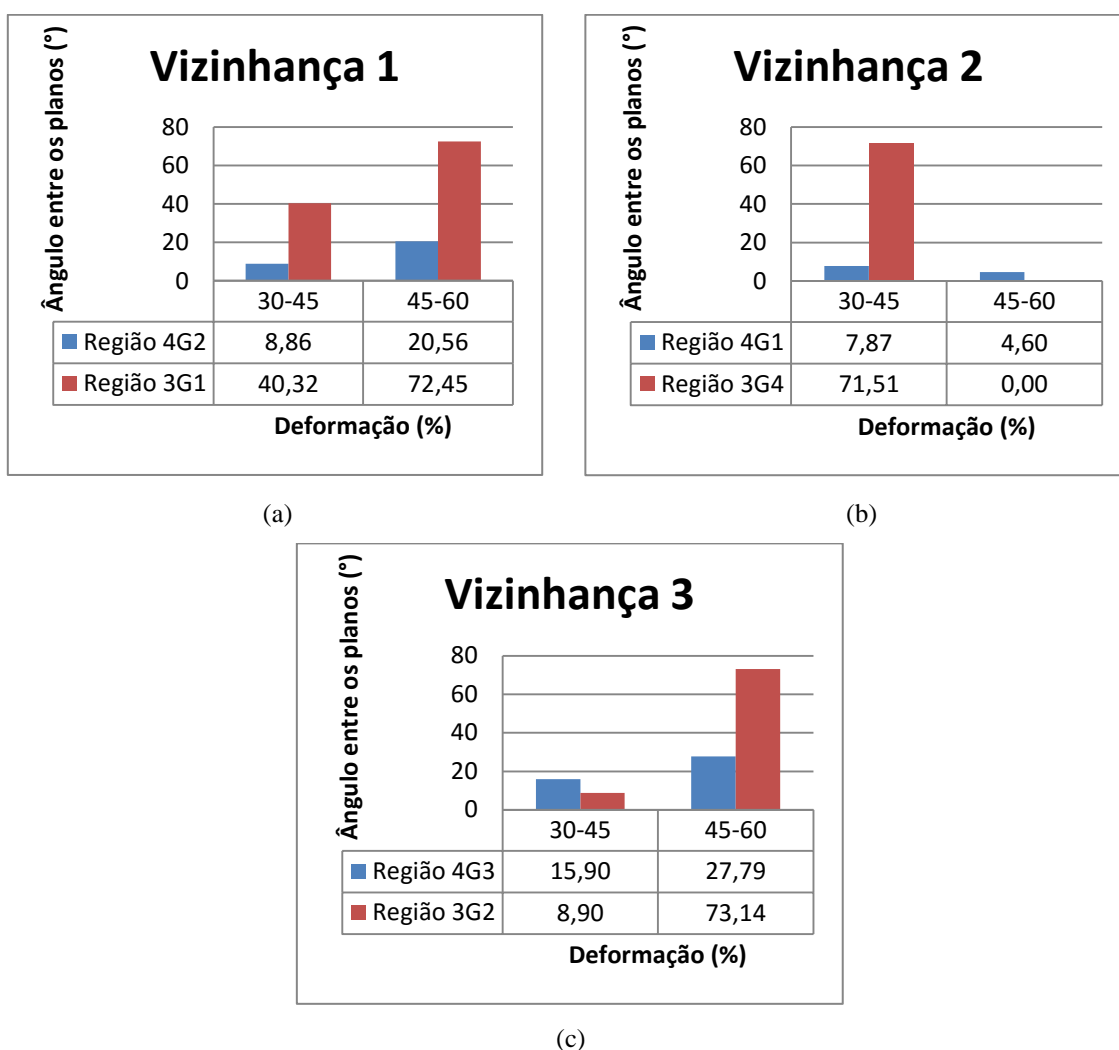


FIG 6.17: Relação entre as regiões vizinhas medidas para: (a) Vizinha 1; (b) Vizinha 2; (c) Vizinha 3.

Como exposto anteriormente, as regiões que apresentaram rotações baixas ($<10^\circ$) ou são consideradas “imóveis”, provavelmente encontram-se nessa situação para que regiões vizinhas rotacionem com mais liberdade. Como, por exemplo, no caso da vizinha 1 que apresentou entre 30 e 45% de deformação uma região com rotação menor que 10° e a região vizinha a ela apresentou rotação de $40,32^\circ$.

É possível constatar que as regiões vizinhas demonstraram comportamento oposto em relação às rotações, quando uma região rotaciona, a vizinha permanece “imóvel” ou rotaciona menos, obtendo assim mais uma evidência que fundamenta esse comportamento.

6.6 PERFIL DE DIFERENÇA DE ORIENTAÇÃO

Perfil de desorientação ou perfil de diferença de orientação mostra a diferença de orientação ao longo de uma linha teste traçada. Esse perfil mostra as alterações de orientação em graus em consequência à rotação da estrutura induzida por deformação plástica. A diferença de orientação pode ser analisada de duas formas: ponto-a-ponto e ponto-a-origem. Os perfis apresentados neste trabalho exibem a forma ponto a ponto para as duas condições.

6.6.1 CONDIÇÃO C1

Utilizando-se o esquema, mostrado na FIG 6.18, foram escolhidos aleatoriamente 10 grãos em cada um dos mapas para cada deformação.

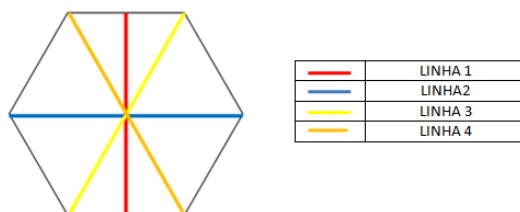


FIG 6.18: Esquema utilizado para traçado das linhas teste para Condição C1.

Em cada um dos grãos foram traçadas 5 linhas que possibilitaram a produção de gráficos com a desorientação. Nas FIG 6.19, FIG 6.20, FIG 6.21, FIG 6.22, FIG 6.23 e FIG 6.24 são apresentados os gráficos representativos, selecionados a partir de um cálculo da média desorientação para cada deformação, apresentados na TAB 6.4.

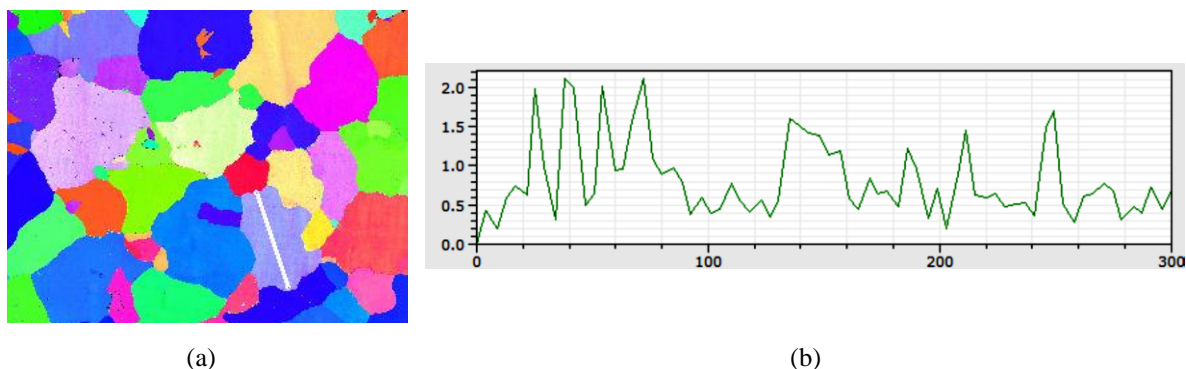
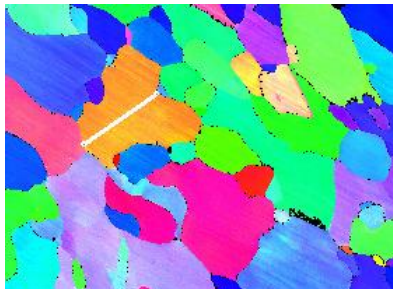


FIG 6.19: (a) Mapas de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra recozida a 900°C por 30 min; (b) Perfil de Desorientação (°) x Distância (μm) para a linha teste mostrada em (a)



(a)

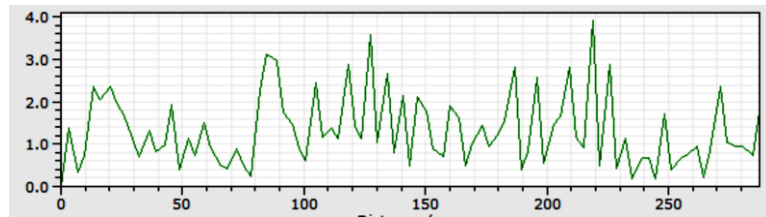


(b)

FIG 6.20: (a) Mapas de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra deformada em 10%; (b) Perfil de Desorientação ($^{\circ}$) \times Distância (μm) para a linha teste mostrada em (a).

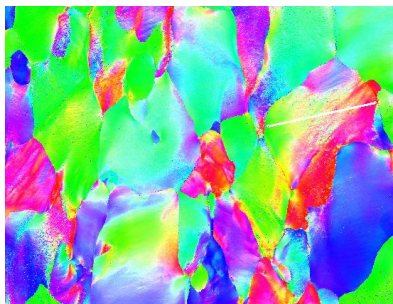


(a)

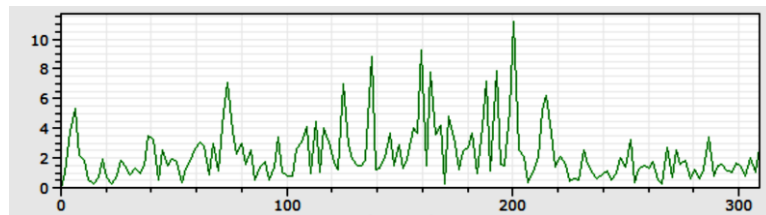


(b)

FIG 6.21: (a) Mapas de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra deformada em 30%; (b) Perfil de Desorientação ($^{\circ}$) \times Distância (μm) para a linha teste mostrada em (a).

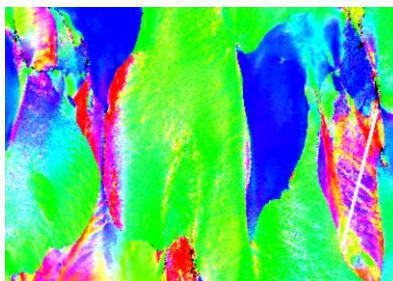


(a)

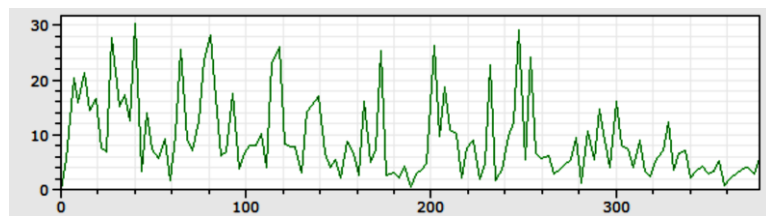


(b)

FIG 6.22: (a) Mapas de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra deformada em 50%; (b) Perfil de Desorientação ($^{\circ}$) \times Distância (μm) para a linha teste mostrada em (a).

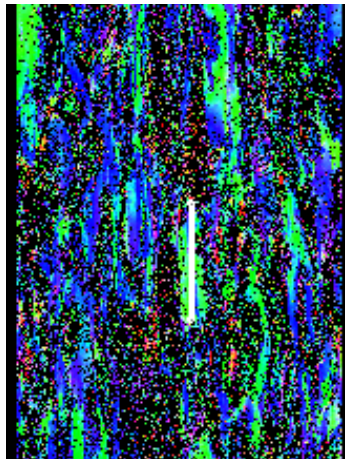


(a)

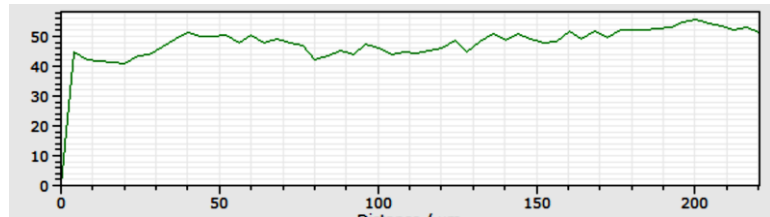


(b)

FIG 6.23: (a) Mapas de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra deformada em 70%; (b) Perfil de Desorientação ($^{\circ}$) \times Distância (μm) para a linha teste mostrada em (a).



(a)



(b)

FIG 6.24: (a) Mapas de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra deformada em 90%; (b) Perfil de Desorientação ($^{\circ}$) \times Distância (μm) para a linha teste mostrada em (a).

TAB 6.4: Desorientação média calculada para as deformações da condição C1.

DEFORMAÇÃO	DESORIENTAÇÃO MÉDIA
Recozida	2°
10%	3°
30%	4°
50%	10°
70%	30°
90%	50°

Conforme mostrado na TAB 6.4 a diferença de orientação no interior de um grão da amostra recozida não excede 3°. As deformações de 10% e 30% não foram suficientes para alterar significativamente esse perfil.

Segundo Kestenbach (2003), basta pouca deformação plástica para a formação de subestruturas celulares. Porém, no início do processo não é possível notar grandes variações de orientações no interior do grão. Isto porque a subestrutura, inicialmente, se forma apenas para diminuir a sua energia armazenada.

Porém, uma deformação de 50% é capaz de aumentar essa diferença de orientação no interior do grão para 10°. Na deformação de 70% a diferença de orientação torna-se mais pronunciada podendo exceder 30° e na deformação 90% a desorientação atinge 60°. De forma geral, o aumento da deformação provoca um aumento da desorientação no interior do grão.

Tal avaliação reproduz os resultados obtidos anteriormente, evidenciando a fragmentação dos grãos.

6.6.2 CONDIÇÃO C2

Para a Condição C2 utilizou-se um esquema de linhas teste semelhante ao utilizado na Condição C1, porém foram escolhidos 5 grãos centrais e em cada um dos grãos foram traçadas 8 linhas, exemplificado na FIG 6.25.

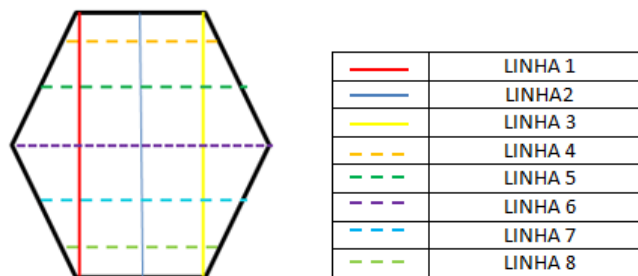


FIG 6.25: Esquema utilizado para traçado das linhas teste para Condição C2.

Nas FIG 6.26, FIG 6.27 e FIG 6.28 são apresentados para o mesmo grão para as três deformações da Condição C2 os gráficos representativos que foram selecionados a partir de um cálculo da média desorientação para cada deformação, apresentados na TAB 6.5.

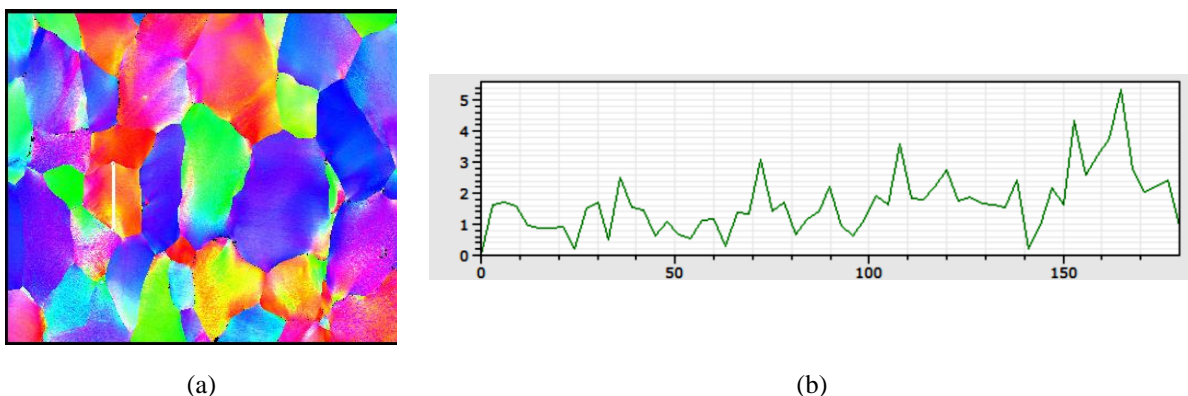


FIG 6.26: Mapas de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra deformada em 30%, (b) Perfil de Desorientação ($^{\circ}$) \times Distância (μm) para a linha teste mostrada em (a).

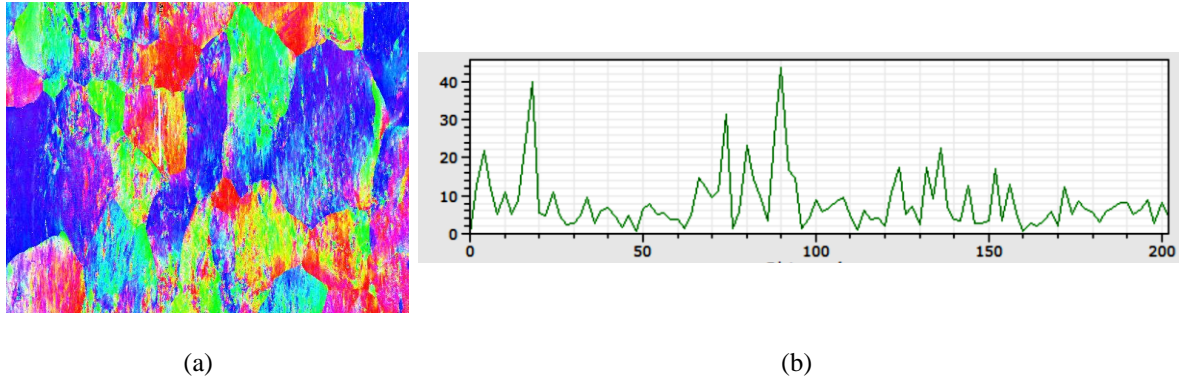


FIG 6.27: Mapas de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra deformada em 45%, (b) Perfil de Desorientação ($^{\circ}$) \times Distância (μm) para a linha teste mostrada em (a).

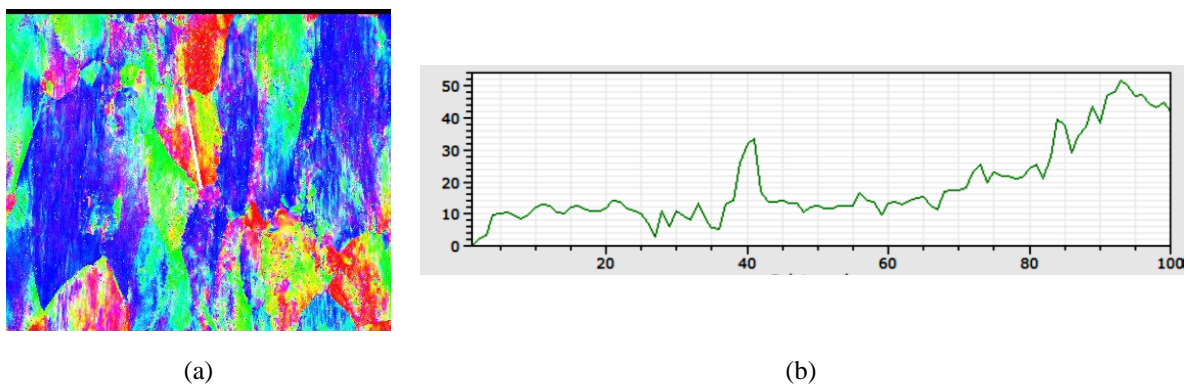


FIG 6.28: Mapas de EBSD/OIM *Figura de polo inversa* para uma amostra deformada em 60%, (b) Perfil de Desorientação ($^{\circ}$) \times Distância (μm) para a linha teste mostrada em (a).

TAB 6.5: Desorientação média calculada para as deformações da condição C2.

DEFORMAÇÃO	DESORIENTAÇÃO MÉDIA
30%	5 $^{\circ}$
45%	40 $^{\circ}$
60%	50 $^{\circ}$

Conforme ilustrado anteriormente na TAB 6.5, a diferença de orientação no interior de um grão da amostra com 30% de deformação da Condição C2 não excede 5 $^{\circ}$. A deformação de 45% foi capaz de aumentar essa diferença de orientação no interior do grão para 40 $^{\circ}$ e na deformação de 60% a desorientação atinge 50 $^{\circ}$. A rotação trata-se de um fenômeno local que ocorre segundo a compatibilidade entre as regiões vizinhas, por isso a comparação de resultados entre as condições é inviável. Porém, apesar disso, foi possível notar que da mesma forma que a condição C1, o aumento da deformação provoca um aumento da desorientação no interior do grão, comprovando assim a ocorrência da fragmentação.

6.7 CONTORNOS CSL E AS RELAÇÕES DE DESORIENTAÇÃO

Retomando a definição de contornos CSL feita na introdução deste trabalho, considera-se que as redes de dois grãos adjacentes estão interpenetradas. Para certos ângulos de rotação ocorre uma coincidência entre pontos das duas redes. Estes são identificados como sítios de coincidência. Os contornos CSL são caracterizados por números inteiros ímpares, Σ , cuja razão $1/\Sigma$ representa a proporção de sítios que são comuns em ambas as redes. Quanto menor o valor de Σ , mais ordenado estará o contorno de grão. Os sítios de coincidência (CSL) estão relacionados aos contornos grão de alto ângulo. Durante a análise de microtextura por EBSD foi realizada uma quantificação de contornos CSL presentes nas amostras da condição C1. Estes resultados podem ser vistos na FIG 6.29.

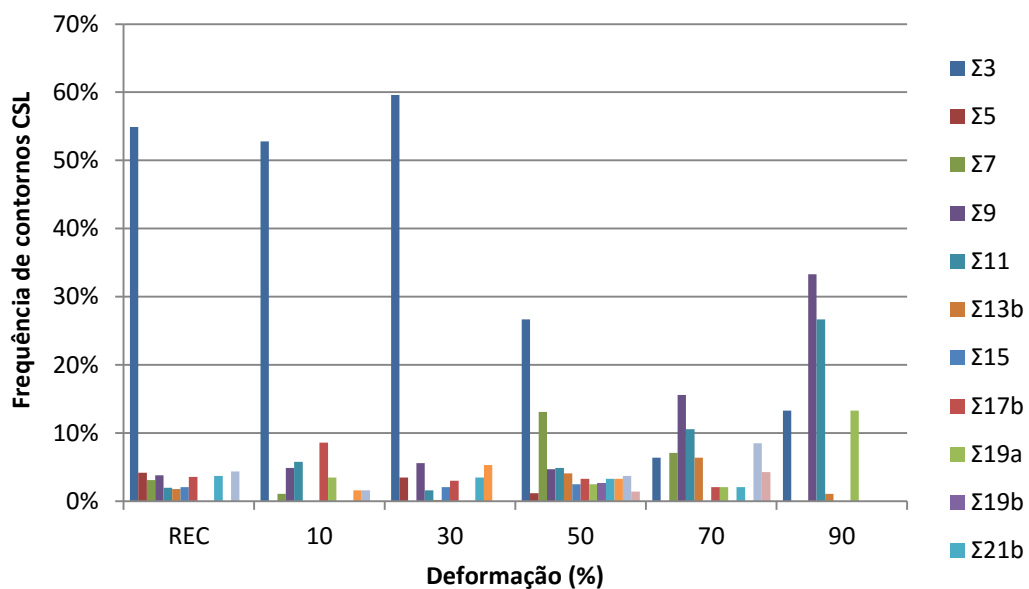


FIG 6.29: Frequência de contornos CSL em amostras da condição C1.

Como as amostras apresentaram uma grande diversidade de contornos CSL, extraíram-se os contornos mais proeminentes para que fosse realizada uma análise mais detalhada, como pode ser observado na FIG 6.30.

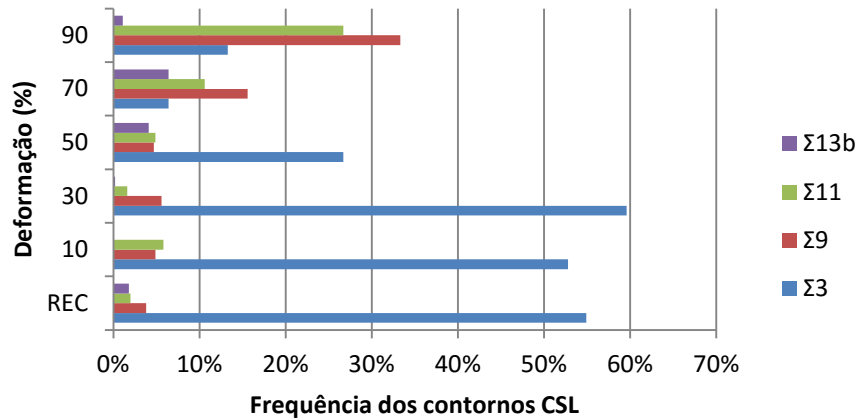


FIG 6.30: Frequência dos principais contornos CSL em amostras da condição C1.

Examinando a frequência dos contornos CSL, é possível realizar as seguintes observações:

- O contorno do tipo $\Sigma 11$ apresentou um aumento de sua frequência da condição recozida para 10% de deformação, mostra uma queda em 30% e aumenta significativamente a partir de 30% de deformação;
- O contorno do tipo $\Sigma 13b$ apresentou instabilidade em sua frequência, mostrando um aumento de sua intensidade de 30 a 70% e uma diminuição em 90% de deformação;
- O contorno do tipo $\Sigma 9$ apresentou crescimento progressivo de sua frequência durante a deformação;
- O contorno do tipo $\Sigma 3$, ao contrário do que foi apresentado por Saha e Ray (2007), apresentou relativo decréscimo de 30 a 70% de deformação e um aumento repentino de sua frequência em 90% de deformação.

Uma questão importante a ser considerada durante a análise de contornos CSL é que os contornos de $\Sigma 3$ e $\Sigma 9$ são associados a maclas de deformação em metais CCC, eles são importantes, pois possuem menor energia e alta mobilidade (RANDLE, 1992).

Os contornos do tipo $\Sigma 3$ por ter baixo consumo de energia e alta mobilidade podem ser associados a contornos de alto ângulo que apresentam mesmo comportamento. Para analisar esse comportamento, foi necessário explorar a natureza da relação entre contornos CSL $\Sigma 3$ e contornos de alto ângulo através das análises estatísticas de correlação e regressão. A correlação quantifica a precisão da relação, sendo que, quanto mais próximo de 1, mais forte é o relacionamento entre as duas variáveis. As relações que, segundo o coeficiente de

correlação, se ajustaram melhor aos pontos coletados exibidos na FIG 6.31, foram polinômios de 3ª ordem que apresentaram coeficientes próximos a 1.

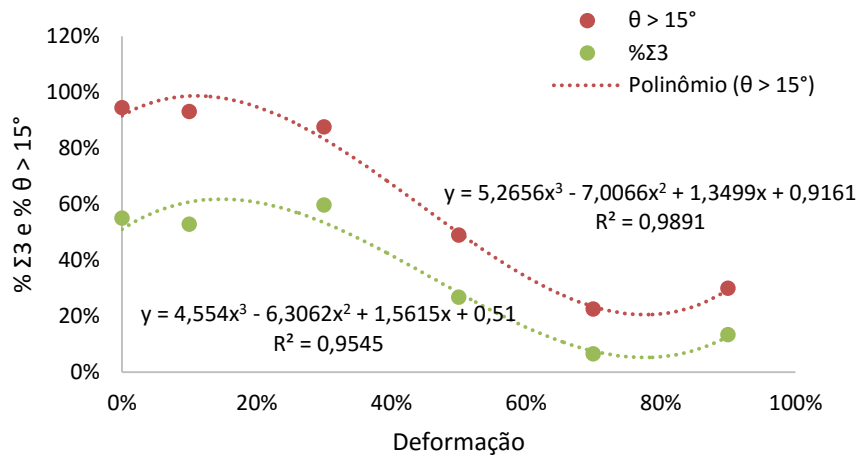


FIG 6.31: Evolução de contornos CSL $\Sigma 3$ e contornos de alto ângulo, comparadas ao aumento do grau de deformação a frio.

Podemos utilizar esse modelo para prever a porcentagem de contornos CSL $\Sigma 3$ e contornos de alto ângulo ($\theta > 15^\circ$) para um dado grau de deformação, realizando interpolação para a determinação de dados intermediários ou a extrapolação para prever relações futuras, devido a obtenção de um bom ajuste.

Para o melhor entendimento da relação, na FIG 6.32 foram demonstradas as análises da correlação e regressão para os dados de contornos CSL $\Sigma 3$ e contornos de alto ângulo ($\theta > 15^\circ$) relacionados entre si.

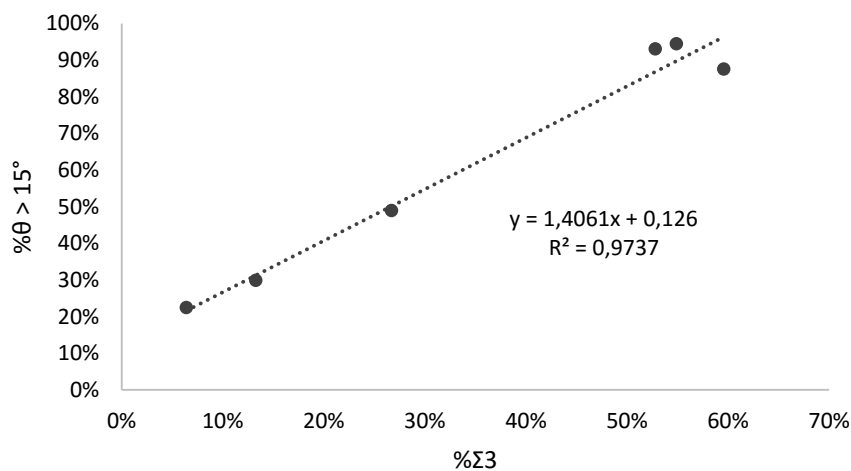


FIG 6.32: Correlação entre contornos CSL $\Sigma 3$ e contornos de alto ângulo.

O modelo que melhor se ajustou aos dados foi o de natureza linear apresentando um valor de correlação linear de 0,9737; considerada muito forte.

Os contornos do tipo $\Sigma 13b$, estão relacionados a $27,8^\circ$ de rotação em torno do eixo $\langle 111 \rangle$. Onde, segundo Saha e Ray (2007), os dois componentes mais importantes da fibra γ são encontrados ($\{111\} \langle 112 \rangle$ e $\{111\} \langle 110 \rangle$), pois os mesmos estão sujeitos a uma rotação de 30° em relação a $\langle 111 \rangle$. O modelo que melhor se ajustou à relação entre contornos do tipo $\Sigma 13b$ e intensidade da fibra γ com o grau de deformação a frio, exibido na FIG 6.33, foi um polinômio de 3ª ordem que coeficiente de correlação próximo de 1.

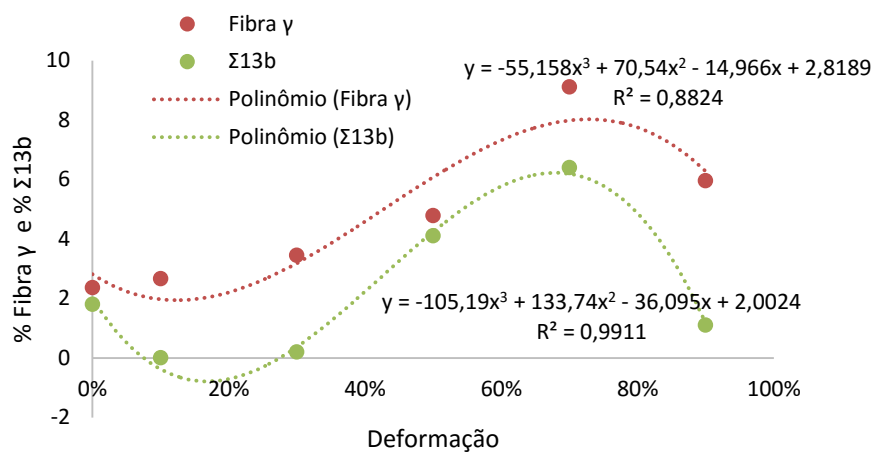


FIG 6.33: Intensidades do contorno CSL $\Sigma 13b$ e da fibra γ , comparadas ao aumento do grau de deformação a frio.

A fim de entender melhor essa relação, os dados obtidos por textura cristalográfica para a fibra γ foram confrontados com a frequência desse tipo de contorno. Inicialmente, como exibido na FIG 6.34, tentou-se ajustar uma reta aos pontos experimentais, porém o coeficiente de correlação obtido ficou em 0,6268; considerado ruim. O ajuste através de um polinômio do terceiro grau produziu uma correlação de 0,774, considerado razoável, porém o ajuste através de outro de quarto grau como mostrado na FIG 6.36 apresentou coeficiente de correlação de 0,9675, ou seja, bem próximo a 1.

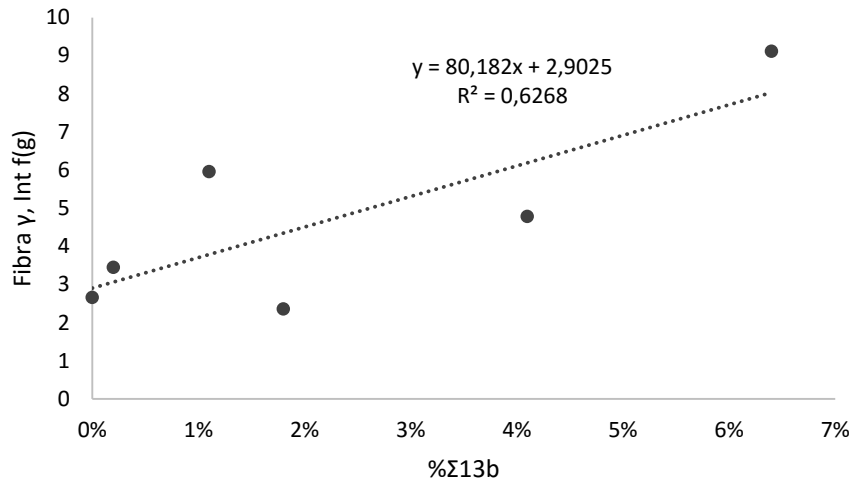


FIG 6.34: Correlação linear entre intensidade da Fibra γ e contornos CSL $\Sigma 13b$.

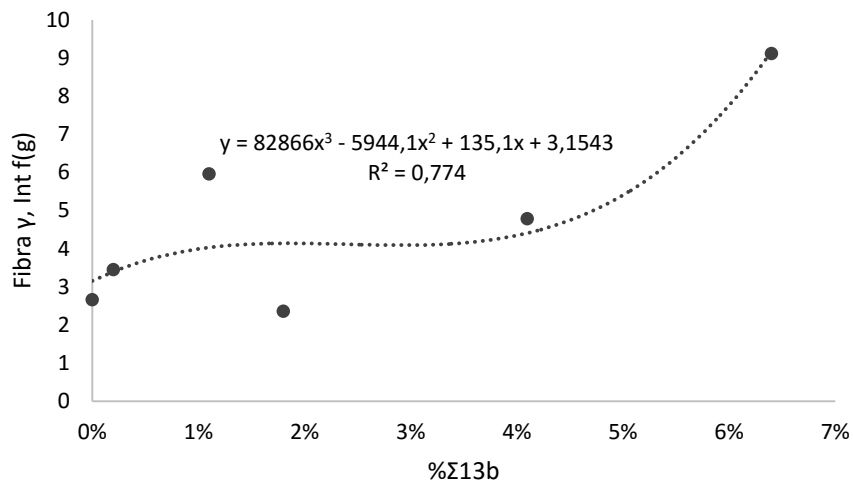


FIG 6.35: Correlação polinomial de 3º grau entre intensidade da Fibra γ e contornos CSL $\Sigma 13b$.

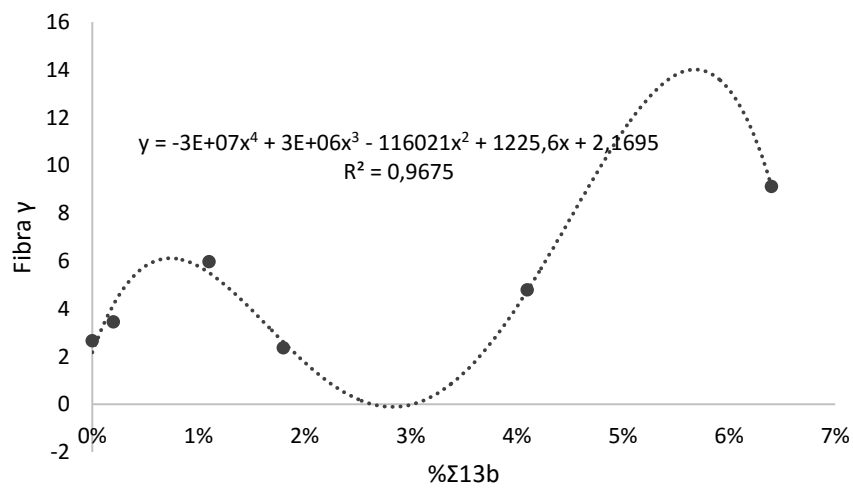


FIG 6.36: Correlação polinomial de 4º grau entre intensidade da Fibra γ e contornos CSL $\Sigma 13b$.

Os contornos do tipo $\Sigma 11$ estão relacionados a $50,7^\circ$ de rotação em torno do eixo $\langle 110 \rangle$. Segundo Park *et al* (1998), a operação desses contornos relacionados a $\{001\} \langle 110 \rangle$ na condição deformada irá contribuir a formação da orientação $\{111\} \langle 112 \rangle$ na condição recristalizada. Em outras palavras, a presença desses contornos na condição deformada é um indício que após a recristalização será possível obtenção da textura ideal para o embutimento deste aço. A comprovação da relação desse tipo de contorno com a fibra α com o grau de deformação pode ser observado na FIG 6.37, onde o modelo que mais se ajustou aos dados coletados foi um polinômio de 3ª ordem.

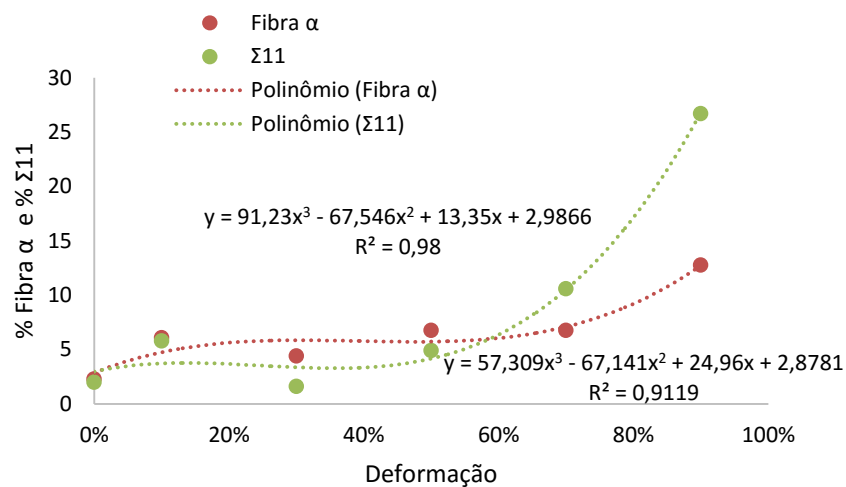


FIG 6.37: Intensidades do contorno CSL $\Sigma 11$ e da fibra α , comparadas ao aumento do grau de deformação a frio.

Na FIG 6.38 ajustou-se uma reta aos pontos experimentais e o coeficiente de correlação obtido ficou em 0,8914; considerada forte.

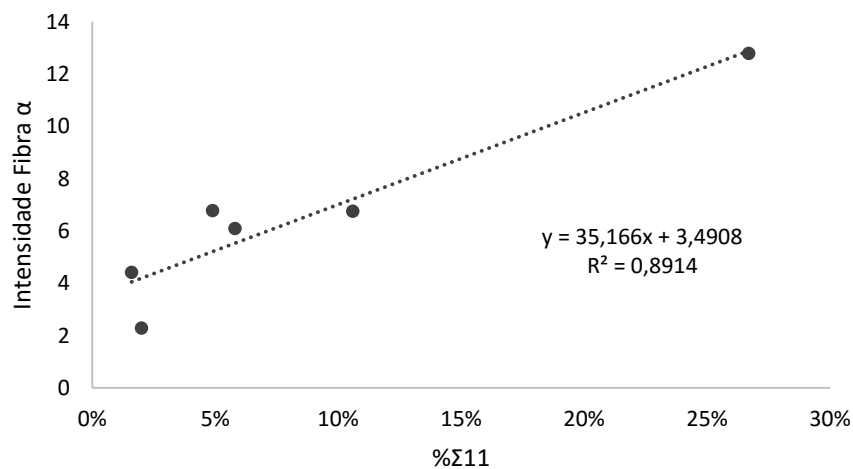


FIG 6.38: Correlação linear entre intensidade da Fibra α e contornos CSL $\Sigma 11$.

7 CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos e discussão realizada, as seguintes conclusões foram destacadas:

- A textura de deformação desse aço é composta basicamente por duas fibras, a fibra α ($\langle 110 \rangle // DL$) e a fibra γ ($\langle 111 \rangle // DN$). Embora exista uma forte predisposição de fortalecimento das duas fibras, a partir de 70% de deformação pode-se verificar que a fibra γ é consumida enquanto a fibra α é ainda mais fortalecida;
- A fragmentação dos grãos foi evidenciada de diversas formas no presente trabalho. Todos os resultados indicam que a fragmentação nesse material é efetivamente iniciada a partir de 30% de deformação;
- A formação de contorno de alto ângulo ($>15^\circ$) a partir de 70% de deformação revelou a transição de contornos de baixo ângulo ($<15^\circ$) para contornos de alto ângulo a partir de rotações no interior dos grãos;
- A partir de medidas do tamanho médio dos grãos analisados, foi verificada que houve redução do tamanho dos mesmos, com o aumento da deformação, o que ocorreu de forma mais brusca a partir de 30% de deformação;
- Observou-se que os grãos não rotacionam uniformemente quando submetidos a deformação e que suas rotações são fortemente influenciados pelas dos grãos vizinhos. As regiões que apresentaram rotações baixas ($<10^\circ$), consideradas “imóveis”, provavelmente, encontram-se nesta situação para que regiões vizinhas rotacionem com maior liberdade;
- Os perfis de diferença de orientação mostraram que a desorientação no interior de um grão qualquer e de um mesmo grão tende a aumentar com o aumento da deformação;
- Foi observada uma forte correlação entre o desenvolvimento de contornos CSL e a textura cristalográfica, sendo os mais proeminentes os tipos $\Sigma 3$, $\Sigma 9$, $\Sigma 13b$ e $\Sigma 11$.

- Foram obtidos modelos para prever a porcentagem de contornos CSL $\Sigma 3$, $\Sigma 13b$, $\Sigma 11$, fibras α e γ e contornos de alto ângulo ($\theta > 15^\circ$) para um dado grau de deformação.

8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se como continuidade deste estudo, a fim de englobar temas não discutidos no presente trabalho, as seguintes pesquisas:

- Associar a medida de ângulos de Euler em regiões distintas com a linha do perfil de diferença de orientação, a fim de se obter dados de desorientação verdadeiramente de ponto a ponto numa região do material;
- Realizar análises de uma mesma população restrita de grãos a partir de intervalos maiores de graus de deformação;
- Verificar a influência da lubrificação dos cilindros de laminação na qualidade superficial das amostras laminadas;
- Experimentar outras rotas de preparação superficial das amostras analisadas por EBSD;
- Realizar estudo para verificar a influência dos resultados obtidos nessa dissertação em amostras posteriormente recristalizadas.
- Realizar estudo semelhante para outros metais (CCC e CFC), em função da comparação com a energia de falha de empilhamento (EFE).

9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BARRETT, C.S. **Structure of Metals**. First Edition. McGraw-Hill, N. Y., 1952. 567 p.
- BAY, B.; HANSEN, N. **Inicial stages of recrystallization in aluminium of commercial purity**. Metallurgical Transactions A, v. 10, n. 3, p 279-288, 1979.
- BAY, B.; HANSEN, N; HUGUES, D.A, KUHLMANN-WILSDORF, D. **Evolution of fcc. Deformation. Structures in Polyslip**, Acta Metall. Mater, vol 40, p. 205–219, 1992.
- BISHOP, J.F.; HILL, R. **A theoretical derivation of the plastic properties of a polycrystalline face centered metal**. Philosophical Magazine, vol 42, p. 414-427, 1951a.
- BISHOP, J.F.; HILL, R. **A theory of the plastic distortion of a polycrystalline aggregate under combined stresses**. Philosophical Magazine, vol 42, p. 1298-1307, 1951b.
- BOXEL ,S. V.; SEEFELDT, M., VERLINDEN, B.; HOUTTE, P. V. **Visualization of grain subdivision by analysing the misorientations within a grain using electron backscatter diffraction**. Journal of Microscopy, Vol. 218, p. 104–114. 2005
- BRUKER NANO GmbH. **QUANTAX CrystAlign**. User Manual. 1.ed. Berlin, Germany. 121p, 2012.
- BUNGE, H. J. **Mathematical methods of texture analysis**. Berlin: Akademie Verlag, 1969.
- BUNGE, H. J. **Mathematische Methoden der Texturanalyse**. Akademie Verlag, Berlin 1969.
- BUNGE, H. J. **Texture analysis in materialia science mathematical methods**. 1ed. Butterworths, 1982.
- BUNGE, H. J. **Zur Darstellung von Fasertexturen in reziproker Polfigur**. Z. Metallkde, vol 51, p. 535-536, 1959.
- BUNGE, H.J. **Zur Darstellung allgemeiner Texturen**. Z. Metallkd, 56, pag. 872-874, 1965.
- CAMPOS, M. F. de; LANDGRAF, F. J. G.; TAKANOHASHI, R; CHAGAS, F. C.; FALLEIROS, I. G. S.; FRONZAGLIA, G. C.; KAHN, H. **Effect of the hot band grain size and intermediate annealing on the deformation and recrystallization textures in low silicon electrical steels**. ISIJ International, v. 44, p. 591-597, 2004.
- CARDOSO, R. F de A. **Influência do tamanho de grão e das adições de Al e Mn nas propriedades magnéticas dos aços elétricos de grão não-orientado com 3%Si**. Dissertação de Mestrado em Ciência dos Materiais. Instituto Militar de Engenharia (IME). Rio de Janeiro, RJ. 2005.

- CULLITY, B. D. **Elements of x-ray diffraction**, Addison – Wesley, 2ª edição, EUA, 1978.
- ENGLER, O; RANDLE, V. **Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping**. 2 Ed. Boca Raton, FL, 2010. 374p.
- ELOOT, K.; OKUDA, K.; SAKATA, K.; OBARA, T. **Texture Evolution during Cold Rolling and Recrystallization of IF steel with a Strong {111} Hot Band Texture**. ISIJ International, Vol. 38, No. 6, pp. 602-609, 1998.
- FALLEIROS, I. G. S.; CAMPOS, M. F.de **Nucleação da recristalização**. Workshop sobre textura e relações de orientação: Deformação plástica, recristalização, crescimento de grão. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP). São Paulo, SP, 15p, 2001.
- FUKUDA, N., SHIMIZU, M., **Effect of Titanium Addition on the Improvement of r-value in Cold-Rolled Sheet Steels**, Journal of Japan Society for Tecnology of Plasticity, 13 (142), 1972, p. 841-850.
- GOEHNER, R. P; MICHAEL, J. R. **Phase identification in a scanning electron microscopy using back-scattered electron Kikuchi patterns**. J.Res. Natl. Inst. Stand. Tecnol. Vol 101, 1996, No 3.
- GORELIK, S.S. **Recrystallization in Metals and Alloys**. Mir, Moscow, 1981.
- GRAJALES, D.H.M. **Principios Y Aplicaciones De La Técnica De Difracción De Electrones Retro-Proyectados (Ebsd Electron Back-Scattering Diffraction)**. Informador Tecnico. Servicio Nacional de Aprendizaje v.1 vol.74 p.64 - 73, 2010.
- HANSEN, N. **Cold deformation microestructure**. Materials Sciece and Technology, v.6, p.1039,1990.
- HANSEN, N.; JENSEN, D. J. **Development of microstructure in fcc metals during cold work**. Phil. Trans. R. Soc. A 357, p. 1447–1469, 1999.
- HELD, J. F; GOODENOW, R. H. **Recrystallization of low-carbon titanium stabilized steel**. Metallurgical Transactions, v. 1, p. 2507-2515, 1970.
- HONG, S. H.; LEE, D. N. **Recrystallization Textures in Cold-Rolled Ti Bearing IF Steel Sheets**. ISIJ International, Vol. 42, No. 11, p. 1278–1287, 2002.
- HOSFORD, W. F. **The Mechanics of Crystals and Textured Polycrystals**. Oxford University Press, 1993.
- HUGES, D.A., HANSEN, N. **High Angle Boundaries Formed by Grain Subdivision**. Acta Mater. 45, p. 3871, 1997.
- HUMANE, M. M.; MINZ, R. K.; PARETKAR, R. K.; PESHWE, D. R. **Effect of cold rolling and mode of annealing on textures, mechanical properties and formability limit diagrams in interstitial free steel sheets**. Transactions of the Indian Institute of Metals, vol 63, n. 6, p 867-880, 2010.

- HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and Related Annealing Phenomena**. Second edition. UK: Elsevier, p 574, 2004.
- LANDGRAF, F. J. G.; TAKANOHASHI, R.; CAMPOS, M.F de. **Tamanho de grão e textura nos aços elétricos de grão não-orientado**. In: Workshop sobre textura e relações de orientação: Deformação Plástica, Recristalização, Crescimento de Grão, p. 211-246, 2003.
- LI, B.L., GODFREY, A., LIU, Q. **Subdivision of grains during cold rolling of interstitial free steel**. Scripta Materialia, p 879-883, 2004.
- LIMA, N. B.; LIMA, L. M. G; PADILHA, A. F. **Texturas de recristalização**. Workshop sobre textura e relações de orientação: Deformação plástica, recristalização, crescimento de grão. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP). São Paulo, SP, 15p, 2001.
- LINS, J. F. C.; SANDIM, H. R. Z.; PADILHA, A. F.; PINTO, A. L. **Influência das heterogeneidades de deformação na recristalização do nióbio com grãos grosseiros**. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECIMAT. Natal, p. 2638-2645, Novembro, 2002.
- LOW, M. **Determinação do estágio inicial da recristalização em ligas de Al e difração de raios X**. 113 p. Dissertação de Mestrado em Engenharia de Materiais - IPEN/CNEN, São Paulo, 2000.
- LOW, M. **Estudo do desenvolvimento da textura durante a recristalização primária de Aços ferríticos por difração de Raios X e Difração de elétrons retroespalhados**. Tese de Doutorado em Ciência dos Materiais. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. USP, São Paulo, 2006.
- OLIVEIRA, A. F. **Caracterização de um aço IF após a relaminação no laminador de encruamento**. Dissertação de Mestrado em Engenharia de Materiais. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (USP). São Paulo, SP, 2010.
- PADILHA, A. F., SICILIANO JR, F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. 3ª ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, 2005. pp. 181-216.
- PARK, Y. B., LEE, D. N., GOTTSTEIN, G. **A model of the development of recrystallization textures in body centered cubic metals**. Materials Science and Engineering. vol. 13, p 178-184, 1998.
- PEREIRA, M. S. **Influência do processamento termomecânico na estrutura e nas propriedades mecânicas de um aço ultra-baixo carbono livre de intersticiais**. Tese de Doutorado em Engenharia Mecânica. Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). Campinas, SP, 1998.

- PINTO, A. L.; LOPES, A. M. **A utilização da técnica EBSD em estudos de microtextura e mesotextura.** Cap. 20. En: Anais do II Workshop sobre textura e relações de orientação. Universidade de São Paulo, 2003. p. 441-459
- RANDLE, V., 1992, **Microtexture Determination and its Applications**, The Institute of Materials, London.
- RANDLE, V., ENGLER, O; **Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture e Orientation Mapping.** Cap 2 e 3, p. 61-200, 2000.
- RAY, R. K., JONAS, J. J. e HOOR, R. E.: **Cold Rolling and Annealing Textures in Low Carbon and Extra Low Carbon Steels.** International Materials Reviews, vol. 39, 1994
- RODRIGUES, J.C. **Estudo da Textura Cristalográfica em um Aço GNO com 3,3% Si via EBSD.** Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas. Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG). Belo Horizonte, MG. 2011
- ROE, R.J. **Description of crystallite orientation in polycrystalline materials: III. General solution to pole figure inversion.** Journal Of Applied Physics, v. 36, n. 6, p. 2024-2031, 1965.
- SACHS, G. **Zur Ableitung einer Fließbedingung.** Z. Ver. Deu. Ing., 72:734, 1928.
- SAHA, R.; RAY, R. K. **Effects of severe cold rolling on the texture and grain boundary character of a Ti-Nb IF steel.** Materials Letters. v. 62, p. 222-225, 2008.
- SAHA, R.; RAY, R. K. **Microstructural and textural changes in a severely cold rolled boron-added interstitial-free steel.** Scripta Materialia. v. 57, p. 841-844, 2007.
- SAMAJDAR, I.; CICALÉ, S.; VERLINDEN, B. **Primary recrystallization in a grain oriented silicon steel: On the origin of Goss{110}[001] grains.** Scripta Materialia, vol. 39:(8), pp. 1083-1088, 1998.
- SANTOS, I. C. **Modelo Computacional de Previsão de Embutibilidade em um Aço Livre de Intersticiais.** Dissertação de Mestrado em Ciência dos Materiais. Instituto Militar de Engenharia (IME). Rio de Janeiro, RJ. 2015.
- SARDINHA, N. A. **Influência da assimetria da laminação a frio na textura e propriedade de um aço IF para estampagem.** Dissertação de Mestrado em Ciência dos Materiais. Instituto Militar de Engenharia (IME). Rio de Janeiro, RJ. 2012.
- SATOH, S.; MORITA, M.; KATO, T.; HASHIMA, O. **Carbide Dissolution in Interstitial Free Steel in Continuous Annealing. Developments in the Annealing of Sheet Steels.** Edited by Pradhan and I. Gupta. The Minerals, Metals & Materials Society, 1992.
- SILVA, M. C. A. **Acompanhamento por EBSD da textura de um grão de uma chapa de aço elétrico deformada até 55% de redução.** III Workshop sobre Textura. São Paulo, São Paulo, p 13-21, 2006.

- SILVA, M. C. A. **Avaliação da Textura e da Microestrutura de deformação de um Aço Elétrico GNO com 1,25% de Silício Laminado a Frio**. Tese de Doutorado em Engenharia Metalúrgica – USP, São Paulo, 2007.
- SILVA, M. C. A. **Heterogeneidades de deformação a frio de um aço elétrico com 1,25% Si**. 61º Congresso Anual da ABM. Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração. Rio de Janeiro, p. 2638-2645, Julho, 2006b.
- TAYLOR, G.I. **Plastic strain in metals**. Journal of the Institute Metals, vol.62, p.307-324, 1938.
- VERLINDEN, B.; DRIVER, J.; SAMAJDAR, I., DOHERTY, R. **Thermo-Mechanical Processing of Metallic Materials**. Series Editor: Robert W. Cahn. Editora Elsevier Chapter 15: Thermo-Mechanical Processing of Steel. 2007.
- VIANA, C.S.C.; CHILQUE, A.R.A; LORENTE, G. **Método automático de traçado de Figuras de Polo - Aplicação a um Aço Efervescente**. Associação Brasileira de Metais, vol. 29, n 185, p. 241-247, Abril. 1973.
- VIANA, C.S.C.; PAULA, A.S. **Texturas de deformação**. Workshop sobre textura e relações de orientação: Deformação plástica, recristalização, crescimento de grão. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP). São Paulo, SP, 15p, 2001.
- WALTER, J.L.; KOCH, E.F. **Electron microscope study of the structures of cold-rolled and annealed (100)[001] crystals of high-purity silicon-iron**. Acta Metallurgica, vol. 10, p. 1059-1075, Nov. 1962.
- WRIGHT, S.I., **Fundamentals of automated EBSD in Electron Back-scatter diffraction in materials science**. A.D Schwartz, M.Kumar, B.L. Adams (Ed.), Cap 5, pp51-64, Plenum Publishers, New York, 2000.
- WRIGHT, S.I., NOWELL, M., FIELD, D.P. **A review of strain analysis using electron backscattering diffraction**. Microscopy and Microanalysis, vol 17, p.1-14, 2011.
- YAN, H.; BI, H.; LI, X.; XU, Z. **Microstructure and texture of Nb+Ti stabilized ferritic stainless steel**. Materials Characterization. vol. 59, p. 1741-1746, 2008.
- ZHANG, P.; GUO, Y.; WANG, Z.; WANG G.; LIU, X. **Texture Evolution in Ferritic Rolled Ti-IF Steel During Cold Rolling**. Journal of Iron And Steel Research. International. 17(1): 44-48. 58, 2010.

