

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

PRISCILA SOARES DE MIRANDA

**EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE UM AÇO HGO 3% Si AO LONGO DO
RECOZIMENTO DE DESCARBONETAÇÃO**

Rio de Janeiro

2012

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

PRISCILA SOARES DE MIRANDA

**EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE UM AÇO HGO 3% Si AO
LONGO DO RECOZIMENTO DE DESCARBONETAÇÃO**

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 Ciência dos Materiais.

Orientador: Prof. Luiz Paulo Mendonça Brandão – D.C.
Co-orientador: Prof. Marco Antônio da Cunha – Ph.D

Rio de Janeiro
2012

c 2012

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 poderá incluí-lo 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 autor e do(s) orientador (es).

620.11 M672e	Miranda, Priscila Soares de Evolução microestrutural de um aço HGO 3% Si ao longo do recozimento de descarbonetação / Priscila Soares de Miranda; orientada por Luiz Paulo Mendonça Brandão - Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2012. 105f. : il. Dissertação (mestrado) – Instituto Militar de Engenharia – Rio de Janeiro, 2012. 1. Engenharia de Ciência dos Materiais. 2. Aço silício HGO - amostra. 3. Envelhecimento entre passes. 4. Recristalização primária. I. Brandão, Luiz Paulo Mendonça. II. Título. III. Instituto Militar de Engenharia. CDD 620.11
-----------------	---

INSTITUTO MILITAR DE ENGENHARIA

PRISCILA SOARES DE MIRANDA


**EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE AÇO HGO 3%SI AO LONGO
DO RECOZIMENTO DE DESCARBONETAÇÃO**

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 Ciência dos Materiais.

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

Co-orientador: Prof. Marco Antônio da Cunha – Ph.D.

Aprovada em 06 de dezembro de 2012 pela seguinte Banca Examinadora:



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



Prof. Marco Antônio da Cunha – Ph.D. do UnilesteMG



Sebastião da Costa Paolinelli – D.C. pela UFOP



Maj. José Ricardo Gomes Matheus – D.C. do IME

Rio de Janeiro

2012

À Syldia, ao meu Tio Aloísio e ao amigo Edvaldo
pelo carinho, apoio, incentivo e dedicação.

AGRADECIMENTOS

Relaciono aqui apenas algumas pessoas das quais fizeram parte dessa história, mas saliento que aqueles que não estão aqui citadas não foram e nem jamais serão esquecidos por mim.

Sendo assim, agradeço:

A Deus, por todas as oportunidades!

Aos meus pais pela vida e por proporcionarem ser quem eu sou. Agradeço em especial ao meu Tio Aloísio que me ensinou que a maior riqueza que um ser humano pode ter é o conhecimento.

À querida Sydia por me apoiar em todos os momentos e por me hospedar com muito carinho em sua casa durante todo o mestrado.

Ao meu orientador Prof. Luiz Paulo Brandão, por todo o apoio, incentivo, paciência, ensinamentos e amizade. Agradeço também por ter permitido a continuidade de minha formação.

Ao meu orientador Prof. Marco Antônio Cunha por ter sugerido o tema da dissertação e por “abrir portas” para que eu realizasse a pesquisa.

À banca examinadora da proposta de dissertação pelas sugestões e melhorias.

Aos pesquisadores Túlio Magno Fuzessy de Melo e Fernando Costa pelo acesso ao MEV/FEG da Usiminas.

Ao pesquisador Nicolau Apoena Castro pela disponibilidade em operar o microscópio MEV/FEG.

À CAPES pelo apoio financeiro.

À amiga Marília pela amizade, disponibilidade e apoio durante as análises de microtextura.

À Dirceni por seus conhecimentos em aço elétrico HGO e análises de alguns materiais, assim como diversas ajudas.

Ao pesquisador Sebastião Paolinelli por ter disponibilizado os laboratórios do centro de pesquisa da Aperam.

À equipe técnica do centro de pesquisa da Aperam pela ajuda na preparação das amostras e no uso das técnicas experimentais.

Ao professor André Pinto por permitir o acesso ao OIM e pelos conhecimentos transmitidos.

Aos professores do Instituto Militar de Engenharia, pelos ensinamentos que me deram uma base sólida para realizar este trabalho.

Ao Lemos, Heloísa, Sandra, Cap. Veltri, Carlos Augusto, Carlos Roberto, Fábio Alves, e outros integrantes do IME que de certa forma ajudaram em diversos momentos.

Aos companheiros de pós-graduação Lis, Daniel, Letícia, Luana, Vitor, Coronel Ubiratan, Bruna Melina, Nina, Andrea, Mychelle, Rubens, Jouserberson, Rodrigo Ceglias e Rodrigo Fialho, pelo apoio e por dividirem as dificuldades e incertezas dessa jornada.

Ao amigo Edvaldo Lima, por ser o meu maior incentivador ao longo do mestrado.

Ao amigo Ramón Botelho por toda disponibilidade para ajudar nos procedimentos experimentais. Agradeço por seu tempo e principalmente pelos ensinamentos e amizade.

Ao grande amigo Érriston por todos seus *insights*, ideias, ouvidos e por sua grande amizade.

Às amigas, Gabi, Bia, Lis, Carol Rangel, Marina, Paty e Roberta pelo incentivo, carinho e momentos de diversão.

Aos amigos da igreja Pib do Recreio, que me proporcionaram momentos de descontração, fé e incentivo.

Aos amigos de longa data: Kennya, Carol Dutra, Viviane, Vanuce, Janaina, Mel , Thais, Carol Reis, Sarah, Eugênia e Lívia.

À equipe de materiais do Revcim da Petrobras: Dyane, Lara, Junior, Tiago, Renata, Bruno, Cadu, Tatiana e João Paulo pelo apoio e amizade.

“Por vezes sentimos que aquilo que fazemos não é
senão uma gota de água no mar. Mas o mar seria
menor se lhe faltasse uma gota.”

(Madre Tereza de Calcutá)

SUMÁRIO

LISTA DE ILUSTRAÇÕES.....	10
LISTAS DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS	17
1 INTRODUÇÃO.....	20
1.1 Considerações iniciais.....	20
1.2 Objetivos	21
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
2.1 Fundamentos teóricos	22
2.1.1 Estado deformado	22
2.1.1.1 Textura de deformação.....	26
2.1.2 Recuperação	28
2.1.3 Recristalização.....	30
2.1.3.1 Recristalização primária.....	30
2.1.3.2 Recristalização secundária	36
2.1.3.3 Textura de recristalização.....	38
2.2 Aços elétricos de alta permeabilidade magnética.....	40
2.2.1 Desenvolvimento e produção dos aços elétricos de grão orientado de alta permeabilidade magnética	40
2.2.2 O desenvolvimento da textura Goss	45
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	54
3.1 Seleção do material.....	54
3.2 Tratamento termo-mecânico.....	54
3.2.1 Laminação das amostras	54
3.2.2 Recozimento de descarbonetação	55
3.3 Técnicas experimentais	57
3.3.1 Análise química de carbono	59
3.3.2 Análise química de oxigênio	59
3.3.3 Metalografia por microscopia ótica	59
3.3.4 Difração de raios x.....	60
3.3.5 Difração de elétrons retroespalhados, EBSD	61
3.3.5.1 EBSD – MEV de alta resolução	61
3.3.5.2 EBSD – MEV convencional.....	62
4 RESULTADOS	63
4.1 Teores de carbono e oxigênio	63
4.2 Análise da camada de óxidos	66
4.3 Avaliação da textura por difração de raios x.....	68
4.3.1 Estado deformado	68
4.3.2 Início da recristalização.....	69
4.3.3 Material recristalizado.....	70
4.3.4 Material descarbonetado	71
4.3.5 Material proveniente do ciclo completo.....	71

4.4	Análise da microestrutura e da textura por ebsd.....	73
4.4.1	Resultados por EBSD de alta resolução.....	73
4.4.1.1	Material deformado.....	74
4.4.1.2	Ciclo interrompido a 540°C	79
4.4.1.3	Ciclo interrompido a 580°C	82
4.4.1.4	Ciclo interrompido a 620°C	84
4.4.2	Resultados por EBSD convencional.....	86
5	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	90
5.1	Evolução do carbono, oxigênio e da camada de óxidos	90
5.2	Evolução da textura por difração de raios-X.....	92
5.3	Evolução da microestrutura e da microtextura.....	95
6	CONCLUSÕES.....	100
7	SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	102
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	103

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIG.2.1	Representação esquemática da seqüência de nucleação de grãos recristalizados durante recozimento de aço laminados a frio (HUTCHINSON, 1984).23
FIG.2.2	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).25
FIG.2.3	A tendência de formação de banda de cisalhamento em uma liga de Al-1%Mg em função da deformação e da temperatura de deformação (DUCKHAM, 2001).26
FIG.2.4	Textura típica de laminação de um aço IF microligado ao Ti e Nb no espaço de Euler com 90% de redução de espessura. (a) secção $\phi_2 = 45^\circ$ exibindo a distribuição de intensidade das fibras α e γ ; (b) representação esquemática das orientações mais importantes dos materiais CCC na secção $\phi_2 = 45^\circ$ (ENGLER; RANDLE, 2010).27
FIG.2.5	Fração volumétrica das principais orientações encontradas em aço com estrutura CCC versus porcentagem de deformação (HUTCHINSON, 1999)...27
FIG.2.6	Vários estágios do processo de recuperação de metais deformados plasticamente (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).29
FIG.2.7	Recuperação pelo mecanismo de poligonização de um cristal deformado contendo discordâncias do tipo aresta. (a) material deformado. (b) depois da aniquilação de discordâncias. (c) formação de (<i>tiltboundaries</i>) contornos inclinados (CAHN; HAASEN, 1996).29
FIG.2.8	Mecanismo proposto para a rotação e coalescência de subgrãos (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).30

FIG.2.9	Modelo para migração de contorno induzida por deformação (MCID). (a) antes da migração e (b) depois do início da migração (RIOS et al., 2005).33	33
FIG.2.10	A sequência da nucleação da recristalização iniciando de um subgrão: (a) estrutura inicial; (b) o subgrão maior cresce em detrimento dos menores; e (c) formação de uma área livre de defeitos associada ao contorno de alto ângulo (RIOS et al., 2005).33	33
FIG.2.11	Representação esquemática de um grão recristalizado. A diferença de orientação dos subgrãos esta representada por linhas tracejadas: (a) Estrutura original; (b) coalescência dos pares pela eliminação de contornos em comum; (c) coalescência dos pares A/B e C/D; e(d) grão recristalizado originado de um grupo de subgrãos coalescidos. A linha mais espessa representa um contorno de alto ângulo (RIOS et al., 2005).34	34
FIG.2.12	Desenho esquemático de um contorno CSL tipo $\Sigma=5$ formado por duas redes cúbicas simples através da rotação de 36,9 sobre o eixo $\langle 001 \rangle$. Os círculos pretos (cheios) representam os sítios comuns às duas redes (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).37	37
FIG.2.13	Variações no volume percentual de componentes de textura de deformação (região superior), que diminuem ao longo da recristalização e componentes de textura de recristalização (região inferior) que aumentam durante o recozimento de um aço IF com 75% de deformação (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).39	39
FIG.2.14	Desenho esquemático do processo de produção de aço elétrico HGO (Autor).41	41
FIG.2.15	Evolução da formação da camada de óxidos no aço elétrico GO: (1) Reação silício presente no aço com as moléculas de água formando a sílica; (2) Reação da sílica com o ferro e a água formando a faialita; (3) A camada de sílica é convertida em faialita (KOMATSUBARA, 1996).44	44
FIG.2.16	Mapa de Orientação sobreposto a um mapa de índice de qualidade uma chapa de aço GO laminada a quente ao longo da espessura (SHIN et al., 2007).46	46

FIG.2.17	Grãos Goss localizados em microbandas em aço silício de grão orientado com 89% de deformação. (a) Mapa do índice de qualidade colhido no EBSD mostrando microbandas paralelas às heterogeneidades (indicado nas setas). Além disso, são presentes bandas de cisalhamento com baixo padrão de qualidade. (b) Padrão de qualidade combinado com mapa de orientação cristalina. Grãos Goss alinhados dentro das bandas de cisalhamento também são visíveis (DORNER et al., 2007).47
FIG.2.18	Figura de pólo dos grãos nucleados ao longo das bandas de cisalhamento. (a) bandas de cisalhamento do tipo I e (b) bandas de cisalhamento do tipo II (USHIODA; HUTCHINSON, 1989).48
FIG.2.19	Modelo esquemático de bandas de cisalhamento ocorrendo perpendicularmente à direção de laminação (TANINO et al., 1981).49
FIG.2.20	Relação do tamanho de grão depois da recristalização primária com algumas condições de envelhecimento, incluindo o material sem envelhecimento (HONG; HAN, 2002).50
FIG.2.21	Relação da textura de recristalização primária com a temperatura de envelhecimento entre passes (HONG; HAN, 2002).51
FIG.3.1	Forno tubular utilizado na interrupção do ciclo de descarbonetação.55
FIG.3.2	Fluxograma da quantidade de amostras para cada técnica de caracterização utilizada neste trabalho.58
FIG.3.3	Ábaco $\varphi_2 = 45^\circ$ para interpretar as FDOCs.61
FIG.4.1	Evolução do teor de carbono ao longo do ciclo de descarbonetação.63
FIG.4.2	Relação da microestrutura com a evolução do carbono ao longo do processo de descarbonetação.64
FIG.4.3	Evolução da taxa de descarbonetação.64
FIG.4.4	Evolução do teor de carbono ao longo do recozimento de descarbonetação.65

FIG.4.5	Evolução da taxa de oxidação (curva em vermelho) ao longo da descarbonetação de um aço elétrico HGO.	65
FIG.4.6	Evolução da espessura da camada de óxidos ao longo do recozimento de descarbonetação.....	67
FIG.4.7	Intensidade das orientações presentes no material deformado.....	68
FIG.4.8	Função distribuição de um aço HGO laminado a frio com redução de 88%. (a) amostra sem envelhecimentos e (b) amostra com envelhecimento após deformação. Ambos visualizados na seção $\varphi_2 = 45^\circ$, notação de Bunge.	69
FIG.4.9	Intensidade das orientações presentes no início da recristalização.	69
FIG.4.10	Microestrutura de um aço HGO recristalizado, porem não descarbonetado. ...	70
FIG.4.11	Intensidade das orientações presentes no recristalizado.	70
FIG.4.12	Intensidade das orientações presentes no material descarbonetado.	71
FIG.4.13	Microestrutura de um aço HGO submetido a um ciclo completo de descabonetação – 830°C por 200 segundos.	72
FIG.4.14	Intensidade das orientações presentes no material percorrido pelo ciclo completo de recozimento	72
FIG.4.15	Função distribuição de orientação (FDO) um aço HGO recozido a 830°C por 200 segundos. (a) amostra sem envelhecimentos e (b) amostra com envelhecimento após deformação. Ambos visualizados na seção $\varphi_2 = 45^\circ$, notação de Bunge.....	73
FIG.4.16	a) BC na superfície da amostra sem envelhecimento, (b) amostra com envelhecimento.....	74
FIG.4.17	(a) BC da amostra sem envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra sem envelhecimento.....	75
FIG.4.18	ODF da região da amostra que foi obtida a FIG.4.15.....	76

FIG.4.19	Mapa com orientação Goss representada por grãos com coloração verde da amostra deformada sem envelhecimento.	76
FIG.4.20	Mapa com orientação Goss de uma região da amostra deformada sem envelhecimento.....	77
FIG.4.21	Mapa com orientação Goss de uma região da amostra deformada com envelhecimento.....	78
FIG.4.22	Imagens da amostra interrompida à 540°C: (a) BC da amostra sem envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra sem envelhecimento.	79
FIG.4.23	Imagens da amostra interrompida à 540°C: (a) BC da amostra sem envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra sem envelhecimento.	80
FIG.4.24	Imagens da amostra interrompida à 540°C: (a) BC da amostra com envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra com envelhecimento.....	81
FIG.4.25	Imagens da amostra interrompida à 580°C com núcleos circulados: (a) BC da amostra sem envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra sem envelhecimento.....	82
FIG.4.26	Imagens da amostra interrompida à 580°C com núcleos circulados: (a) BC da amostra sem envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra sem envelhecimento.....	83
FIG.4.27	Imagens da amostra interrompida à 620°C com núcleos: (a) BC da amostra sem envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra sem envelhecimento.	84
FIG.4.28	Imagens da amostra interrompida à 620°C com núcleos: (a) BC da amostra com envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra com envelhecimento.	85
FIG.4.29	ODF da amostra com envelhecimento interrompida a 620°C.....	85
FIG.4.30	Mapa de orientação – IPF : (a) 640°C (sem envelhecimento); (b)640°C (com envelhecimento); (c) 660°C (sem envelhecimento); (d) 660°C (com	

	envelhecimento); (e) 760°C (sem envelhecimento); (f) 760°C (com envelhecimento).....	87
FIG.4.31	Mapa de orientação – IPF :(a) 830°C – tempo de encharque 0 segundos (sem envelhecimento); (b)830°C – 0 segundos (com envelhecimento); (c) 830°C – 100 segundos (sem envelhecimento); (d) 830°C – 100 segundos (com envelhecimento); (e) ciclo completo (sem envelhecimento) e (f) ciclo completo (com envelhecimento).....	88
FIG.4.32	ODF: (a) 640°C (sem envelhecimento); (b)640°C (com envelhecimento); (c) 660°C (sem envelhecimento); (d) 660°C (com envelhecimento); (e) 820°C (sem envelhecimento);(f) 820°C (com envelhecimento); (g) inicio do ciclo (sem envelhecimento); (h) inicio do ciclo (com envelhecimento); (i) ciclo completo(sem envelhecimento) e (j)ciclo completo(com envelhecimento).	89
FIG.5.1	Evolução do teor de carbono e oxigênio para amostras com e sem envelhecimento ao longo do recozimento de descarbonetação.....	91
FIG.5.2	Evolução da espessura da camada de óxidos ao longo do tempo de encharque do recozimento.	92
FIG.5.3	Evolução da orientação cubo rodado, {001}<110>, ao longo do recozimento.	94
FIG.5.4	Evolução da orientação {111}<112> ao longo do tratamento de descarbonetação.....	94
FIG.5.5	Evolução da componente (113)[110] ao longo da formação da textura de recristalização primária.	94
FIG.5.6	Evolução da componente Goss ao longo da formação da textura de recristalização primária.	95
FIG.5.7	Imagem de microscopia ótica da amostra com envelhecimento interrompida a 580°C.	96

FIG.5.8	Imagem de microscopia ótica do material como recebido, antes da laminação a frio.....	96
FIG.5.9	Material sem envelhecimento interrompido a 640°C evidenciando regiões com orientação {110} ao redor dos pontos perdidos da imagem, indicados pelas setas.....	97
FIG.5.10	Evolução do diâmetro de Grão médio ao longo do recozimento de descarbonetação de um aço HGO.....	98
FIG.5.11	Evolução das componente Goss e (111)[112] ao longo do recozimento de descarbonetação.....	99

LISTAS DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AlN	–	Nitreto de alumínio
BQ	–	Bobina a quente
CCC	–	Cúbico de corpo centrado
CO	–	Aço elétrico de grão orientado convencional (<i>Conventional grain oriented</i>)
DL	–	Direção de laminação
DN	–	Direção normal
DT	–	Direção transversal
EBSD	–	<i>Electron Backscatter Diffraction</i>
EDS	–	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy
EFE	–	Energia de falha de empilhamento
FEG	–	Canhão de emissão de campo (<i>Field emission gun</i>)
GO	–	Grão orientado
HGO	–	Aço elétrico de alta permeabilidade (<i>High grain oriented</i>)
MCID	–	Movimento de contornos induzidos por deformação
MEV	–	Microscopia eletrônica de varredura
MnS	–	Sulfeto de manganês

RESUMO

Diante do presente cenário mundial, em que há busca constante de materiais mais eficientes em termos de distribuição e consumo de energia elétrica, se faz necessário estudar métodos e processos alternativos que visam aperfeiçoar as propriedades magnéticas dos aços elétricos de alta permeabilidade magnética para conhecê-los detalhadamente. O desenvolvimento preferencial da componente Goss é primordial para atingir boas propriedades magnéticas nos aços silício de grão orientado. Nesse contexto, se torna necessário caracterizar o processo que conduz a formação dessa textura.

Este trabalho visa analisar a evolução da textura cristalográfica, da microtextura e do teor de carbono e oxigênio em amostras de ciclos interrompidos do recozimento de descarbonetação de um aço elétrico de alta permeabilidade magnética, bem como a influência do tratamento de envelhecimento entre passes na microestrutura e na textura cristalográfica. As amostras foram caracterizadas pelas técnicas de difração de raios x, metalografia ótica e microscopia eletrônica de varredura (EBSD). A partir disso foi possível visualizar detalhes da microestrutura do material com 88% de deformação, antes não detectável por EBSD.

Por meio dos resultados obtidos foi possível concluir que o tratamento de envelhecimento entre passes da laminação a frio interfere levemente na formação da textura e na microestrutura de recristalização primária de aços elétricos HGO, devido a interação dos átomos de carbono e nitrogênio com as discordâncias causando uma alteração nas rotações da rede cristalina. O envelhecimento entre passes não provocou alterações significativas no processo de descarbonetação em termos de teor de carbono e oxigênio. Em nenhuma das duas condições, sem e com envelhecimento, não foi detectada a textura Goss por difração de raios x ao longo do processo de descarbonetação.

Palavras chave: Aço elétrico HGO. Envelhecimento entre passes. Recristalização primária.

ABSTRACT

In the present global scenario, there is a constant search for materials more efficient concerned distribution and consumption of electrical energy, becoming necessary examine alternatives methods and processes to optimize electric steels and their magnetic properties. The preferential development of the Goss component is critical to achieve good magnetic properties in grain-oriented silicon steels. In this context, it becomes necessary to characterize the process leading to formation of this texture.

This thesis analyzes the evolution of the crystallographic texture, microtexture and the concentration of carbon and oxygen on samples of interrupted cycles of decarburization annealing of an electrical steel with a high magnetic permeability as well as the influence of treatment inter-pass aging on the microstructure and texture crystallographic. The samples were characterized by the techniques of x-ray diffraction, optical metallography and scanning electron microscopy (EBSD). In this context it was possible to view details of the microstructure of the material with 88% strain, previously not detectable by EBSD.

Through the results we conclude that the aging treatment between passes of cold rolling slightly interferes in the formation of texture and microstructure of primary recrystallization HGO electrical steels, due to the interaction of atoms of carbon and nitrogen with dislocations causing a change in the rotations of the crystal lattice. The aging between passes caused no significant changes in the process of decarburization in terms of carbon and oxygen. In both of the two conditions, with and without aging, the Goss texture was not detected by x-ray diffraction along the decarburization process.

Key words: HGO silicon steel. Inter-pass aging. Primary recrystallization.

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONSIDERAÇÕES INICIAIS

A crescente demanda por materiais de alta permeabilidade magnética, com baixas perdas e baixo custo, tem levado empresas siderúrgicas de aços elétricos a procurarem novos processos e estudar os fenômenos que ocorrem durante os processos convencionais.

Para estudar o processo de fabricação do aço elétrico de grão orientado é fundamental analisar sua textura cristalográfica. A presença do componente de textura (110)[001] (chamado de componente Goss) impacta significativamente no rendimento dos transformadores de transmissão de energia elétrica, pois proporciona uma grande amplificação do campo magnético desses materiais. Quanto maior a fração volumétrica de grãos com orientação Goss, em que a direção [001] é alinhada à direção do campo magnético, maior a permeabilidade e menores as perdas magnéticas (ENGLER; RANDLE, 2010).

O desenvolvimento do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade (HGO) proporcionou uma substancial redução das perdas de energia elétrica, já que ele é processado de maneira a ter uma forte componente de textura Goss, com grãos fortemente alinhados à direção [001], de mais fácil magnetização. O desvio máximo dos grãos da direção [001] é de aproximadamente 3°. Esse grande alinhamento é alcançado com apenas uma etapa de laminação a frio e com a adição de nitreto de alumínio (AlN), juntamente com sulfeto de manganês, que ancoram o crescimento dos grãos da matriz recristalizada (SAKAI et al., 1981).

A fim de se obter textura Goss com menor desvio, nesses materiais, alguns tratamentos vêm sendo estudados. Neste contexto, o envelhecimento entre passes da laminação a frio exibe grande efeito na formação da textura cristalográfica, pois impede a operação de determinados sistemas de deslizamento, conduzindo a formação de componentes de textura alternativos. No caso do aço elétrico HGO, a orientação (110)[001] tende a se rotacionar sob deformação para orientações {111}<112>, mas com a inclusão do envelhecimento na laminação a frio os grãos com orientação (110)[001] podem se rotacionar para orientações (210)[001] e (120)[001] (TANINO et al., 1981).

Caracterizar os processos que conduzem a um aumento da componente Goss em aços de grão orientado simboliza um importante passo no controle de produção e eficiência de utilização desses materiais.

Tanino e colaboradores (1981) exploraram o efeito do envelhecimento entre passes da laminação a frio no recozimento de aço elétrico de grão orientado de alta permeabilidade (HGO), mas sem realizar estudos mais detalhados da evolução microestrutural durante o processo de recristalização primária. Já Ushioda e Hutchinson (1989) e Dorner et al. (2007) fizeram um estudo da microestrutura deformada e recristalizada utilizando o monocristal de um aço silício de grão orientado. Tais pesquisas contribuíram para o entendimento da evolução da orientação Goss nos primeiros estágios do processo de aço silício GO, contudo restrito a monocristais, o que não representa a prática industrial para essa classe de materiais. Assim, esta proposta de trabalho objetiva uma exploração científica e tecnológica dos acontecimentos envolvidos durante a recristalização primária em aços HGO, para contribuir nos conhecimentos acerca dos fenômenos envolvidos no recozimento de descarbonetação desses materiais. Para se conhecer os fenômenos por trás da recristalização primária se faz necessário interromper o recozimento em várias temperaturas. Assim, pode-se visualizar tanto a formação e a orientação cristalográfica dos primeiros grãos recristalizados como o local de formação deles.

1.2 OBJETIVOS

Este trabalho tem dois objetivos principais: analisar a evolução da textura cristalográfica, microtextura e teor de carbono em ciclos interrompidos do recozimento de descarbonetação; e avaliar a influência do tratamento de envelhecimento entre passes na microestrutura e na textura cristalográfica de amostras ao longo do recozimento de descarbonetação (recristalização primária) em um aço elétrico de alta permeabilidade (HGO) com 3% de Si, produzido pela empresa Aperam.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1.1 ESTADO DEFORMADO

O potencial termodinâmico para a recristalização primária é a energia armazenada no trabalho a frio através da criação de defeitos pontuais e discordâncias. Já para a recristalização secundária, a força motriz é minimização de energia de contorno de grão, que é alta na matriz recristalizada primariamente, oferecendo condições para que alguns grãos cresçam anormalmente (CAHN; HAASEN, 1996).

Segundo Humphreys e Hatherly (2004), a mobilidade dos defeitos pontuais no material é alta sob deformação em baixas temperaturas, portanto os defeitos pontuais não contribuem de maneira significativa para armazenar energia na deformação.

A energia armazenada pelo processo de deformação a frio é de aproximadamente 1% e está intimamente relacionada com a densidade e mobilidade das discordâncias, onde a densidade de discordâncias depende da temperatura e da tensão externa aplicada ao material (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Outro fator que tem forte influência no nível de energia estocada pela deformação é estrutura de subgrão, sendo que o diâmetro do subgrão e a desorientação do subcontorno são as variáveis mais predominantes.

Com isso, Dillamore et al. (1972 apud HUMPHREYS; HATHERLY, 2004) retrataram que a energia armazenada na deformação varia para diferentes componentes de textura no material e é armazenada maior energia em menores subgrãos com maior desorientação. Com isso, tais autores concluíram que os grãos de maiores energias armazenadas tendem a recristalizar mais prontamente, estabelecendo que para aços de baixo carbono a energia armazenada na laminação a frio varia com a orientação de acordo com a seguinte relação: $E_{110} > E_{111} > E_{112} > E_{100}$.

Hutchinson (1984) apresenta esquematicamente o progresso da nucleação de novos grãos considerando a energia armazenada na deformação (FIG.2.1). A textura final pode ser dominada por núcleos que se formam rapidamente e em maior quantidade. A componente

{111} e orientações aleatórias juntamente uma pequena componente {110} podem ser esperadas como sendo a textura final. A linha tracejada que representa a nucleação de grãos com componente {hkl} indica a possibilidade de uma textura aleatória, que não pode ser prevista, dos grãos que nucleiam perto de partículas de segunda fase.

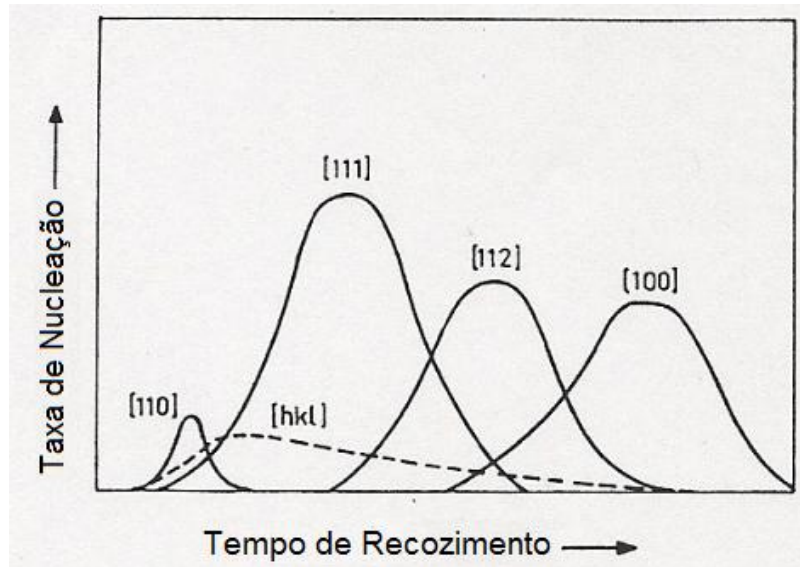


FIG.2.1 Representação esquemática da seqüência de nucleação de grãos recristalizados durante recozimento de aços laminados a frio (HUTCHINSON, 1984).

O escorregamento e a maclagem são os dois mecanismos básicos de deformação em materiais cúbicos. O parâmetro predominante na escolha do principal mecanismo de deformação é o valor de energia de falha de empilhamento (EFE). Em metais que possuem baixa energia de falha empilhamento o deslizamento cruzado de discordâncias é menor, proporcionando uma menor operação dos sistemas de deslizamento, com isso a deformação por maclagem pode ser ativada (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Estudando o estado deformado, Lins (2005) afirma que a forma com que as discordâncias se distribuem e as possibilidades de ativação de sistemas de deslizamentos secundários geram as heterogeneidades de deformação. Os tipos de heterogeneidades desenvolvidas durante a deformação plástica dependem da estrutura cristalina, da temperatura de deformação, da composição química, do modo e da taxa de deformação e principalmente do valor da energia de falha de empilhamento (EFE).

A EFE é muito alta no ferro- α , sendo que nos metais com elevada EFE a ocorrência de deslizamento cruzado é mais frequente, conduzindo a uma maior mobilidade das discordâncias e deste modo permitindo a aniquilação de discordâncias vizinhas com sinais opostos (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; LINS, 2005). Tal conceito indica que o aço

elétrico HGO (ferro- α) possui alta energia de falha de empilhamento e que o mecanismo de deslizamento é dominante na deformação desses materiais.

Humphreys e Hatherly (2004) ilustram através do desenho esquemático abaixo (FIG.2.2) a evolução da microestrutura desenvolvida durante a deformação por deslizamento de um material policristalino que possui média e alta EFE. Em metais submetidos a baixas deformações a estrutura é caracterizada por um emaranhado de discordâncias (FIG.2.2a).

Geralmente a microestrutura de metais deformados por deslizamento é caracterizada por estruturas tridimensionais com regiões de baixa densidade de discordâncias cercadas por paredes com alta densidade de discordâncias denominadas células e subgrãos (FIG.2.2b). A distinção entre tais estruturas está na natureza dos contornos, as células possuem paredes difusas formando um emaranhado de discordâncias, enquanto que os subgrãos possuem contornos ordenados (contornos de baixo ângulo) formando um arranjo de discordâncias.

Existem estruturas semelhantes às células de deformação chamadas de microbandas. Tais estruturas separam diferentes blocos de células de discordâncias em metais e ligas que sofreram pequenas e médias deformações. As paredes das microbandas são formadas por grupos de discordâncias similares das células de deformação, mas diferentemente das células de deformação, a densidade de discordância no interior das microbandas é relativamente alta (CAHN; HAASEN, 1996; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

As bandas de deformação são localizadas frequentemente dentro dos cristais de materiais que possuem alto tamanho de grão (FIG.2.2c). Barrett (1939 apud HUMPHREYS; HATHERLY, 2004) definem banda de deformação como um volume dentro de um grão que possui uma orientação constante e expressivamente diferente de outras regiões do mesmo.

Na figura FIG.2.2 (c) pode-se obter diferentes informações, como por exemplo, a região A possui diferente orientação da região B. A banda que separa estas duas regiões é denominada, por Humphreys e Hatherly (2004), banda de transição. Uma banda de transição desenvolve-se quando volumes vizinhos de um mesmo grão deformam-se pela ação de diferentes sistemas de deslizamento. Em muitos casos, as bandas de deformação ocorrem em lados aproximadamente paralelos e envolvem uma dupla mudança de orientação da região A para a região C e depois de C para A. Este tipo de banda de deformação é chamada, por Orowan (1942 apud HUMPHREYS; HATHERLY, 2004), de banda de dobramento (Kink Band), muito comum em materiais hexagonais.

As bandas de cisalhamento são geradas principalmente pelo escorregamento de regiões de máxima tensão externa de cisalhamento e de planos na qual a deformação ocorre mais

facilmente. Tais bandas geralmente são formadas com alto grau de deformação e em materiais laminados ocorrem a aproximadamente a 35° da direção de laminação. A alta deformação faz com que essas bandas ultrapassem os contornos de grão, tornando a sua visualização possível por microscopia ótica (FIG.2.2d).

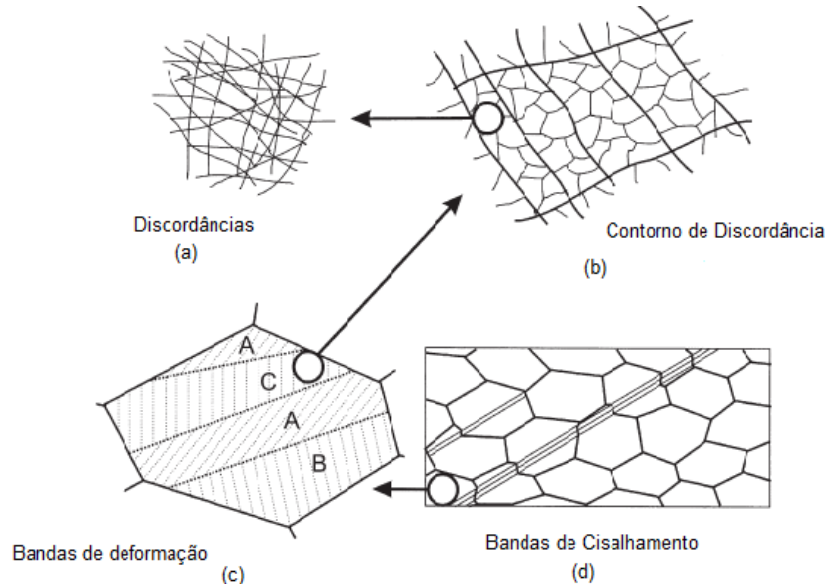


FIG.2.2 A hierarquia da microestrutura formada pela deformação por deslizamento de um metal policristalino: (a) Discórdâncias; (b) contorno de discórdância; (c) Bandas de deformação e (d) Bandas de cisalhamento (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

Ushioda e Hutchinson (1989), estudando monocristal $(111)[11\bar{2}]$ de aço com 3% de silício, visualizaram dois tipos de bandas de cisalhamento: bandas largas de cisalhamento (chamada de tipo I) a aproximadamente 35° da direção de laminação e bandas estreitas a aproximadamente 17° direção de laminação (tipo II).

Variáveis como tamanho de grão, orientação, soluto e temperatura influenciam na ocorrência das bandas de cisalhamento (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Hutchinson (1984) defende que há uma tendência das bandas de cisalhamento aumentar com aumento do tamanho de grão. Duckham et al. (2001) observaram a tendência de formação de bandas de cisalhamento em uma liga alumínio com 1% de magnésio variando a deformação e temperatura de deformação. Este estudo é bem resumido na FIG.2.3, que ilustra que quanto menor a temperatura de deformação e maior a quantidade de deformação, maior será a tendência de formação de bandas de cisalhamento para esta classe de materiais.

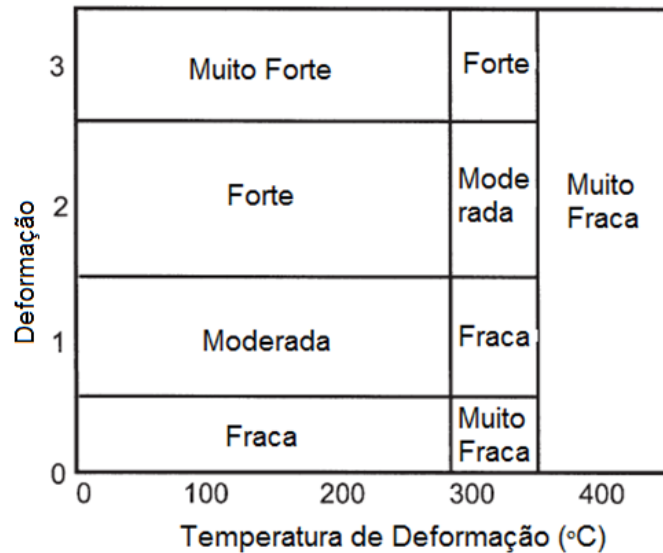


FIG.2.3 A tendência de formação de banda de cisalhamento em uma liga de Al-1%Mg em função da deformação e da temperatura de deformação (DUCKHAM, 2001).

2.1.1.1 TEXTURA DE DEFORMAÇÃO

Durante a conformação mecânica, a deformação plástica ocorre principalmente por deslizamentos de determinados planos cristalinos. Neste processo, o reticulado cristalino sofre rotação, por deslizamento de planos mais compactos ou por maclação para orientações mais favoráveis, estabelecendo a textura de deformação (GORELIK, 1981).

A formação de textura durante a laminação dos metais cúbicos de corpo centrado (CCC) é extensivamente estudada, devido ao grande interesse tecnológico do mercado siderúrgico. Os metais CCC costumam apresentar orientação preferencial na forma de fibras, sendo as fibras DL $\{hkl\}\langle 110\rangle$ e DN $\{111\}\langle uvw\rangle$ as mais evidentes (ENGLER; RANDLE, 2010). A FIG.2.4 mostra que as fibras DL e DN são mais bem observadas na seção $\varphi_2=45^\circ$.

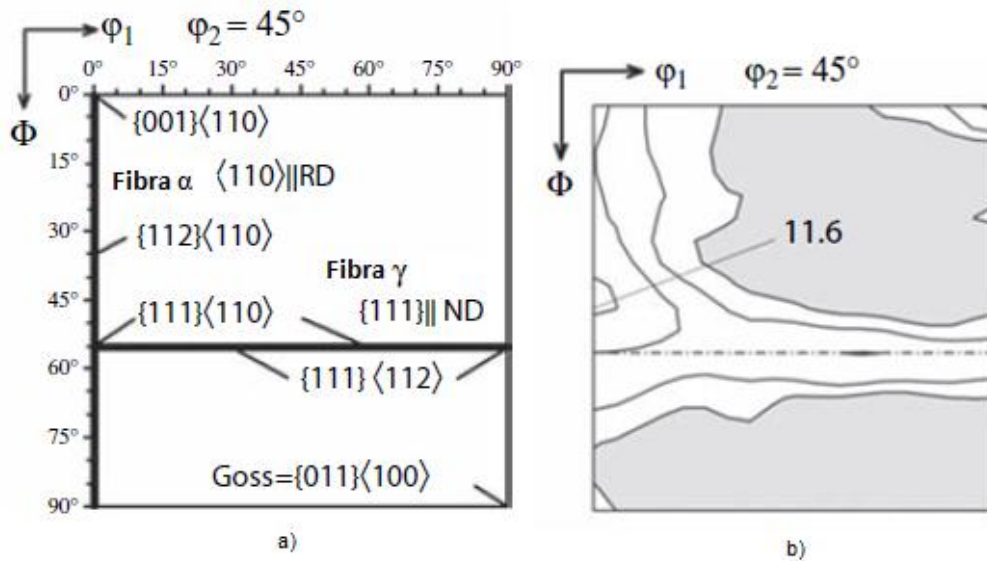


FIG.2.4 Textura típica de laminação de um aço IF microligado ao Ti e Nb no espaço de Euler com 90% de redução de espessura. (a) secção $\phi_2=45^\circ$ exibindo a distribuição de intensidade das fibras α e γ ; (b) representação esquemática das orientações mais importantes dos materiais CCC na secção $\phi_2=45^\circ$ (ENGLER; RANDLE, 2010).

Em chapas de aço de estrutura cúbica de corpo centrado o aumento da redução na laminação reforça significativamente as orientações $(211)[011]$ e $(411)[011]$ (HUTCHINSON, 1999). Contudo a orientação $(111)[112]$, pertencente a fibra γ , aumenta até 70% de redução e depois permanece praticamente constante, FIG.2.5. Schläfer e Bunge (1974 apud HUTCHINSON, 1999) justificam que o enfraquecimento da orientação $\{111\}\langle 112 \rangle$ sob alta deformação é atribuído à reorientação de maclas de deformação.

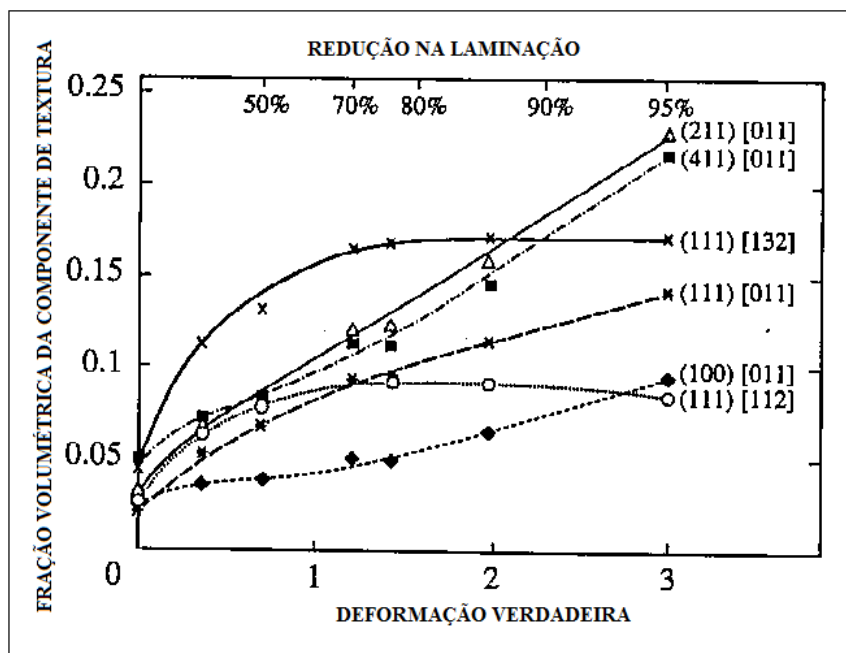


FIG.2.5 Fração volumétrica das principais orientações encontradas em aço com estrutura CCC versus porcentagem de deformação (HUTCHINSON, 1999).

2.1.2 RECUPERAÇÃO

Um fenômeno observado na microestrutura deformada antes da recristalização é a recuperação. Tal fenômeno modifica a estrutura deformada restaurando parcialmente as propriedades físicas dos materiais para valores próximos ao do material antes da deformação. Para discutir a recuperação é conveniente concentrar nos aspectos microestruturais, pois ela se deve principalmente a mudanças na estrutura de discordâncias dos materiais deformados (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). As principais variações da microestrutura causadas pela recuperação estão esquematizadas na FIG.2.6.

A recristalização e a recuperação competem entre si, pois a força motriz é a mesma para ambos, que é a minimização da energia armazenada na deformação. O processo de recuperação é difusional, portanto é necessário fornecer temperatura ao material deformado para que tal processo ocorra (PORTER; EASTERLING, 1992).

Humphreys e Hatherly (2004) descrevem uma sequência de eventos observados durante a recuperação (FIG.2.6). A rigor essa sequência não é uma regra geral, pois tais eventos podem ocorrer simultaneamente.

A estrutura típica dos metais deformados por sistemas de deslizamento são emaranhados de discordâncias (FIG.2.6a). Dependendo da energia de falha de empilhamento do material deformado ou da temperatura de deformação essa estrutura pode se organizar em células (FIG.2.6b). Fornecendo temperatura à estrutura deformada, há um movimento de discordâncias permitindo a aniquilação de discordâncias vizinhas com sinais opostos dentro das células, conduzindo a uma microestrutura livre de discordâncias no interior das células (FIG.2.6c). Contudo há um excesso de discordâncias de sinais opostos que não conseguem ser removidas por aniquilação, no entanto o material encontra outra maneira de minimizar energia através do mecanismo, denominado por Robert Cahn (1996), de poligonização (FIG.2.7).

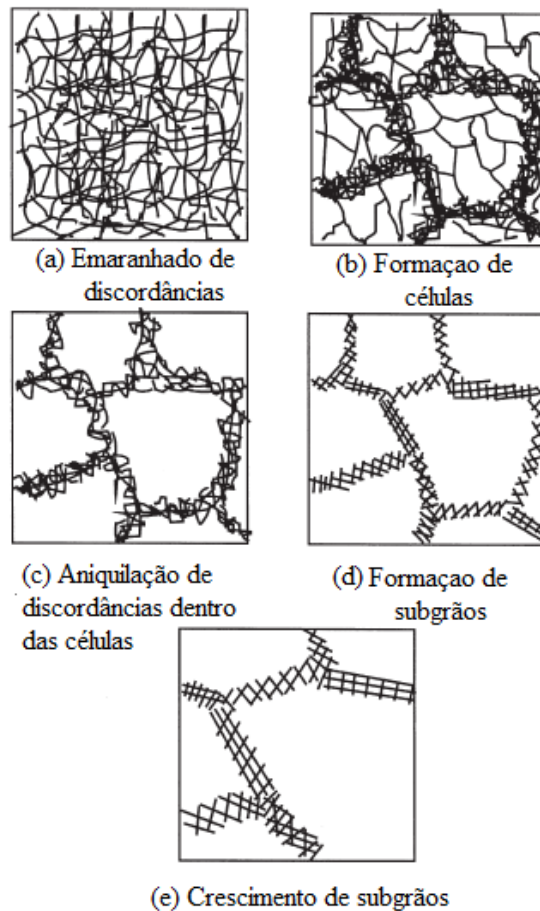


FIG.2.6 Vários estágios do processo de recuperação de metais deformados plasticamente (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

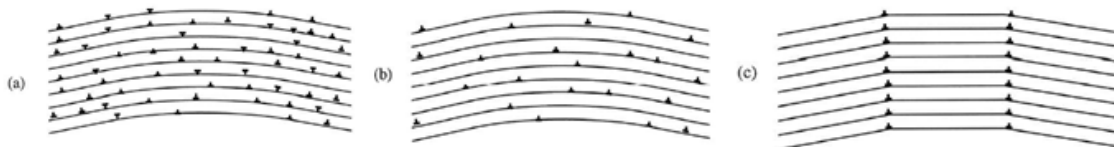


FIG.2.7 Recuperação pelo mecanismo de poligonização de um cristal deformado contendo discordâncias do tipo aresta. (a) material deformado. (b) depois da aniquilação de discordâncias. (c) formação de (*tiltboundaries*) contornos inclinados (CAHN; HAASEN, 1996).

Esse mecanismo é descrito por Cahn e Haasen (1996) como uma divisão do grão deformado em subgrãos livres de deformação em que cada subgrão preserva a orientação original do grão deformado e são separados por subcontornos que são normais ao vetor que ativa os planos de deslizamento (FIG.2.6d). Tais subgrãos podem crescer governados pela minimização de energia armazenada nos subcontornos (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; RIOS et al., 2005), FIG.2.6e.

Hu (1962 apud HUMPHREYS; HATHERLY, 2004) fundamentado em experimentos de recozimento in situ de um aço silício utilizando microscopia eletrônica de transmissão, sugeriu que subgrãos poderiam ser rodados por processos difusionais até uma orientação

similar do subgrão vizinho. Esse mecanismo é mostrado esquematicamente na FIG.2.8, considerando dois subgrãos adjacentes com contornos de baixo ângulo AB e BC em que a rotação ocorre na direção do contorno BC de menor desorientação. O autor propôs que tal coalescimento de subgrãos seja um possível núcleo livre de deformação podendo crescer e varrer a matriz deformada.

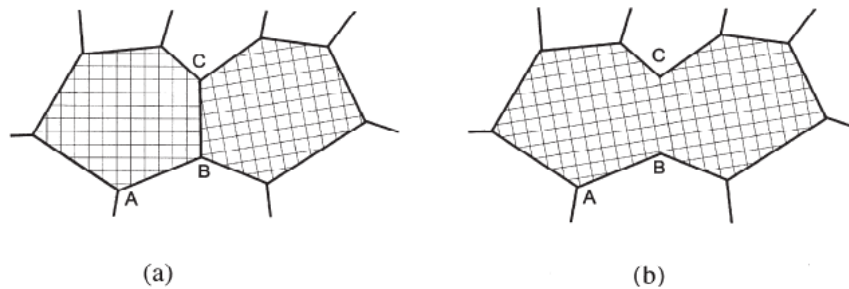


FIG.2.8 Mecanismo proposto para a rotação e coalescência de subgrãos (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

O processo de recuperação em metais deformados depende fortemente do valor de energia de falha de empilhamento. Em materiais que possuem alta EFE, como os aços ao silício, o deslizamento cruzado é ativado que proporciona certa agilidade na recuperação da estrutura e até uma possível recuperação dinâmica, quando ocorre recuperação no processo de deformação (CAHN; HAASEN, 1996; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

2.1.3 RECRISTALIZAÇÃO

A literatura classifica a recristalização em duas etapas: a recristalização primária ou contínua e a recristalização secundária ou descontínua. A principal diferença entre as duas está na força motriz para que a transformação ocorra (CAHN; HAASEN, 1996; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

2.1.3.1 RECRISTALIZAÇÃO PRIMÁRIA

Conforme Humphreys e Hatherly (2004), a recristalização primária envolve a formação de novos grãos livres de deformação em determinadas partes do material e subsequente crescimento destes consumindo a microestrutura deformada. A recristalização primária é

dividida em dois estágios: O de nucleação, que corresponde ao aparecimento de novos grãos na matriz deformada; e o estágio de crescimento, em que os novos grãos substituem a estrutura deformada.

Segundo Falleiros e Campos (2001), a definição mais apropriada para a recristalização é a eliminação de discordâncias por migração de contornos de alto ângulo, preexistentes na microestrutura deformada, ou formados durante o recozimento.

A teoria da nucleação nas transformações de fase que pode ser aplicada para a recristalização é o modelo de nucleação por flutuação térmica proposto por Turnbull em 1949. Conforme a teoria, a nucleação é atingida por flutuações atômica aleatórias levando a formação de um pequeno cristalito com um contorno de grão de alto ângulo. Este núcleo é estável se a diferença de energia entre as condições deformada e recristalizada for superior à energia da interface criada para a formação do núcleo. Porém, Doherty (1997) observou que a baixíssima energia armazenada na deformação e alta energia interfacial dos contornos de alto ângulo, que rodeiam o novo grão nucleado, tornam o modelo proposto por Turnbull restrito, pois o tamanho crítico para a formação do novo núcleo é muito grande e consumiria muito tempo para a transformação findar-se.

A solução para este problema foi primeiro descrita por Robert Cahn em 1949 e posteriormente por Beck em 1952. A sugestão foi de que um grão recristalizado não é desenvolvido por nucleação de um cristal totalmente novo e com uma nova orientação, mas sim desenvolvido a partir de uma microestrutura deformada existente que se recuperou, uma célula ou subgrão, ou seja, não há nucleação de uma estrutura que não existia anteriormente. A orientação do grão recristalizado poderá ser essencialmente a mesma da microestrutura deformada em que tal grão se desenvolveu (DOHERTY, 1997).

Doherty (1997) ressalta que apenas pequenas frações de células e subgrãos se transformam em grãos recristalizados. Estudando alumínio (DOHERTY, 1997), notou que amostras deformadas a frio possuíam subgrãos com tamanho em média de $1\mu\text{m}$ enquanto que o tamanho dos grãos de amostras recristalizadas é de no mínimo $100\mu\text{m}$. O autor considera isto como um indicativo de que apenas alguns subgrãos entre milhões são transformados em núcleos capazes de crescer rapidamente produzindo um grão recristalizado, descrevendo a nucleação como um crescimento “anormal” de subgrãos. Contudo, Cottrell em 1953 notou que a mobilidade dos contornos de grãos com baixa desorientação era muito menor que para contornos de alto ângulo e que apenas subgrãos altamente desorientados, com desorientação maior que 15° , poderiam crescer rapidamente e formar grãos recristalizados.

Os “núcleos” de onde se origina a recristalização não são, portanto, núcleos propriamente ditos termodinâmicos, mas pequenos volumes que pré-existem na microestrutura deformada. Os núcleos se transformam em núcleos recristalizados quando possuem contornos de alto ângulo, pois estes possuem alta mobilidade para varrer a matriz deformada (CAHN; HAASEN, 1996; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; DOHERTY, 1997). Partindo desse pressuposto, as bandas de transição e de cisalhamento são sítios potenciais para ativar estes “núcleos” de recristalização (RIOS et al., 2005).

Existem algumas alternativas que tentam explicar o início da recristalização de uma estrutura deformada. Uma delas é a aniquilação de discordâncias por contornos em movimento, porém apenas contornos de alto ângulo têm condições de aniquilar discordâncias e induzir o material a um estado mais estável. Já os contornos de baixo ângulo que são formados por arranjos de discordâncias não têm capacidade de varrer uma estrutura deformada, pois a migração de tais contornos se dá por processos adifusionais sem mudança do reticulado (RIOS et al., 2005; FALHEIROS; CAMPOS, 2001).

Existem três modelos de nucleação, mais conhecidos, que competem para explicar o início da recristalização primária: migração de contornos de alto ângulo pré-existent; migração de subcontornos e nucleação por subgrãos coalescidos (CAHN; HAASEN, 1996; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; RIOS et al., 2005).

A estrutura deformada possui contornos de alto ângulo que persistiram da estrutura inicial, antes da deformação. Estes contornos podem mover-se a fim de aniquilarem discordâncias da microestrutura deformada (FALHEIROS; CAMPOS, 2001). Tal mecanismo de recristalização é chamado de MCID (migração de contorno induzido pela deformação) que está esquematizado na FIG.2.9. Um dos pré-requisitos básicos para a ocorrência do MCID é a existência de grandes diferenças de deformação entre grãos vizinhos, o que só é possível quando o material experimenta baixas deformações, diminuindo a probabilidade de heterogeneidades como bandas de transição e de cisalhamento que seriam sítios preferenciais de nucleação.

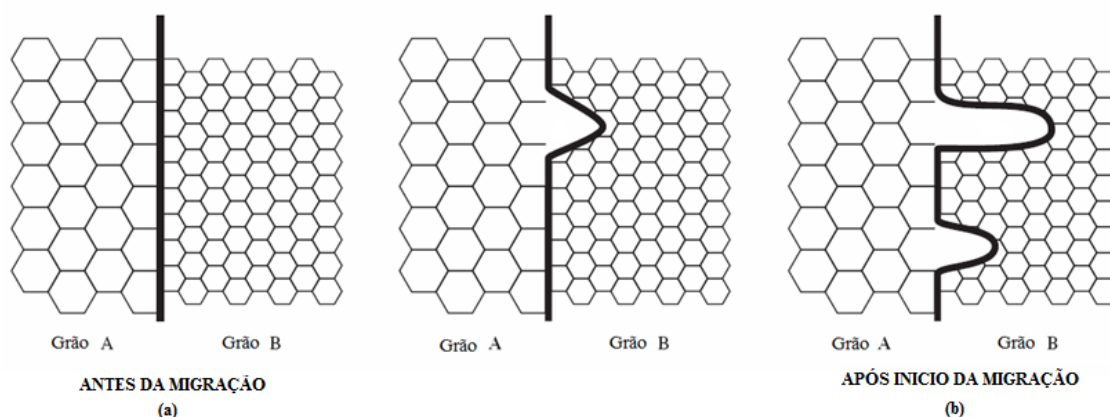


FIG.2.9 Modelo para migração de contorno induzida por deformação (MCID). (a) antes da migração e (b) depois do início da migração (RIOS et al., 2005).

Segundo Lima e colaboradores (2001), a maior disputa na literatura sobre os modelos de nucleação na recristalização está na ocorrência dos mecanismos de coalescimento de subgrãos e migração de subcontornos.

A teoria de migração de contornos de baixo ângulo (subcontornos), também chamado de modelo Cahn-Cottrell, toma como base o fenômeno de poligonização, onde regiões de baixa densidade de discordâncias são envolvidas por subcontornos. Uma vez que o subgrão é formado, este será capaz de crescer a custa dos vizinhos por uma migração do contorno de subgrão (RIOS et al., 2005). A movimentação de tal subcontorno absorve discordâncias, aumentando sua diferença de orientação, sua energia e sua mobilidade transformando-se em um contorno de alto ângulo, consequentemente caracterizando a nucleação (FIG.2.10).

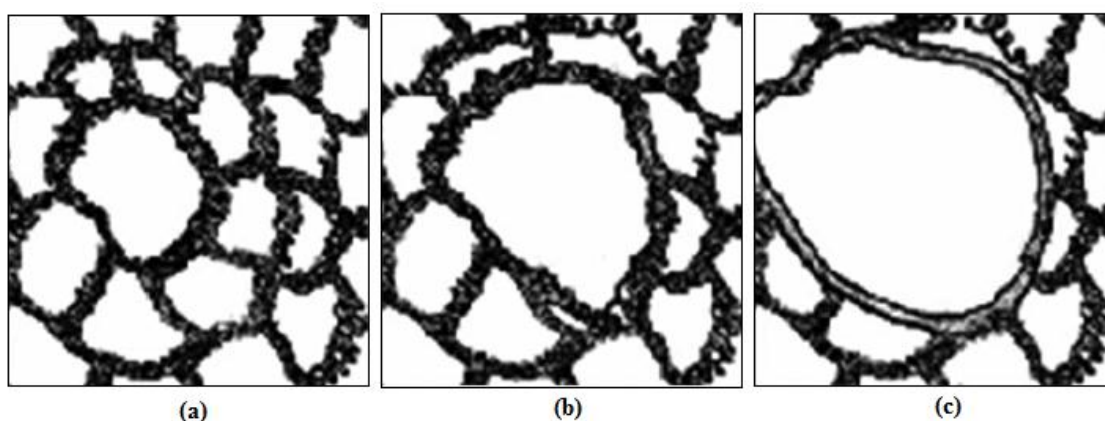


FIG.2.10 A sequência da nucleação da recristalização iniciando de um subgrão: (a) estrutura inicial; (b) o subgrão maior cresce em detrimento dos menores; e (c) formação de uma área livre de defeitos associada ao contorno de alto ângulo (RIOS et al., 2005).

O modelo de coalescimento de subgrão toma como base o crescimento de subgrãos, em que o mecanismo de coalescência promove o desaparecimento de subcontornos (diminuindo a

energia armazenada) e altera as diferenças de orientação entre um grupo de subgrãos que coalesceram e seus subgrãos vizinhos. O aumento da diferença de orientação leva ao aparecimento de um contorno de alto ângulo capaz de migrar em alta velocidade, formando o núcleo de recristalização (RIOS et al., 2005). A FIG.2.11 ilustra esquematicamente a formação de um núcleo por coalescência de subgrãos.

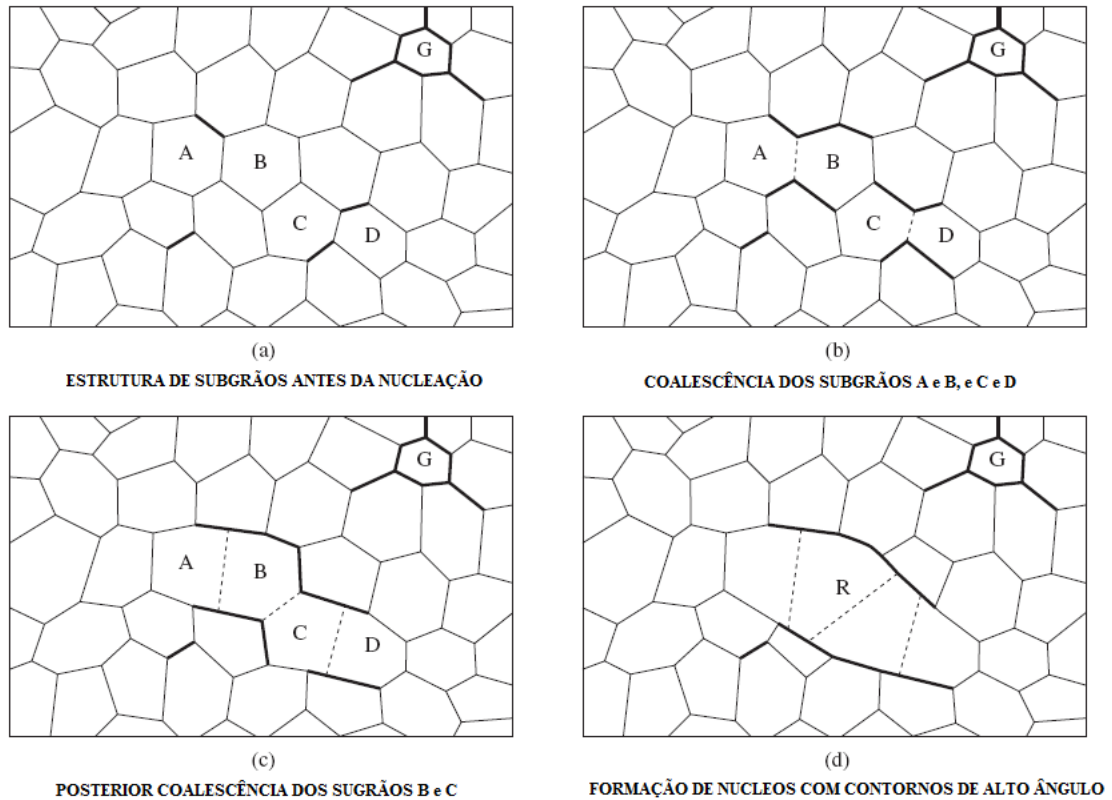


FIG.2.11 Representação esquemática de um grão recristalizado. A diferença de orientação dos subgrãos está representada por linhas tracejadas: (a) Estrutura original; (b) coalescência dos pares pela eliminação de contornos em comum; (c) coalescência dos pares A/B e C/D; e(d) grão recristalizado originado de um grupo de subgrãos coalescidos. A linha mais espessa representa um contorno de alto ângulo (RIOS et al., 2005).

Rios et al. (2005) tentam resumir e definir condições, encontradas na literatura, para o ocorrência dos três mecanismos de nucleação na recristalização primária, TAB.2.1.

TAB.2.1 Resumo dos mecanismos que descrevem o início da recristalização.

Migração de contornos induzida por deformação	Migração de subcontornos	Coalescimento de subgrãos
Baixas deformações (até ~40%)	Altas deformações	Deformações moderadas
Deformação a quente	Altas temperaturas	Temperaturas relativamente baixas
	Tamanhos de subgrão heterogêneos	Grandes diferenças de orientação
	Metais de baixa EFE	Bandas de transição
		Metais de alta EFE

Fonte: Rios et al. (2005).

Formados os núcleos, quer seja por qualquer uma das teorias de nucleação, estes tendem a crescer de maneira contínua (crescimento normal) ou descontínua (crescimento anormal) e são potencializados pela diminuição da energia dos contornos (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). O crescimento dos grãos recristalizados se dá pela migração de contornos de alto ângulo sobre a matriz encruada eliminando defeitos cristalinos, esta reação difusional continua até que os grãos recristalizados se toquem mutuamente, ou seja, a recristalização primária termina quando as frentes da reação se encontram (PADILHA; SICILIANO JR., 2001).

A partir de inúmeras informações ao longo de mais de setenta anos de estudo sobre recristalização primária, Turnbull e Burke, em 1952, juntamente com Cahn, 1949, e Mehl em 1948 formularam as leis da recristalização, resumidas a seguir (CAHN; HAASEN, 1996):

- É preciso uma deformação mínima (crítica) para iniciar a recristalização. A deformação deve ser suficiente para produzir núcleos para a recristalização e para prover a necessária força motriz que sustentará o crescimento do grão nucleado;
- Aumentando o tempo de recozimento ocorre a diminuição da temperatura necessária para recristalização. A recristalização é uma transformação de fase termicamente ativada, ou seja, extremamente dependente do tempo e da temperatura em que a reação ocorre;
- A temperatura em que ocorre a recristalização diminui com o aumento da deformação. A energia armazenada, que é a força motriz da recristalização, aumenta com aumento da deformação;

- Quanto maior a temperatura de recristalização do material maior a quantidade de deformação necessária para ativar tal processo;
- O tamanho final do grão depende principalmente do grau de deformação e da temperatura de recozimento, sendo que para maiores graus de deformação e menores temperaturas de recozimento, o recristalização se finda com grãos menores;
- Sob uma quantidade fixa de energia armazenada na deformação, a temperatura de recristalização varia com o tamanho de grão da estrutura deformada e com temperatura de deformação. O aumento do tamanho de grão da estrutura deformada e da temperatura de deformação proporciona um aumento da temperatura de recristalização, pois os grãos grandes referem à menor área de contorno de grão e com isso diminui os sítios de nucleação tornando necessário o aumento da temperatura para que a nucleação seja mais rápida. Em altas temperaturas de deformação a probabilidade de recuperação dinâmica é maior e conseqüentemente a energia armazenada na deformação é menor desfavorecendo a nucleação e o crescimento.

As leis da recristalização estabelecidas foram relativamente simples comparadas à complexidade dos fenômenos por trás da recristalização, assim vários fatores como a estrutura deformada, orientação e tamanho inicial dos grãos, quantidade de soluto, temperatura e modo de deformação e as condições de recozimento, afetam a taxa de recristalização.

2.1.3.2 RECRISTALIZAÇÃO SECUNDÁRIA

O crescimento de grão pode ser dividido em dois tipos: crescimento normal de grão e crescimento anormal de grãos ou recristalização secundária (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). O crescimento normal é classificado como um processo contínuo, pois a microestrutura cresce uniformemente e há apenas uma pequena variação do tamanho e da forma dos grãos. Já no crescimento anormal (processo descontínuo) poucos grãos da microestrutura crescem e consomem a matriz de pequenos grãos e uma distribuição bimodal do tamanho de grão é desenvolvida (CAHN; HAASEN, 1996; HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

A redução da energia dos contornos de grão é o potencial termodinâmico para o crescimento anormal de grãos. Este crescimento anormal envolve migração de contornos de alto ângulo, portanto a cinética da mobilidade dos contornos será fortemente influenciada pela temperatura, pois a força motriz para tal crescimento é muito pequena (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004; PADILHA; SICILIANO JR., 2001; RIOS, 2001).

Para que o crescimento de grão descontínuo suceda é necessário que a estrutura contenha contornos de alta mobilidade, devido ao baixo potencial termodinâmico para migração de contornos (PADILHA; SICILIANO JR., 2001). Existem contornos que possuem alta mobilidade para orientações específicas, estes são chamados de contornos especiais ou contornos CSL (sítios de coincidência). A rigor, estes contornos são sítios de coincidência entre duas redes cristalinas que se formam em determinados ângulos de desorientação, como mostra na TAB 2.2 para alguns materiais. 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, FIG.2.12. De acordo com Humphreys e Hatherly (2004), quanto menor o valor de Σ , mais ordenado estará o contorno de grão CSL (TAB.2.2).

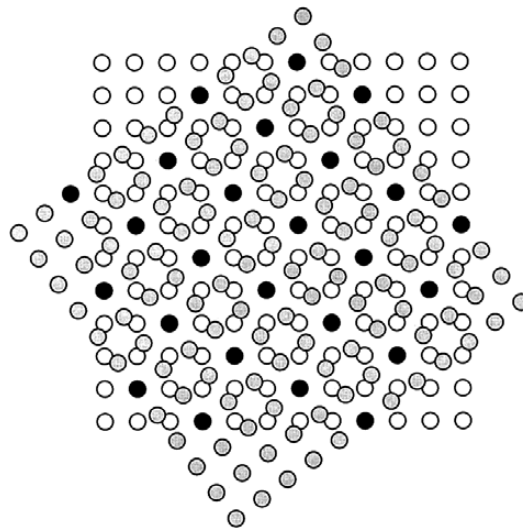


FIG.2.12 Desenho esquemático de um contorno CSL tipo $\Sigma=5$ formado por duas redes cúbicas simples através da rotação de 36,9 sobre o eixo $\langle 001 \rangle$. Os círculos pretos (cheios) representam os sítios comuns às duas redes (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

TAB.2.2 Algumas relações de orientações para que suceda os contornos CSL.

Material	Sigma	Ângulo de desorientação, θ
Al	$\Sigma = 7$	38,2° em relação à direção $\langle 111 \rangle$
Zn	$\Sigma = 13$	30° em relação à direção $\langle 001 \rangle$
Fe-3%Si	$\Sigma = 19$	26,5° em relação à direção $\langle 110 \rangle$

Fonte: Rios et al. (2005).

2.1.3.3 TEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO

A orientação cristalográfica resultante do fenômeno de recristalização é chamada de textura de recristalização. A origem das texturas de recristalização durante o recozimento de um metal deformado é explicada por duas teorias divergentes, a nucleação orientada e o crescimento orientado. O modelo de nucleação orientada é baseado no conceito de que ocorre, com frequência, a formação de núcleos com a mesma orientação cristalográfica da textura de recristalização, isto é, os núcleos iniciais determinam a textura final do material. Já para o crescimento orientado a orientação dominante é alcançada pelo crescimento de alguns núcleos, com orientações específicas em relação à matriz, que crescem mais rapidamente, e deste modo, dominam a textura de recristalização (DOHERTY, 1997).

A textura de deformação é o substrato para formação da textura de recristalização, assim como o material deformado é para a recristalização. O processo de recristalização pode tanto levar à ausência de textura, como desenvolver componentes de textura extremamente intensas ou, simplesmente, não alterar a textura de deformação (LIMA et al., 2001).

Gorelik (1981) ressalta que existem outros fatores que influenciam mais significativamente na textura de recristalização do que a textura de deformação. Segundo o autor, a formação da textura de recristalização depende principalmente das heterogeneidades microestruturais formadas na deformação. O escorregamento de discordância acontece apenas nos primeiros estágios da nucleação. Nos estágios mais avançados do processo estão associados com escalagem de discordâncias, migração de contornos de alto ângulo, deslocamentos atômicos coletivos e difusão de átomos individuais. Por esta razão, a cristalografia do escorregamento exibe um leve efeito no tipo de textura de recristalização.

Os fatores mais relevantes na formação da textura de recristalização são: a composição do metal; a presença de impurezas e, principalmente, as partículas de segunda fase não dissolvidas, que envolve sua distribuição, tamanho e capacidade de interagir seletivamente com vários contornos; a textura de deformação; a temperatura e o tempo de recozimento; a atmosfera em que o recozimento é realizado e a espessura da chapa (GORELIK, 1981).

Segundo Lima e colaboradores (2001), os sítios de nucleação influenciam fortemente na formação de textura de recristalização. Sendo que, os grãos nucleados em maclas e partículas de segunda fase contribuem para a aleatoriedade da textura no material.

Para os aços do tipo CCC o que nota é o fortalecimento da fibra $\gamma - \{111\}$ após a recristalização, provavelmente devido à nucleação orientada, pois os grãos com orientação $\{111\}$ armazenam maior energia na deformação e conseqüentemente recristalizam-se mais prontamente (HUTCHINSON, 1984).

A Textura de recristalização para metais CCC é muito similar à de deformação, ou seja, a textura é composta por fibras α e γ . Portanto, parte da fibra α é eliminada na recristalização, especialmente no intervalo entre $\{001\}\langle 110\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$. A fibra γ permanece relativamente inalterada e, em alguns casos, pode ser reforçada (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Hutchinson e Hate, estudando aço IF, visualizaram que algumas texturas de deformação vão desaparecendo ao longo da recristalização, e conseqüentemente, são reforçadas outras componentes de textura como, $\{554\}\langle 135\rangle$, $\{554\}\langle 225\rangle$ e $\{111\}\langle 110\rangle$, FIG.2.13.

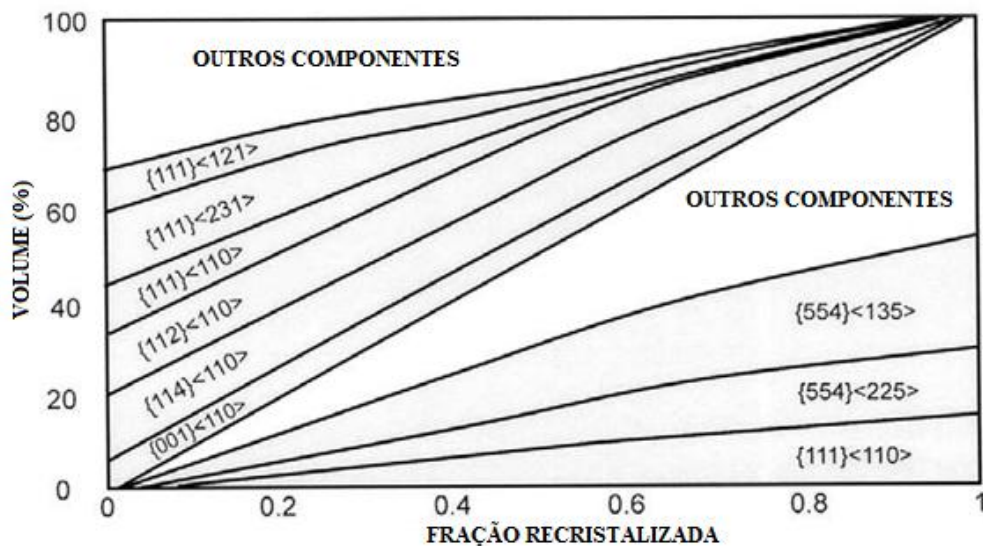


FIG.2.13 Variações no volume percentual de componentes de textura de deformação (região superior), que diminuem ao longo da recristalização e componentes de textura de recristalização (região inferior) que aumentam durante o recozimento de um aço IF com 75% de deformação (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

2.2 AÇOS ELÉTRICOS DE ALTA PERMEABILIDADE MAGNÉTICA

2.2.1 DESENVOLVIMENTO E PRODUÇÃO DOS AÇOS ELÉTRICOS DE GRÃO ORIENTADO DE ALTA PERMEABILIDADE MAGNÉTICA

Os aços elétricos de grão orientado (GO) são largamente utilizados em transformadores da rede de distribuição de energia elétrica, em que o fator crítico é a perda de potência na magnetização cíclica. O teor típico de silício nesses aços é de aproximadamente 3%. O silício aumenta a resistividade elétrica, porém em altos teores torna tais ligas mais frágeis, diminuindo a trabalhabilidade a frio (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004).

O aço silício GO é caracterizado por uma forte textura $\{110\}\langle 001\rangle$, denominada textura Goss em homenagem a Norman P. Goss, que em 1934 desenvolveu um processo de obtenção de tal componente de textura que foi, no ano seguinte, industrializado pela empresa ARMCO. Tal processo é caracterizado por laminação a quente seguida de dois estágios de laminação a frio, com recozimento intermediário entre os dois estágios, e dois recozimentos consecutivos: o primeiro em atmosfera descarbonetante e o segundo em altas temperaturas por um longo período de tempo criando condições para o grão Goss crescer anormalmente (XIA et al., 2008).

Aproximadamente 30 anos depois, a Nippon Steel Corporation (NSC) produziu um novo tipo de aço elétrico de grão orientado com alta permeabilidade magnética (HGO). A alteração do processo ARMCO está na laminação a frio e na utilização de inibidores de crescimento. O HGO é desenvolvido por um único estágio de laminação a frio, com alta deformação, e pela adição de partículas de nitreto de alumínio (AlN) para inibir o crescimento de grão na recristalização primária (XIA et al., 2008).

Xia e coautores (2008) fizeram um apanhado das principais tecnologias de produção desenvolvidas, nos últimos 70 anos, para melhorar as propriedades magnéticas dos aços elétricos de grão orientado. Esta melhoria tem sido alcançada por três tecnologias: (1) melhoria do alinhamento $\langle 001\rangle$; (2) desenvolvimento de chapas de menores espessuras e (3) estabelecimento de técnicas de refino dos domínios magnéticos.

Este trabalho está pautado na tecnologia de aumento do alinhamento $\langle 001\rangle$, pois o controle da textura é o núcleo da tecnologia de produção dos aços elétricos de grão orientado,

já que o desenvolvimento da textura é fundamental para aumentar a permeabilidade magnética nestes aços.

O processo de obtenção de HGO desenvolvido na APERAM é descrito pelo desenho esquemático na FIG.2.14.

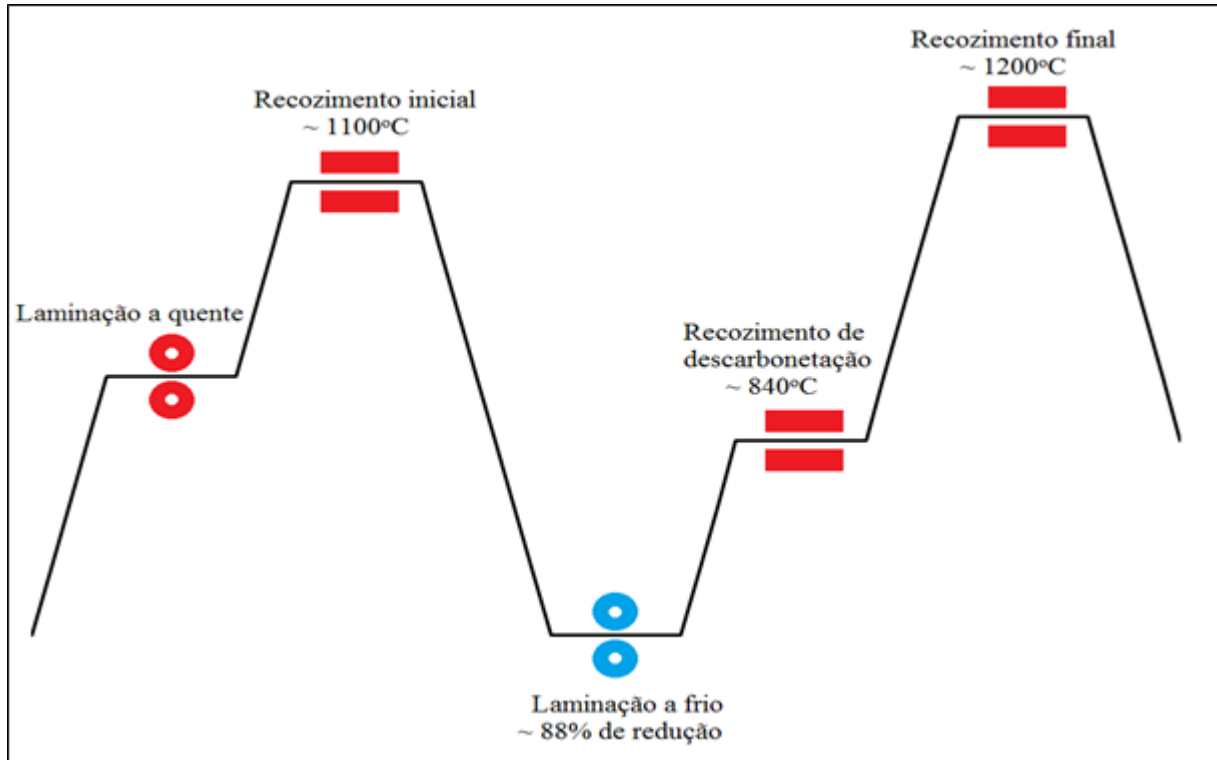


FIG.2.14 Desenho esquemático do processo de produção de aço elétrico HGO (Autor).

O aço silício de alta permeabilidade magnética, além da complexidade da sua metalurgia, tem um processo altamente encadeado tornando cada etapa deste processo estritamente relevante para obtenção do produto final. Este processo é extenso e dividido em várias etapas: Laminação a quente; Recozimento inicial; Laminação a frio; Recozimento de decarbonetação e Recozimento em caixa.

A laminação a quente é utilizada com o intuito de diminuir expressivamente a espessura, geralmente a espessura final é de 2,3 mm, especificamente nos aços HGO ocorre a precipitação de sulfetos de manganês nesta etapa. Em seguida, o material é submetido a um recozimento com o objetivo de precipitar o nitreto de alumínio. O sulfeto de manganês e o nitreto de alumínio são utilizados na ancoragem dos contornos e inibição do crescimento de grão da matriz primária.

Existem dois tipos de inibidores, que se distinguem pela maneira de serem introduzidos no aço, os inibidores inerentes e os adquiridos. Os inibidores inerentes já estão presentes no material desde a laminação a quente. Os inibidores adquiridos são produzidos por nitretação

da tira laminada a frio. Esta nitretação é realizada depois do recozimento de descarbonetação por injeção de amônia à atmosfera do forno. A TAB.2.3 resume os tipos e a formação dos inibidores de crescimento de grão.

TAB.2.3 Classificação dos inibidores de crescimento de grão.

Tipo de formação de inibidores	Temperatura de aquecimento das placas (°C)	Formação de inibidores	
		Área quente	Área fria
Inerente	1250-1400	<ul style="list-style-type: none"> - Teores dos elementos inibidores (Al, N) são modificados para diminuir a temperatura de solubilidade. - Os inibidores precipitam durante a laminação a quente ou durante o aquecimento das tiras a quente. 	<ul style="list-style-type: none"> - Fortalecer a inibição, com altos teores de nitrogênio na atmosfera durante o recozimento em caixa
Adquirido	1150-1200	<ul style="list-style-type: none"> - Formação de inibidores é evitada. 	<ul style="list-style-type: none"> - Baixa temperatura DE nitretação (750°C) com adição de NH₃ depois da descarbonetação. -O inibidor é formado pela afinidade do Al com o N, formando AlN durante a fase de aquecimento no recozimento em caixa.

Fonte: Xia et al. (2008).

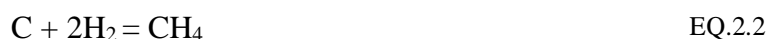
A laminação a frio deste processo se difere da convencional pelo fato de aplicar uma forte redução da espessura em uma etapa única (XIA et al., 2008). Vários autores, Tanino et al. (1981); Matsuo (1989); Hong e Han (2002); Haratani et al. (1984), adicionaram entre os passes da laminação a frio, um tratamento chamado envelhecimento entre passes.

O tratamento térmico de envelhecimento entre passes ocorre sob uma faixa de temperatura, normalmente entre 150 e 350°C, por poucos minutos. Este tratamento restringe determinados sistemas de escorregamento e aumenta a densidade de discordâncias, pois estas interagem com os finos carbonetos e carbono em solução (HONG; HAN, 2002). O carbono em solução produz um emaranhado de discordâncias e diminui o efeito do mecanismo de aniquilação de discordâncias durante a laminação a frio (MATSUO, 1989; HONG; HAN, 2002).

A descarbonetação é a etapa subsequente à laminação a frio. Embora indesejável no produto final, o carbono mais alto é essencial na laminação quente e no envelhecimento entre passes. Na laminação a quente a presença de austenita favorece a dissolução do AlN e no envelhecimento entre passes o carbono é essencial, pois este é um processo de envelhecimento por deformação em que as discordâncias são ancoradas por átomos de carbono. A descarbonetação do aço é necessária, pois dependendo da concentração de carbono no produto final pode ocorrer a precipitação de carbonetos que causam o envelhecimento magnético (MATSUO, 1989).

As principais funções do tratamento de recozimento primário é a recristalização e descarbonetação do material. Esta etapa do processo de produção de aço HGO é extremamente importante, pois os grãos Goss presentes neste recozimento são os núcleos para recristalização secundária e a subsequente formação da textura final.

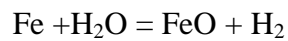
Segundo Yamazaki (1969), a atmosfera do recozimento de descarbonetação é composta por nitrogênio e/ou hidrogênio e vapor de água. A reação da atmosfera com o carbono do aço consegue reduzir em até 95% o carbono proveniente da aciaria, atingindo concentrações inferiores a 20ppm. Tal reação é realizada em altas temperaturas, descrita pelas EQ.2.1 e EQ.2.2. O carbono é extraído do aço pela reação com o vapor de água e/ ou com o hidrogênio, formando gás carbônico e metano.



Ao mesmo tempo em que a atmosfera do recozimento retira o carbono do aço, esta também reage com a superfície do mesmo, formando uma subcamada de óxidos composta por faiárita e sílica (YAMAZAKI, 1969).

Komatsubara (1996) relata que a subcamada de óxidos é formada devido à dissociação do oxigênio do vapor de água na superfície do aço. O silício possui maior afinidade com o oxigênio do que o ferro, com isso é formado a sílica nas proximidades da superfície da chapa,

FIG.2.15(1). Se aumentar o potencial do oxigênio da reação do mesmo com o silício, a sílica gerada é convertida em faialita cristalina de acordo com a Figura FIG.2.15(2-3). Com o aumento mais pronunciado do potencial do oxigênio o ferro é oxidado, de acordo com a reação (EQ. 2.3). Porém a formação de óxido de ferro é prejudicial às propriedades magnéticas e com isso o potencial de oxigênio é controlado para evitar tal reação. Este controle é feito pelo ponto de orvalho.



EQ. 2.3

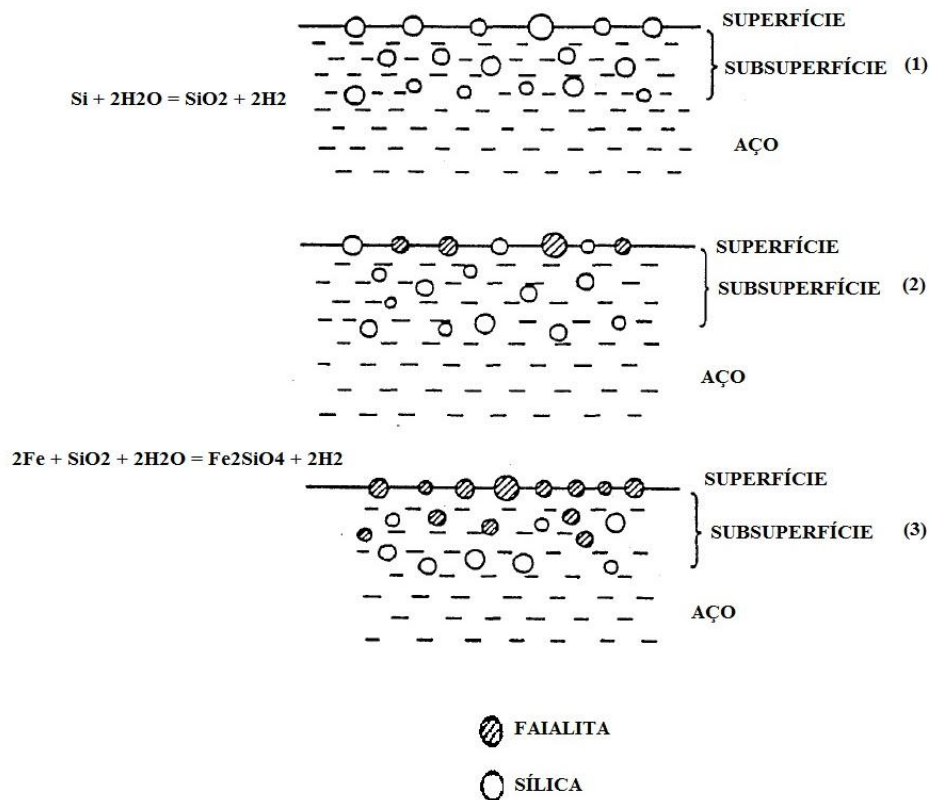


FIG.2.15 Evolução da formação da camada de óxidos no aço elétrico GO: (1) Reação silício presente no aço com as moléculas de água formando a sílica; (2) Reação da sílica com o ferro e a água formando a faialita; (3) A camada de sílica é convertida em faialita (KOMATSUBARA, 1996).

A descarbonetação ocorre durante todo o ciclo de recozimento, porém é mais pronunciada na fase de aquecimento do aço, onde a formação da oxidação primária é pequena. A partir da formação da subcamada de óxidos, a descarbonetação reduz significativamente, pois essa subcamada converte-se em uma barreira para a reação do carbono com a atmosfera (YAMAZAKI, 1969).

De acordo com Ushigami (2003), a camada de óxidos controla a taxa de saída dos inibidores de crescimento de grão durante o recozimento em caixa, pois uma baixa taxa de

saída dos inibidores previne o crescimento de grão, prolonga o tempo de incubação antes da recristalização secundária e promove o crescimento seletivo de grãos com orientação Goss.

As condições de processo de descarbonetação influem no teor de carbono final e conseqüentemente no envelhecimento magnético. Diante disso, Silveira e colaboradores (2011), estudaram a influência das diferentes condições de processo empregadas durante a descarbonetação de um aço elétrico de grão orientado nos teores de carbono e oxigênio, perdas e permeabilidade magnética do aço após recozimento.

Silveira (2011), em seu trabalho variou o ponto de orvalho, a temperatura do forno e o potencial de água e hidrogênio em aços elétricos de grão orientado. O autor concluiu que a descarbonetação é mais eficiente para altas temperaturas e para pontos de orvalhos mais altos. Não foi observado blindagem do carbono gerada pela oxidação da superfície.

Depois do processo de descarbonetação, a chapa de aço é então revestida com magnésia e posteriormente submetida a um recozimento final em forno tipo caixa a uma temperatura aproximada de 1200°C. Esta etapa final é caracterizada por desenvolver a orientação preferencial Goss, remover impurezas e inclusões. Os inibidores de crescimento de grão são dissolvidos e absorvidos pelo filme de vidro formado na superfície pela ação da magnésia (YAMAZAKI, 1969).

2.2.2 O DESENVOLVIMENTO DA TEXTURA GOSS

O desenvolvimento da textura Goss é essencial para o bom desempenho dos aços elétricos de grão orientado. Grãos com esta orientação devem ser nucleados no material, ser capazes de crescer e, por conseguinte outras orientações não devem crescer para que a textura dominante do material seja (110)[001].

Segundo Humphreys e Hatherly (2004), no processo de laminação a quente o atrito entre a superfície da chapa e os rolos do laminador induz a formação de uma textura de cisalhamento próxima à superfície, a orientação Goss {110}<001>. Tal fato pode ser confirmado através da FIG.2.16, resultado do estudo de Shin et al. (2007) que analisam amostras de aço elétrico GO com 3% de silício.

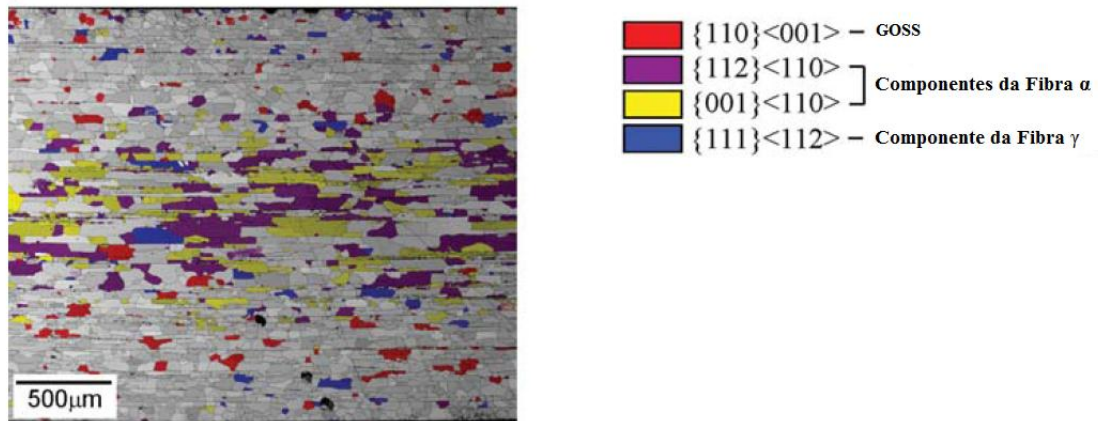


FIG.2.16 Mapa de Orientação sobreposto a um mapa de índice de qualidade uma chapa de aço GO laminada a quente ao longo da espessura (SHIN et al., 2007).

No processo normal de deformação, grande parte da orientação Goss é perdida durante a laminação a frio, pois sofre rotações formando dois componentes usuais de textura, $\{112\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle 110\rangle$. Contudo, Humphreys e Hatherly (2004) ressaltam que o uso de duas pequenas deformações a frio sequenciais pode colaborar para minimizar a redução do componente Goss.

Dorner et al. (2007) e Humphreys e Hatherly (2004) sugerem que grãos com orientação Goss são retidos nas bandas de cisalhamento no centro das microbandas, separando as orientações acima ($\{112\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle 110\rangle$), e ditam a textura final de aços elétricos de grão orientado, uma vez que supostamente crescem anormalmente no recozimento final.

Dorner e colaboradores (2007) utilizaram um monocristal de aço silício com orientação $(110)[001]$, descreve que a orientação Goss é retida nas bandas de cisalhamento e microbandas durante a laminação a frio, sendo que em bandas de cisalhamento são retidos grãos com orientação Goss quando a deformação é superior a 70%. Segundo Dorner e colaboradores (2007), em amostras laminadas com 89% de redução de espessura, através de um EBSD acoplado em um microscópio de varredura com uma fonte FEG, foram visualizados dois tipos de regiões com orientação Goss, as bandas de cisalhamento e as microbandas (FIG.2.17). Os baixos índices de qualidade dos padrões de Kikuchi colhidos das regiões com bandas de cisalhamento é um indicativo de que este tipo de heterogeneidade armazena um número maior de energia do que as microbandas.

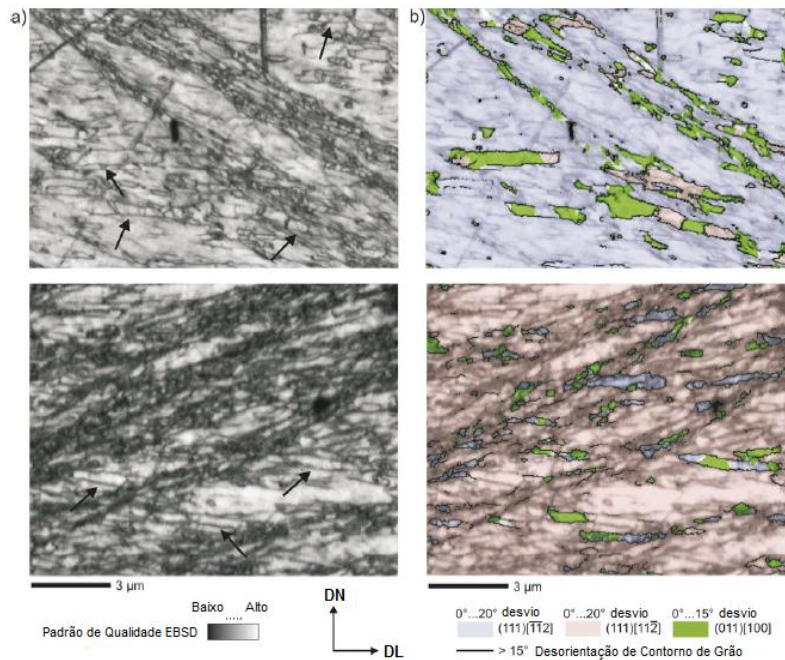


FIG.2.17 Grãos Goss localizados em microbandas em aço silício de grão orientado com 89% de deformação. (a) Mapa do índice de qualidade colhido no EBSD mostrando microbandas paralelas às heterogeneidades (indicado nas setas). Além disso, são presentes bandas de cisalhamento com baixo padrão de qualidade. (b) Padrão de qualidade combinado com mapa de orientação cristalina. Grãos Goss alinhados dentro das bandas de cisalhamento também são visíveis (DORNER et al., 2007).

Haratani e colaboradores (1984), utilizando monocristal $(111)[11\bar{2}]$ e amostras retiradas do processo de fabricação de aço silício avaliaram o efeito das bandas de cisalhamento na formação da textura Goss. Os autores concluíram que a existência de uma granulação grosseira abaixo da superfície da chapa antes da laminação é necessária pra o sucesso do desenvolvimento da textura Goss em um aço HGO, pois as bandas de cisalhamento são formadas nesses grãos durante a laminação a frio, e estas são preferenciais para a nucleação de grãos Goss durante a recristalização primária. Esses autores avaliaram o efeito do envelhecimento entre passes na laminação a frio de monocristais com orientação $(111)[11\bar{2}]$ e observaram que esse envelhecimento estimulava a formação de bandas de cisalhamento.

Ushioda e Hutchinson (1989), estudaram o papel das bandas de cisalhamento na formação de textura de recristalização em monocristais de aço com 3% de silício com orientação $(111)[11\bar{2}]$. Os autores visualizaram dois tipos de bandas de cisalhamento: tipo I a 35° da direção de laminação e a do tipo II a 17° da direção de laminação. Os grãos recristalizados preferencialmente ao longo das bandas de cisalhamento do tipo I possuem orientação Goss dispersa a aproximadamente 10° da direção $[110] // DT$. Já os grãos nucleados nas bandas do tipo II possuíam orientação Goss com larga dispersão

(aproximadamente 25°) da direção $[110] // DT$. Tais informações estão representadas pela figura de pólo dos planos $\{100\}$ (FIG.2.18).

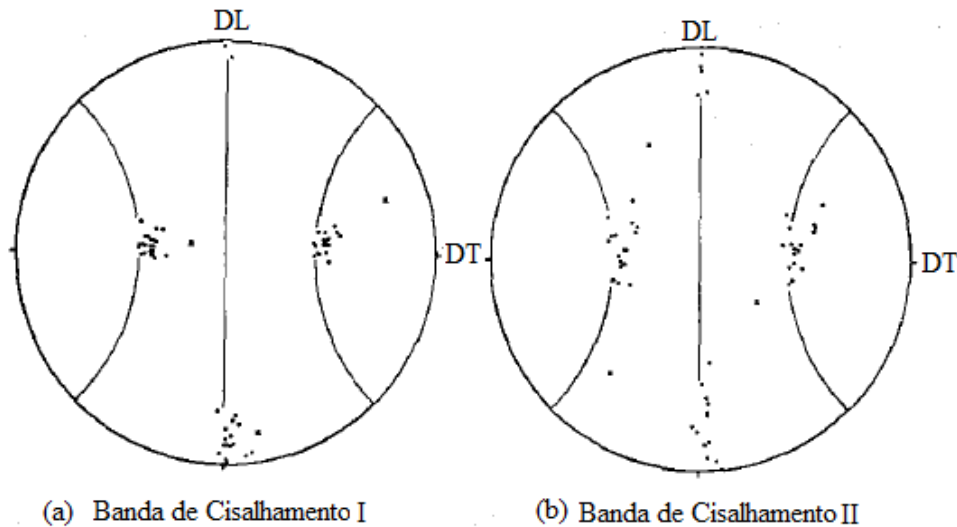


FIG.2.18 Figura de pólo dos grãos nucleados ao longo das bandas de cisalhamento. (a) bandas de cisalhamento do tipo I e (b) bandas de cisalhamento do tipo II (USHIODA; HUTCHINSON, 1989).

Os autores Tanino et al. (1981); Matsuo (1989); Hong e Han (2002); Haratani et al. (1984), avaliaram o efeito do envelhecimento entre passes no desenvolvimento da textura Goss de aço elétrico de grão orientado.

Tanino e colaboradores (1981) analisaram o efeito do envelhecimento, de 250°C por 5 minutos entre os passes 30, 48, 57, 65, 72 e 78% de redução na laminação a frio, sobre a formação de componente de textura Goss em um aço HGO. Eles observaram amostras com e sem tratamento de envelhecimento, a fim de avaliar o resultado do envelhecimento entre passes na estrutura deformada e recristalizada primariamente.

A estrutura deformada com envelhecimento apresentou um pronunciado aumento de bandas de cisalhamento, estas localizadas perpendicularmente à direção de laminação, indicando que o envelhecimento entre passes aumenta a ocorrência de bandas de cisalhamento (TANINO et al., 1981). Sabe-se que grãos com a orientação $(110)[001]$ não são estáveis na laminação a frio, portanto esta orientação se transforma nas orientações $\{111\}\langle 112 \rangle$ durante o trabalho a frio. Tanino e co-autores perceberam que o envelhecimento entre passes travou alguns sistemas de deslizamento, devido à interação das discordâncias com os carbonetos, nitretos e carbono em solução. Tal mecanismo, sob leves reduções de espessura, proporcionou uma retenção da orientação Goss nas bandas de cisalhamento, FIG.2.19(a). Sob alta deformação, FIG.2.19(b) a restrição dos sistemas de deslizamento é mais complexa,

orientações dispersas e distribuídas de $(210)[001]$ até $(120)[001]$, pertencentes ao eixo $[001]$ e próximas da exata orientação Goss são desenvolvidas ao longo das bandas de cisalhamento.

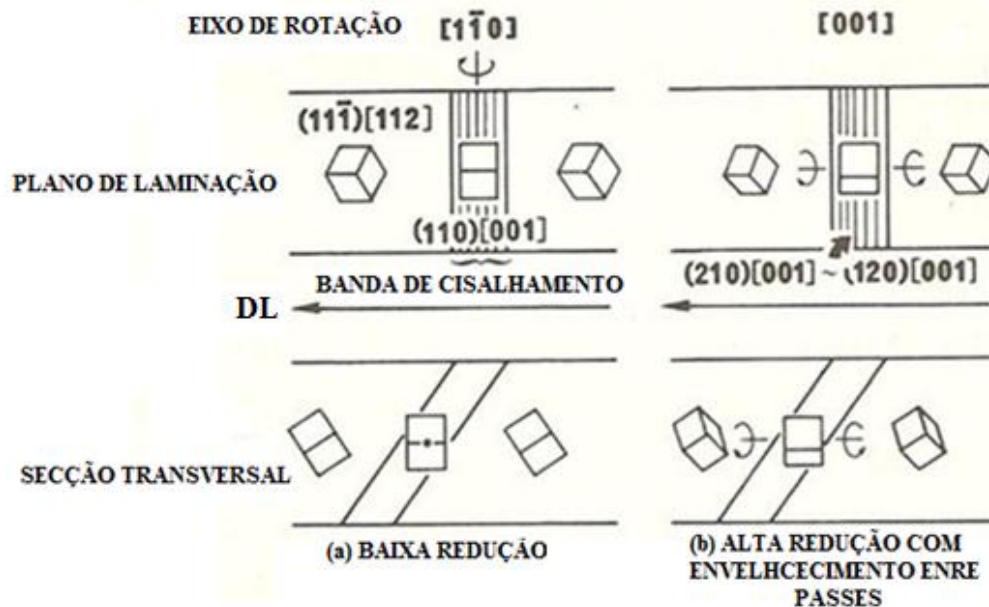


FIG.2.19 Modelo esquemático de bandas de cisalhamento ocorrendo perpendicularmente à direção de laminação (TANINO et al., 1981).

Tanino et al. (1981) fizeram um levantamento da fração volumétrica de grãos com orientação $\{110\}$ em função da quantidade de deformação, laminando em apenas uma direção em laminação reversa. O resultado é que o volume de grãos $\{110\}$ diminuiu com o aumento da deformação, mas a quantidade de grãos $\langle 110 \rangle // DN$ foi alta em chapas que deformadas por laminação reversa, em comparação com a laminação convencional. Isto implica que parte dos cristais que foram parcialmente girados de $(110)[001]$ para a orientação $\{111\}\langle 112 \rangle$ na laminação reversa podem ter retornado à orientação inicial $(110)[001]$.

Na recristalização primária, Tanino et al. (1981) variaram a temperatura de recozimento e observaram que o número de grãos $\{110\}$ por unidade de área aumentou rapidamente entre 625° e 700°C , decrescendo em temperaturas maiores devido à ocorrência de uma forte coalescência desses grãos. Os autores compararam a coalescência dos grãos com orientação Goss com o modelo de coalescência de subgrão proposto por Hu (1962 apud HUMPHREYS; HATHERLY, 2004). Em amostras sob envelhecimento, os novos grãos recristalizados nuclearam em bandas de cisalhamento e bandas de deformação, e nas amostras sem o tratamento de envelhecimento a nucleação ocorreu nos contornos de grão. O mais evidente efeito do envelhecimento entre passes na recristalização primária é a coalescência de grãos, que nucleiam em bandas de cisalhamento, formando embriões para a recristalização

secundária. As orientações típicas desses embriões são (210)[001] e (120)[001], próximas à componente Goss. Tanino et al. (1981) concluíram que o envelhecimento entre passes contribui para o aumento da permeabilidade magnética em aços ao silício de grão orientado, pois proporcionam um melhor alinhamento dos grãos na direção [001] e um refinamento do tamanho de grão da estrutura final, contribuindo fortemente para a diminuição das perdas magnéticas.

Hong e Han (2002) avaliaram o efeito do envelhecimento entre passes na textura de recristalização primária em um aço HGO com 3% de Si. O tratamento de envelhecimento foi realizado nas espessuras: 2,3; 1,55; 1,10; 0,70; 0,45 e 0,30mm. Tal tratamento foi feito em três condições de temperatura por 10 minutos: 150, 250 e 350°C. Em seguida o material foi submetido a um recozimento de descarbonetação por 210 segundos sob uma atmosfera de 75% de N₂ e 25% de H₂ em um ponto de orvalho de 52°C. Os autores notaram que as propriedades mecânicas aumentaram até a condição de 250°C – 10 min, já o tamanho de grão foi o menor para esta condição. A FIG.2.20 mostra a relação do tamanho de grão, depois da recristalização primária, com as várias condições de envelhecimento, nota-se que o material sem envelhecimento apresenta maior tamanho de grão.

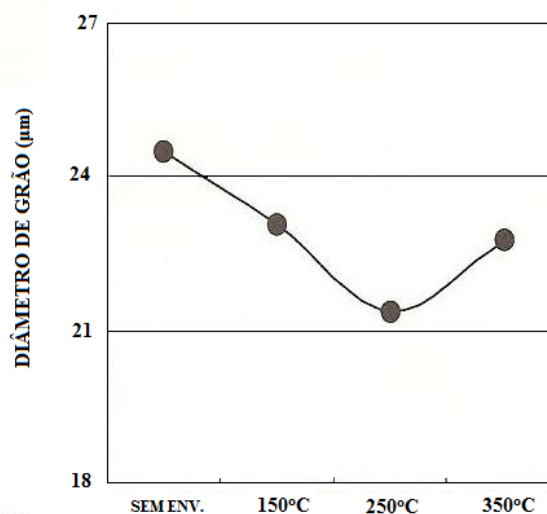


FIG.2.20 Relação do tamanho de grão depois da recristalização primária com algumas condições de envelhecimento, incluindo o material sem envelhecimento (HONG; HAN, 2002).

Hong e Han (2002) analisando a textura de recristalização primária perceberam que o envelhecimento a 150°C aumenta a quantidade de núcleos da recristalização secundária, grãos {110}<001>, e diminui a principal componente de textura {111}<112>. Ao contrário de Tanino e colaboradores (1981), os autores (HONG; HAN, 2002) notaram que a orientação {210}<001> diminui com o envelhecimento. Essas informações podem ser verificadas na

figura FIG.2.21. A orientação $\{111\}\langle 112\rangle$ é conhecida como orientação da matriz recristalizada e é facilmente consumida por grãos Goss devido a relação $\Sigma 9$ (ângulo de desorientação de $38,94^\circ$ através do eixo $\langle 110\rangle$) de sítios de coincidência das duas redes.

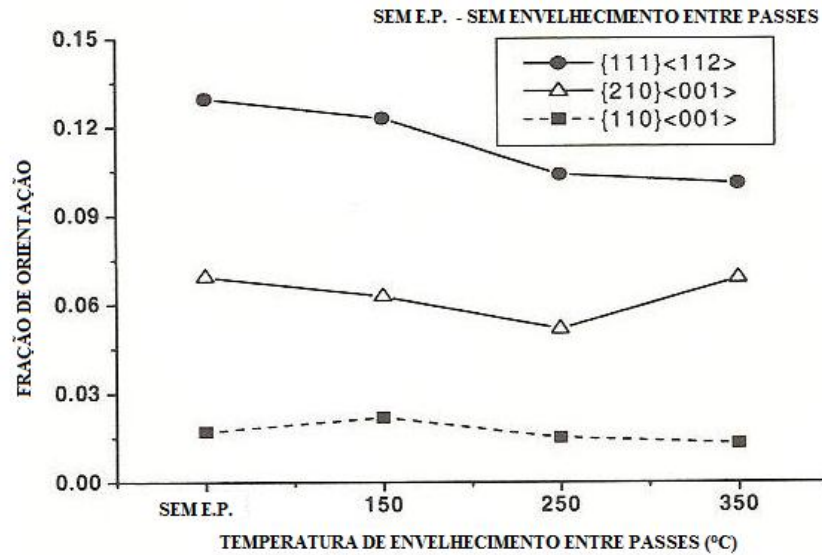


FIG.2.21 Relação da textura de recristalização primária com a temperatura de envelhecimento entre passes (HONG; HAN, 2002).

O artigo conclui que o tratamento de envelhecimento nas temperaturas entre 150 e 250°C melhoram as propriedades magnéticas dos aços elétricos HGO e enfraquece as componentes de textura $\{111\}\langle 112\rangle$ e $\{210\}\langle 001\rangle$. O envelhecimento causou uma diminuição dos contornos de baixo ângulo ao redor da orientação Goss, indicando que tal tratamento aumenta a mobilidade dos grãos com orientação Goss proporcionando um menor tamanho de grão do produto final. Foi evidenciado um aumento da densidade de contornos CSL $\Sigma 9$, 11, 19a e 27a e uma diminuição da fração de CSL $\Sigma 5,7$. Isto mostra o que envelhecimento entre passes contribui para a melhoria do aço elétrico de grão orientado, pois contornos CSL de relação $\Sigma 9$, 11, 19a e 27a são chamados de grãos da família $\{110\}$ que possuem alta mobilidade de contorno de grão proporcionando um melhor alinhamento na direção $\langle 001\rangle$ e com isso apresentando melhores propriedades magnéticas.

Chang (2007) fez um levantamento das orientações presentes na recristalização primária e secundária de um aço silício de grão orientado. É nítida a relevância da quantidade de grãos Goss (em negrito) presentes no material em relação aos componentes da fibra γ , antes predominante, depois da recristalização secundária (TAB.2.4).

TAB.2.4 Comparação da fração volumétrica de textura (%) entre a recristalização primária e secundária de aço elétrico GO.

TEXTURA	ORIENTAÇÃO	RECRISTALIZAÇÃO PRIMÁRIA	RECRISTALIZAÇÃO SECUNDÁRIA
Cubo	(001)[100]	3,0	0,9
Goss	(110)[001]	1,8	42,3
Fibra γ	(111)[1 $\bar{1}$ 0]	7,8	1,1
	(111)[1 $\bar{2}$ 1]	12,5	1,0
	(111)[0 $\bar{1}$ 1]	7,9	1,1
	(111)[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 2]	12,5	1,0
	Total	40,7	4,2
Outras	(323)[$\bar{2}$ $\bar{3}$ 4]	14,9	2,2
	(323)[1 $\bar{3}$ 1]	12,7	1,6
	(611)[0 $\bar{1}$ 1]	12,7	2,2
	(001)[1 $\bar{2}$ 0]	9,0	1,7
	(411)[0 $\bar{1}$ 1]	9,6	1,7
	(001)[1 $\bar{1}$ 0]	5,4	1,1
	(110)[1 $\bar{1}$ 0]	0,8	1,2
Proporção de textura Goss em relação a fibra γ (%)		4,4	1007,1

Fonte: Chang (2007).

Sakai et al. (1981) examinaram o processo de recristalização secundária durante o recozimento final de aço silício HGO, bem como, observaram os aspectos microestruturais de amostras com diferentes profundidades ao longo da espessura e compararam o crescimento anormal no processo de HGO com o processo convencional de produção de aço elétrico de grão orientado (CGO). Estes autores concluíram que os potenciais núcleos para a recristalização secundária, grãos Goss, estão presentes próximos a superfície e possuem um tamanho avantajado em relação aos demais grãos devido à coalescência de um conjunto de grãos, desenvolvidos na recristalização primária, de pequenos desvios da orientação $\{110\}\langle 001\rangle$. No final do recozimento, as amostras de aço CGO apresentaram maior tamanho de grão e uma maior evidência do crescimento anormal de grãos Goss comparadas com as amostras de HGO. Contudo, a maioria dos grãos das amostras de HGO possuía uma orientação mais precisa em relação à orientação $\{110\}\langle 001\rangle$.

Harase e Shimizu (1988) contradizem muitos artigos (TANINO et al., 1981; SAKAI et al., 1981) que afirmam que os grãos com orientação Goss da superfície são grandes e se encontram em colônias depois da recristalização primária. O tamanho do núcleo Goss na recristalização primária não é o fator determinante para a evolução da textura (110)[001] na recristalização secundária e que a distribuição e a migração de contornos CSL influenciam

diretamente neste mecanismo, pois grãos localizados ao redor da orientação Goss possuíam uma alta frequência de contornos de sítios de coincidência.

Jia e colaboradores (2011) analisaram um aço elétrico GO convencional e concluíram que a alta frequência de grãos Goss não contribui de maneira significativa para o desenvolvimento da textura (110)[001]. Os autores interromperam o ciclo de recristalização secundária e visualizaram que o decréscimo de componentes da fibra γ acompanha o início do crescimento de grãos Goss anormalmente. Com isso, o artigo relata que a presença de componentes da fibra γ antes da recristalização secundária é benéfica para evolução e desenvolvimento da componente Goss.

Morawiec (2011) em seu artigo sobre crescimento anormal de grãos em aço silício de grão orientado faz uma revisão crítica da existência de inúmeras teorias tentando explicar o mecanismo de crescimento exagerado de grãos Goss e a razão para a seleção desta particular orientação. Porém, nenhuma teoria deixa clara a seleção preferencial da orientação Goss no recozimento final dessa classe de materiais.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 SELEÇÃO DO MATERIAL

Para realização dos experimentos foram utilizadas amostras de aço silício de grão orientado de alta permeabilidade produzido pela Aperam South America, cuja composição química é apresentada na TAB.3.1.

TAB.3.1 Composição química do aço silício de grão orientado de alta permeabilidade (% em peso).

C	Mn	Si	Al	N	Sn	S	Cu
0,0740	0,0596	3,1041	0,0243	0,0075	0,0823	0,0230	0,1081

Fonte: Autor.

3.2 TRATAMENTO TERMO-MECÂNICO

3.2.1 LAMINAÇÃO DAS AMOSTRAS

Na laminação a frio, a espessura das amostras foi reduzida de 2,30mm para 0,27mm, equivalendo a uma redução de 88%. A redução de 2,30mm até aproximadamente 0,45mm foi realizada em 16 passes, invertendo o sentido de laminação a cada 4 passes. A redução de 0,45mm até a espessura final, 0,27mm, foi atingida através de um número de passes necessários para obtenção de amostras com boa forma, mantendo o mesmo sentido de laminação.

A laminação a frio foi feita em um laminador piloto reversível de modelo 4-085 do fabricante Fenn, com cilindros de 250mm de diâmetro e capacidade de carga de 150 toneladas, na configuração duo, até a espessura de 1,00mm. No mesmo laminador, na configuração quadro com cilindros de 100mm de diâmetro, ocorreu a redução de 1,00mm para 0,27mm.

Parte do material foi laminado a frio sob um tratamento de envelhecimento entre os passes da laminação, este tratamento foi realizado em um forno mufla, tipo túnel do fabricante EDG, sob uma temperatura de 250°C por 10 minutos nos passes de redução de 57, 70 e 78%, respectivamente.

3.2.2 RECOZIMENTO DE DESCARBONETAÇÃO

A interrupção dos ciclos foi obtida com o auxílio de um equipamento de tratamento térmico tiras AN1468 (forno tipo tubular) do fabricante Analógica Instrumentação e Controle (FIG.3.1).



FIG.3.1 Forno tubular utilizado na interrupção do ciclo de descarbonetação.

As amostras foram inseridas em duplicatas (uma amostra com envelhecimento e outra sem) e submetidas a diferentes ciclos de descarbonetação. Estes ciclos foram interrompidos em várias temperaturas, entre 547°C e 830°C, com intervalos de aproximadamente 20 °C. Quando o material atingiu uma temperatura próxima a do forno, a interrupção foi feita a partir do tempo de encharque, a cada 50 segundos. A rigor, o ciclo completo de descarbonetação foi realizado à uma temperatura de 830°C sob um tempo de encharque de 200s. Vale ressaltar que a interrupção foi manual e devido a limitações humanas, a velocidade de retirada das amostras do forno não foi a mesma.

Os ciclos de descarbonetação foram interrompidos nas condições da TAB.3.2:

TAB.3.2 Condições de processo para descarbonetação e interrupção.

Quantidade de amostras	Temperatura planejada (°C)	Temperatura real (°C)	Temperatura do forno (°C)	Tempo (s)
2	540	547		28
2	560	568		29
2	580	585		29
2	600	607		33
2	620	625		33
2	640	645		39
2	660	660		45
2	700	700		50
2	720	719	850	61
2	740	741		70
2	760	762		81
2	780	781		94
2	800	800		126
2	820	820		167
2	830	830		234
2	830	831		284
2	830	831		345
2	830	830		392
2	830	830		455

Fonte: Autor.

O recozimento foi feito sob uma atmosfera de 50% nitrogênio, 50% hidrogênio e um ponto de orvalho de 60°C, sendo que ponto de orvalho representa a temperatura mínima presente na atmosfera descarbonetante sem que ocorra condensação do vapor de água.

3.3 TÉCNICAS EXPERIMENTAIS

Foram usadas diversas técnicas neste trabalho a fim de caracterizar o material e estudar a evolução da textura e da microestrutura. O fluxograma a seguir ilustra um esquema das técnicas de caracterização utilizadas e sua respectiva quantidade de amostras, FIG.3.2.

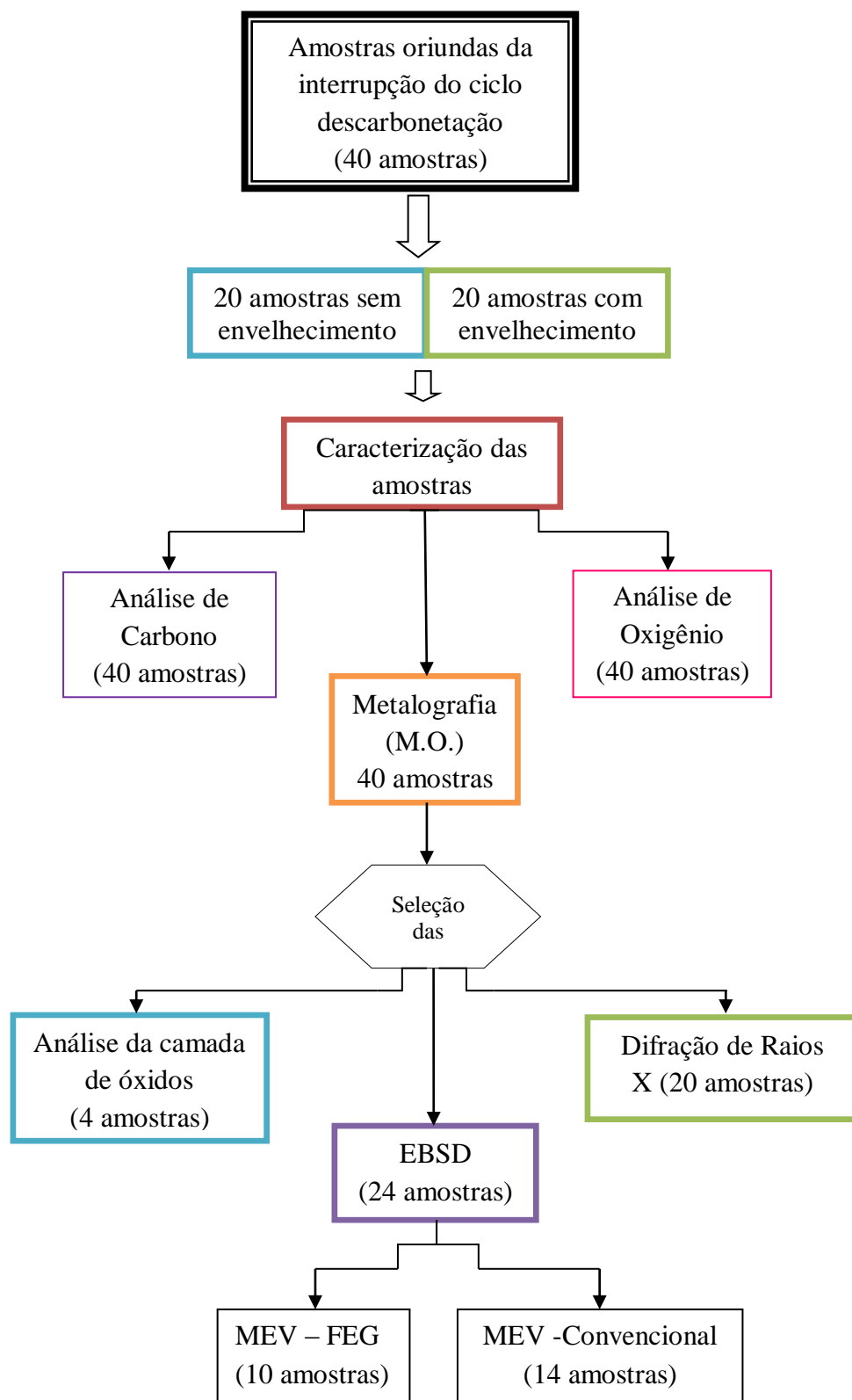


FIG.3.2 Fluxograma da quantidade de amostras para cada técnica de caracterização utilizada neste trabalho.

3.3.1 ANÁLISE QUÍMICA DE CARBONO

Foram realizadas análises de carbono equivalente em todas as amostras, com e sem envelhecimento, utilizando o equipamento LECO CF4444. Tal instrumento é um analisador de carbono e enxofre, em que o teste químico é realizado em duplicatas e o valor informado é referente à média.

3.3.2 ANÁLISE QUÍMICA DE OXIGÊNIO

As amostras, com e sem envelhecimento entres passes, foram submetidas à testes de oxigênio. O equipamento utilizado foi o analisador de oxigênio e nitrogênio LECO TC436, em que a análise química é realizada em duplicatas e o valor informado é referente à média.

3.3.3 METALOGRAFIA POR MICROSCOPIA ÓTICA

As amostras de metalografia ótica foram preparadas para serem visualizadas ao longo espessura com corte longitudinal para análise da estrutura de grãos e com corte transversal para medida de espessura da camada de óxidos formada no recozimento de descarboneteção.

Na análise da estrutura de grãos, as amostras foram montadas de maneira a facilitar o seu uso no microscópio eletrônico de varredura. A preparação para análise de microscopia ótica foi seguida de um lixamento, polimento e ataque com Nital 3% por 5 segundos. As fotos da microestrutura e da camada de óxidos foram obtidas com auxílio de um Microscópio LEICA DMRM, com analisador de imagem AI3001.

3.3.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A seleção das amostras para o ensaio de textura foi realizada por imagens de microscopia ótica, no qual foram identificadas em quais condições iniciaram e completaram a recristalização e a descarbonetação.

Caracterizou-se as amostras através de um difratômetro de raios X PANalyticalX'Pert Pro MRD. Os dados foram coletados utilizando uma geometria de feixe paralelo (foco pontual), radiação com tubo de Cobalto ($\lambda = 1,79 \text{ \AA}$) e filtro de ferro. A voltagem e a corrente utilizada para emissão de raios X foram, respectivamente, 45kV e 40mA. Foram medidas três figuras de polo, {110}, {200} e {211}, para cálculo da função distribuição de orientação cristalina (FDOC). Para calcular a FDOC foi utilizado o programa popLA, usando-se o pacote de ajuste por harmônicos esféricos. Neste software o espaço de Euler (ϕ_1, Φ, ϕ_2), foi seccionado em 8 partes (ϕ_2 constante), sendo que as sessões mais $\phi_2 = 0$ e 45° fornecem maiores informações sobre a textura cristalográfica.

Os resultados de textura, que serão apresentados na próxima sessão, são semiquantitativos e representam quantas vezes (intensidade) uma dada orientação está presente em relação a uma amostra sem textura.

O programa popLA fornece FDOCs com notação de Roe. Entretanto, a notação de Bunge atualmente é mais usual, conseqüentemente as imagens da FDOC foram transformadas para tal notação. Para facilitar o entendimento dos resultados, foram usados ábacos da função distribuição (FIG.3.3), que esboça os planos e direções cristalográficas no espaço de Euler.

A preparação das amostras para análise de textura seguiu a seguinte rotina: Corte de uma área de 30 x 30 mm; Lixamento superficial em granulometrias de 300, 400 e 600 Mesh e Por último utilizou-se um polimento químico em uma solução de 5% de HF e 95% de H₂O₂ por 10 segundos.

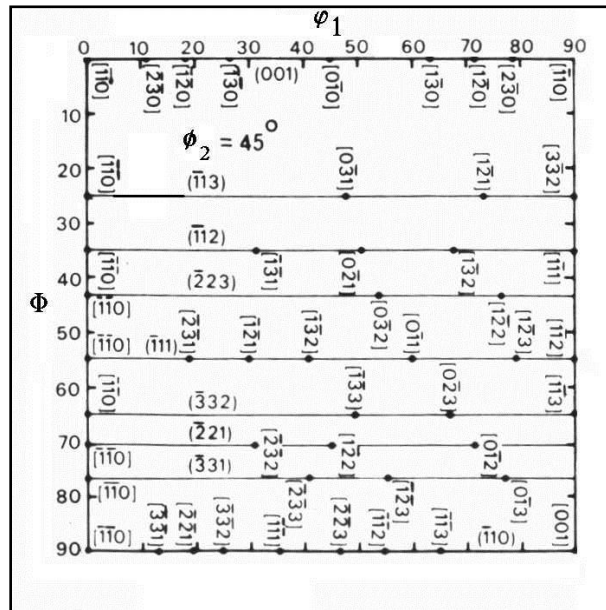


FIG.3.3 Ábaco $\phi_2 = 45^\circ$ para interpretar as FDOCs

3.3.5 DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS, EBSD

3.3.5.1 EBSD – MEV DE ALTA RESOLUÇÃO

Foram selecionadas as amostras mais deformadas para análise de microtextura em um EBSD, da OXFORD Instruments, acoplado em um microscópio eletrônico de varredura com emissão de campo (MEV-FEG), do modelo GEMINI PLUS do fabricante ZEISS.

Foram analisados três campos até a metade da espessura com um *step* de 50nm em um aumento de 10.000 vezes. A distância de trabalho utilizada foi de 9,5mm com uma inclinação de 70° da amostra em relação ao feixe de elétrons. A voltagem utilizada no equipamento foi de 20kV.

Os dados coletados foram trabalhados, através do programa HKL CHANNEL 5 flamenco, do mesmo fabricante do EBSD, para obter os mapas de orientação cristalográficas com figuras de polo inversa, mapas de padrão de qualidade e as funções de distribuição de orientação cristalográfica (FDOC) de cada campo analisado.

3.3.5.2 EBSD – MEV CONVENCIONAL

As amostras recristalizadas foram analisadas por um MEV convencional (filamento de hexaboreto de lantânio - LaB₆), do modelo XL30 do fabricante Philips, equipado com um sistema da TSL para análise de EBSD. A coleta de dados foi feita ao longo da espessura da amostra com um *step* de 2µm em um aumento de 2000 vezes. A voltagem utilizada foi de 20kV e a inclinação da amostra em relação ao feixe foi de 70°. As FDOCs, mapas de orientação cristalina e mapas do padrão de qualidade da imagem foram obtidos utilizando o programa OIM (*Orientation Imaging Microscopy*).

4 RESULTADOS

4.1 TEORES DE CARBONO E OXIGÊNIO

De acordo com a FIG.4.1, o teor de carbono diminui ao longo do ciclo de recozimento tanto para as amostras sem envelhecimento quanto para as envelhecidas. Observa-se um pico de 180,5 ppm de carbono na temperatura de 800°C, indício de erro laboratorial.

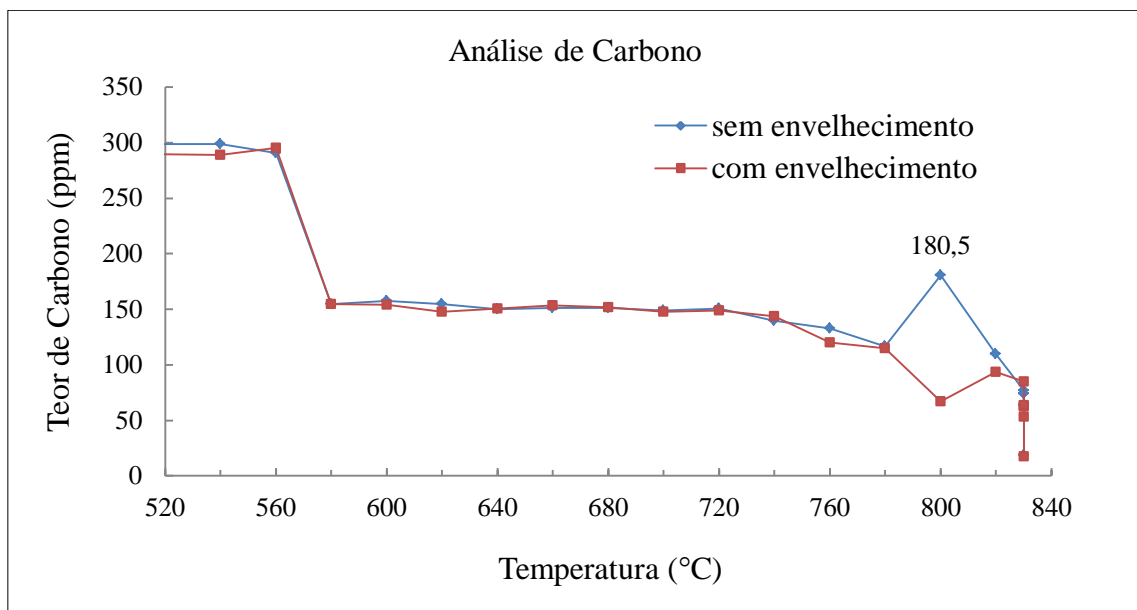


FIG.4.1 Evolução do teor de carbono ao longo do ciclo descarbonetação.

As imagens de microscopia ótica mostraram que a partir de 820°C as amostras estão visualmente descarbonetadas, fato ilustrado pela micrografia sinalizada à 110 ppm de carbono na FIG.4.2.

Analisando a taxa de descarbonetação, FIG.4.3, nota-se que há um aumento progressivo até 600°C, em seguida a mesma mantém-se constante.

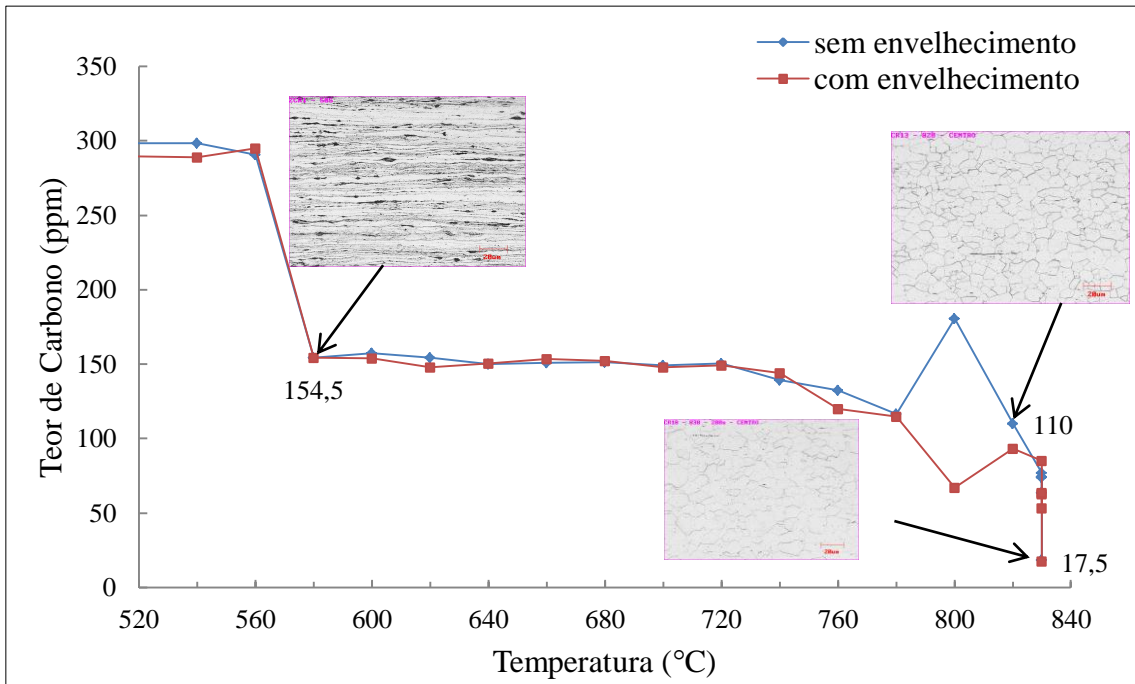


FIG.4.2 Relação da microestrutura com a evolução do carbono ao longo do processo de descarbonetação.

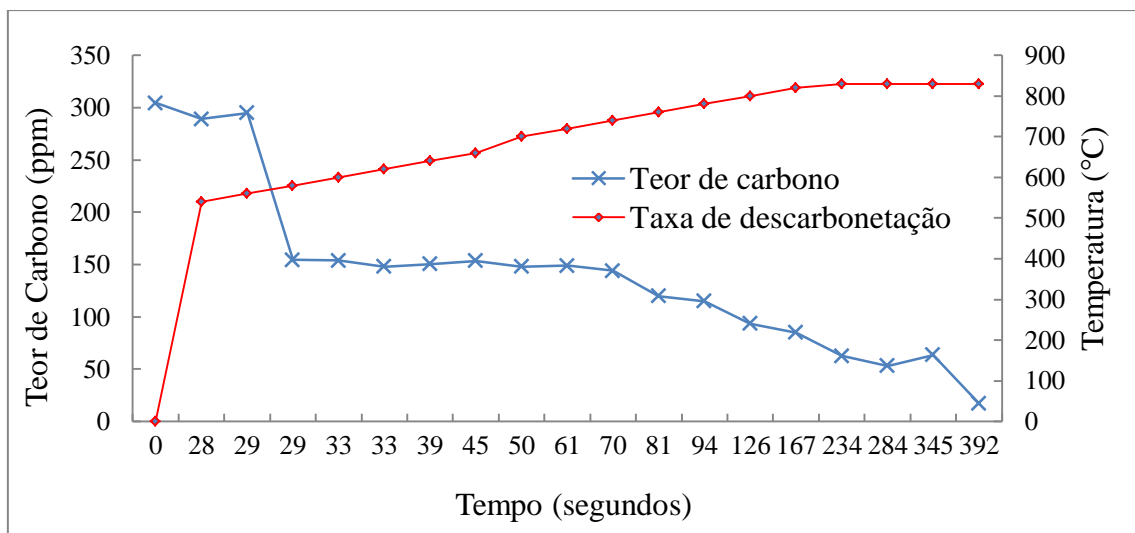


FIG.4.3 Evolução da taxa de descarbonetação.

Em paralelo com a descarbonetação, ocorre a oxidação da superfície do aço. A FIG.4.4, mostra a evolução do teor de oxigênio na superfície ao longo do processo de descarbonetação. É esperado o aumento do teor de oxigênio ao longo do recozimento, pois o silício e o ferro presentes no aço reagem com a água da atmosfera formando óxido de ferro e sílica. Entretanto, nota-se que há um decréscimo do teor de oxigênio nos últimos 50 segundos do recozimento, esse decréscimo é mais acentuado para o material sem envelhecimento.

A taxa de oxidação aumenta exponencialmente ao longo do recozimento de descarbonetação, enquanto o teor de oxigênio sofre variações ao longo do tempo de enxarque, FIG.4.5.

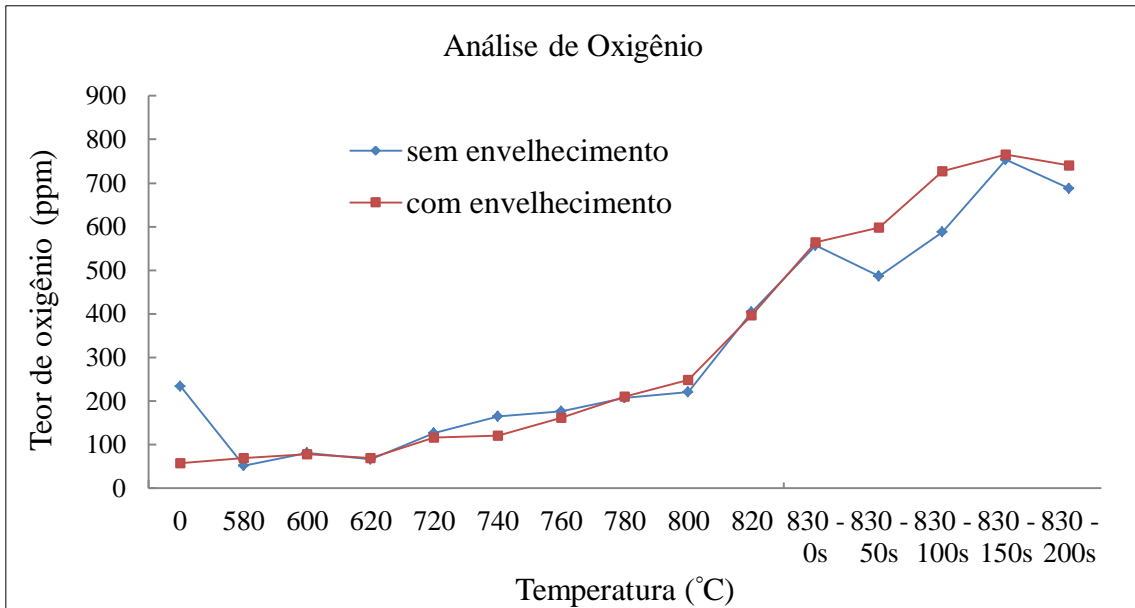


FIG.4.4 Evolução do teor de carbono ao longo do recozimento de descarbonetação.

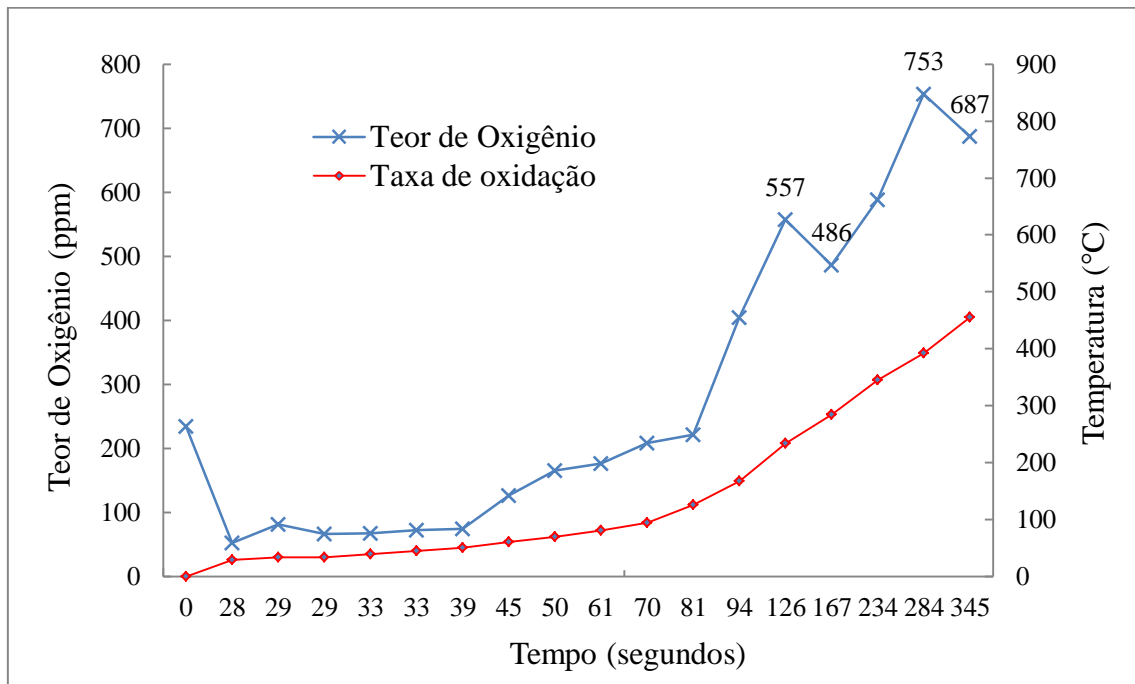


FIG.4.5 Evolução da taxa de oxidação (curva em vermelho) ao longo da descarbonetação de um aço elétrico HGO.

4.2 ANÁLISE DA CAMADA DE ÓXIDOS

A espessura da camada de óxidos aumentou ao longo do processo de descarbonetação, como pode ser visto na sequência das imagens na FIG.4.6. Porém há uma redução da espessura média da camada no ciclo completo de descarbonetação.

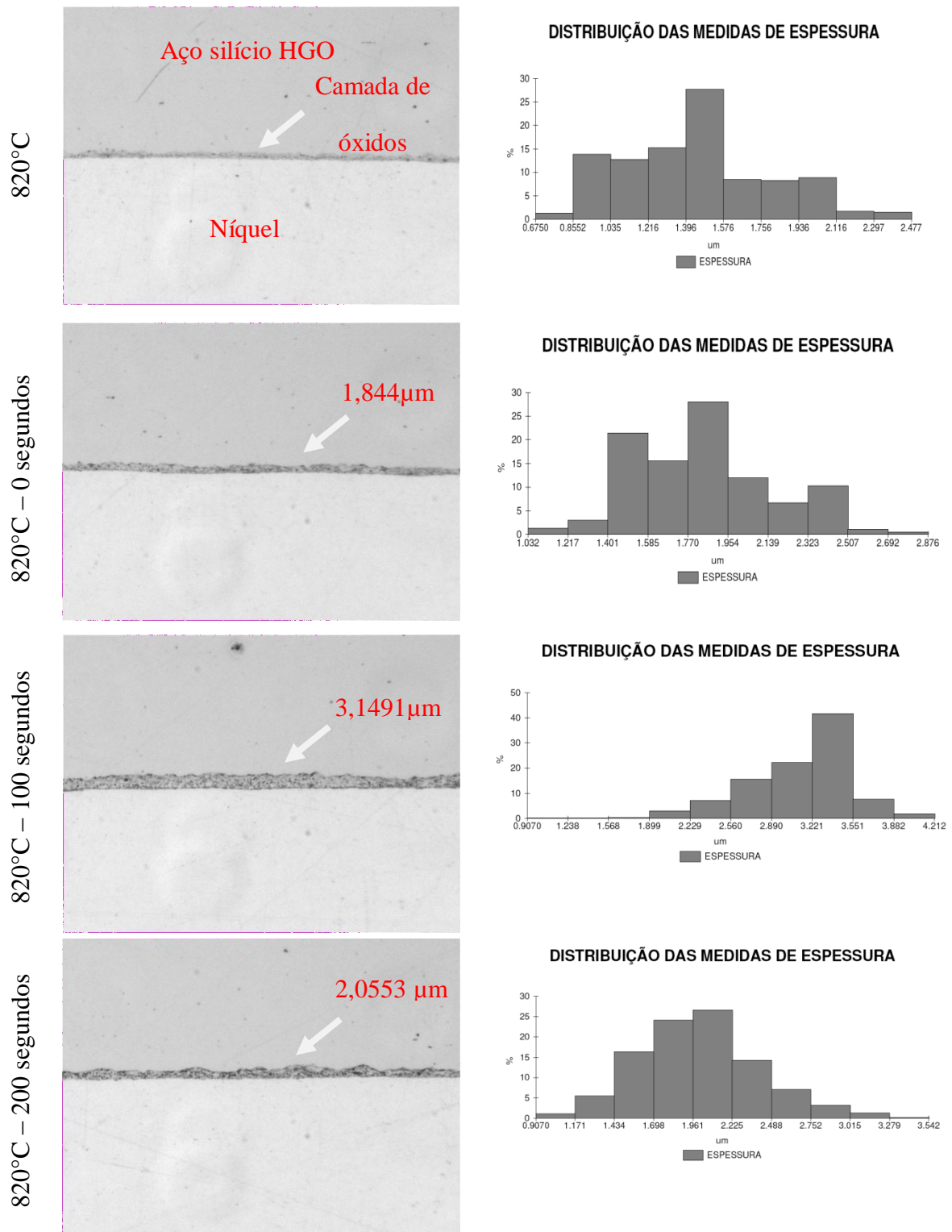


FIG.4.6 Evolução da espessura da camada de óxidos ao longo do recozimento de descarbonetação.

4.3 AVALIAÇÃO DA TEXTURA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Os resultados de textura cristalográfica foram divididos em cinco estágios principais do ciclo de descarbonetação de acordo com as imagens por microscopia ótica, sendo que o primeiro estágio é o material de partida, ou seja, o material deformado.

4.3.1 ESTADO DEFORMADO

As orientações mais intensas no material deformado estão mostradas na figura FIG.4.7. As componentes $(223)[\bar{1}\bar{1}0]$ e $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$ são as mais intensas no material deformado, pertencentes à fibra α .

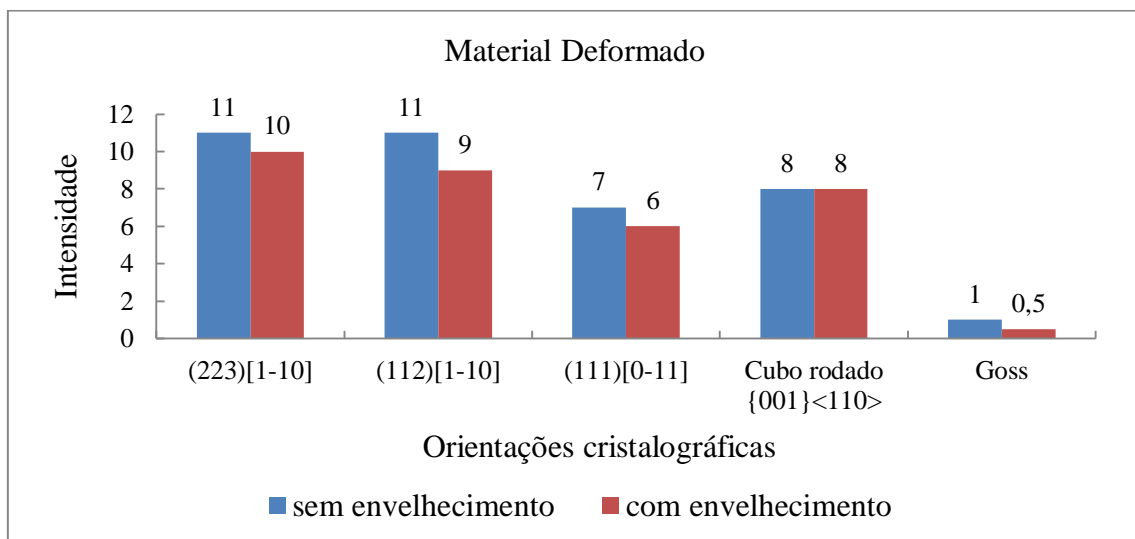


FIG.4.7 Intensidade das orientações presentes no material deformado.

O envelhecimento entre passe espalhou levemente a fibra γ e enfraqueceu a orientação Goss, como pode ser observado nas FDOC's da figura FIG.4.8.

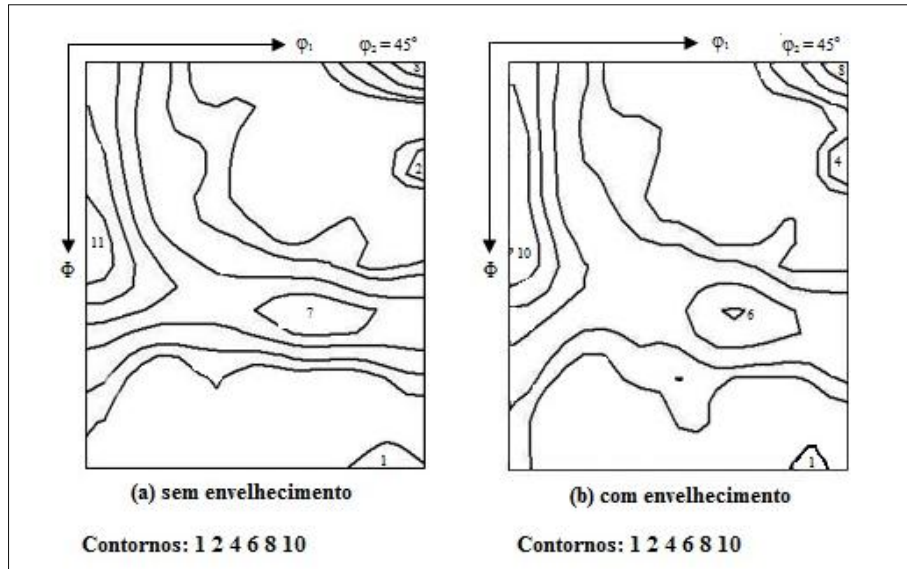


FIG.4.8 Função distribuição de um aço HGO laminado a frio com redução de 88%. (a) amostra sem envelhecimentos e (b) amostra com envelhecimento após deformação. Ambos visualizados na seção $\phi_2 = 45^\circ$, notação de Bunge.

4.3.2 INÍCIO DA RECRISTALIZAÇÃO

Os principais componentes da textura no material no início da recristalização estão apontados na FIG.4.9. Vê-se que houve formação da orientação $(113)[\bar{1}10]$. As orientações cubo rodado e $(223)[\bar{1}10]$ perdem a intensidade em relação ao material deformado. A textura da amostra com envelhecimento é a mesma da sem o tratamento, em intensidade e orientação.

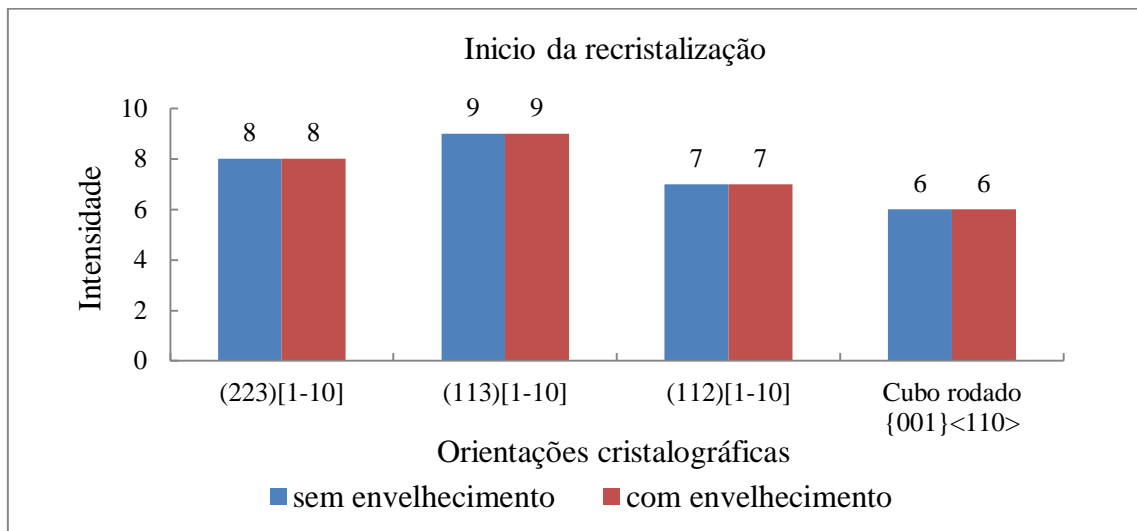


FIG.4.9 Intensidade das orientações presentes no início da recristalização.

4.3.3 MATERIAL RECRISTALIZADO

O material sem envelhecimento recristalizou a 640°C, já o com envelhecimento recristalizou a 660°C, FIG.4.10.

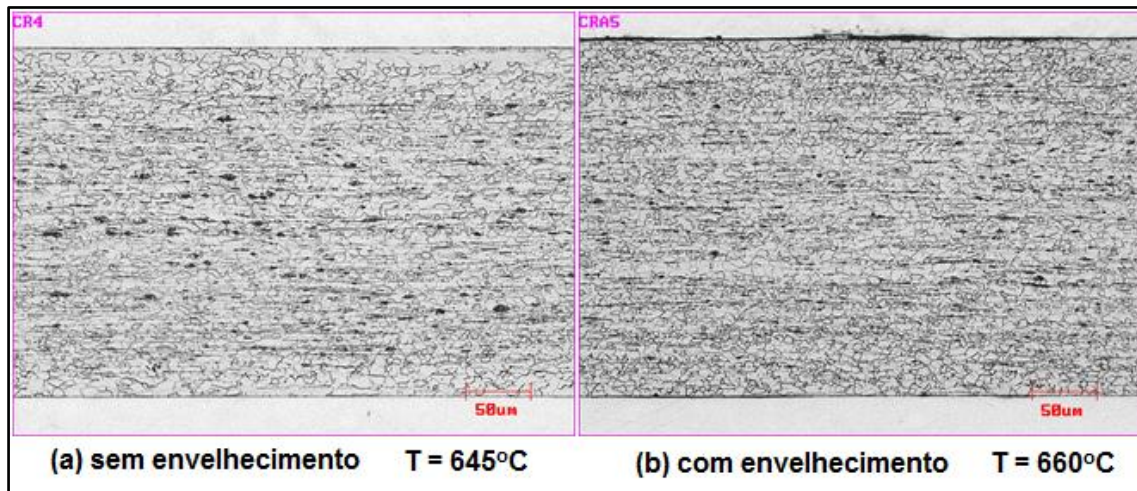


FIG.4.10 Microestrutura de um aço HGO recristalizado, porem não descarbonetado.

A figura FIG.4.11 mostra que as componentes $(\bar{2}23)[\bar{3}62]$, $(001)[\bar{1}30]$ e $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$, apareceram nas amostras recristalizadas. Sendo que, a orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$, que é uma textura típica de recristalização de uma aço elétrico de grão orientado, apenas surgiu no material recristalizado com envelhecimento. As orientações $(113)[\bar{1}\bar{1}0]$ e cubo rodado, diminuiram suas intensidades em relação as amostras do inicio da recristalização.

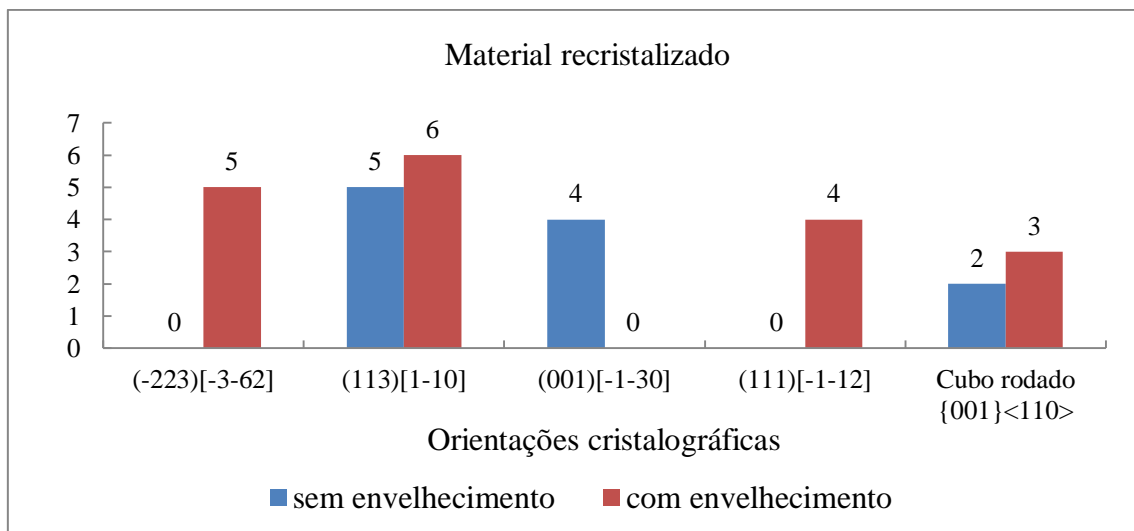


FIG.4.11 Intensidade das orientações presentes no recristalizado.

4.3.4 MATERIAL DESCARBONETADO

Em 820°C, o material apresenta-se visualmente, através de metalografia ótica, descarbonetado. A textura é estabilizada e a componente $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ se torna mais intensa em relação ao material apenas recristalizado (FIG.4.12). A amostra com envelhecimento possui orientações com intensidades menores que a amostra sem tratamento. Observa-se ainda a ausência da orientação cubo rodado.

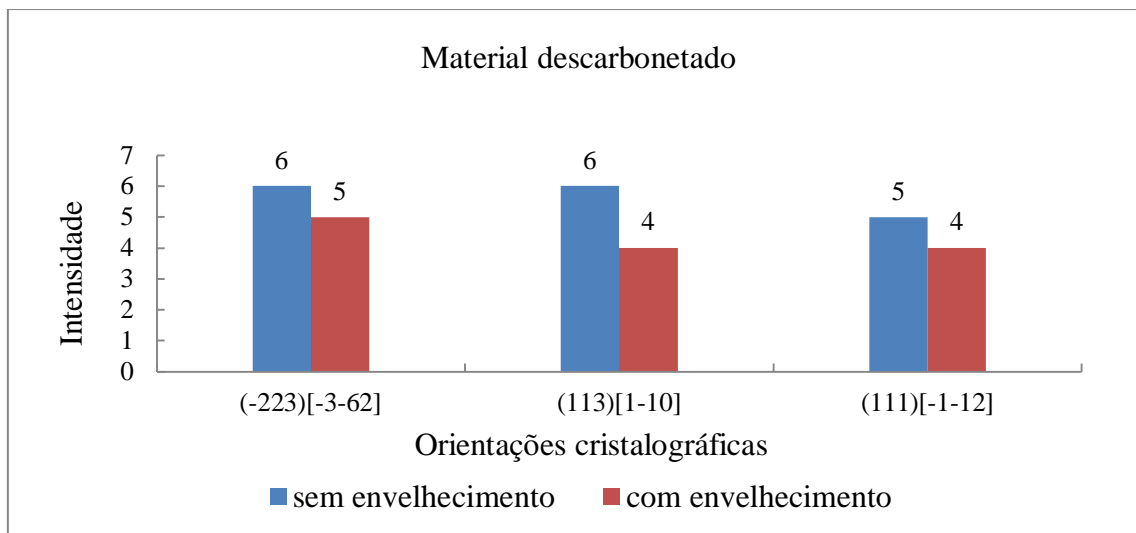


FIG.4.12 Intensidade das orientações presentes no material descarbonetado.

4.3.5 MATERIAL PROVENIENTE DO CICLO COMPLETO

A figura FIG.4.13 apresenta duas imagens de microscopia ótica de amostras sem interrupção do ciclo de descarbonetação, ou seja, do ciclo completo. Estas amostras apresentaram textura bem semelhante a do material descarbonetado. Sendo que a componente $(113)[\bar{1}\bar{1}0]$ permanece apenas no material envelhecido (FIG.4.14).

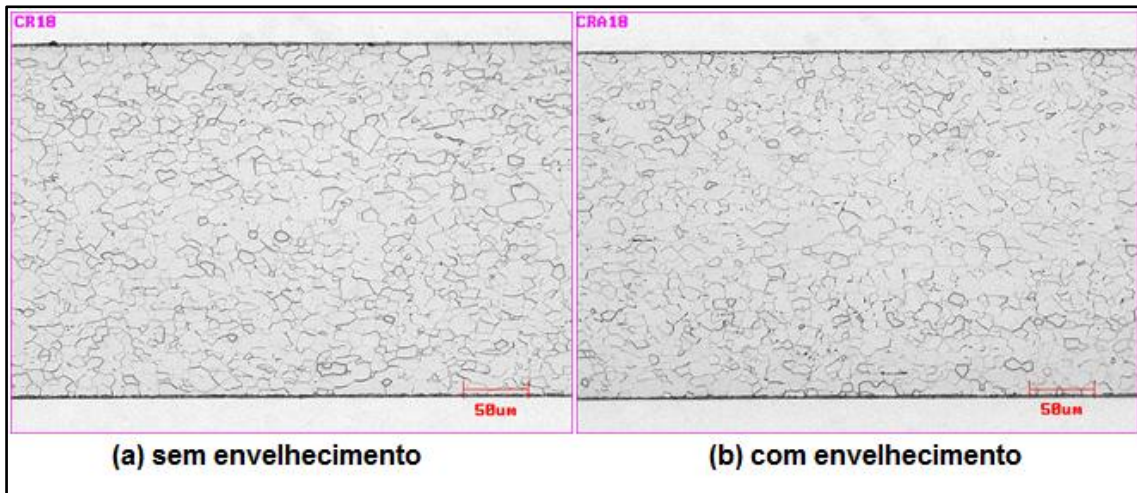


FIG.4.13 Microestrutura de um aço HGO submetido a um ciclo completo de descarbonetação – 830°C por 200 segundos.

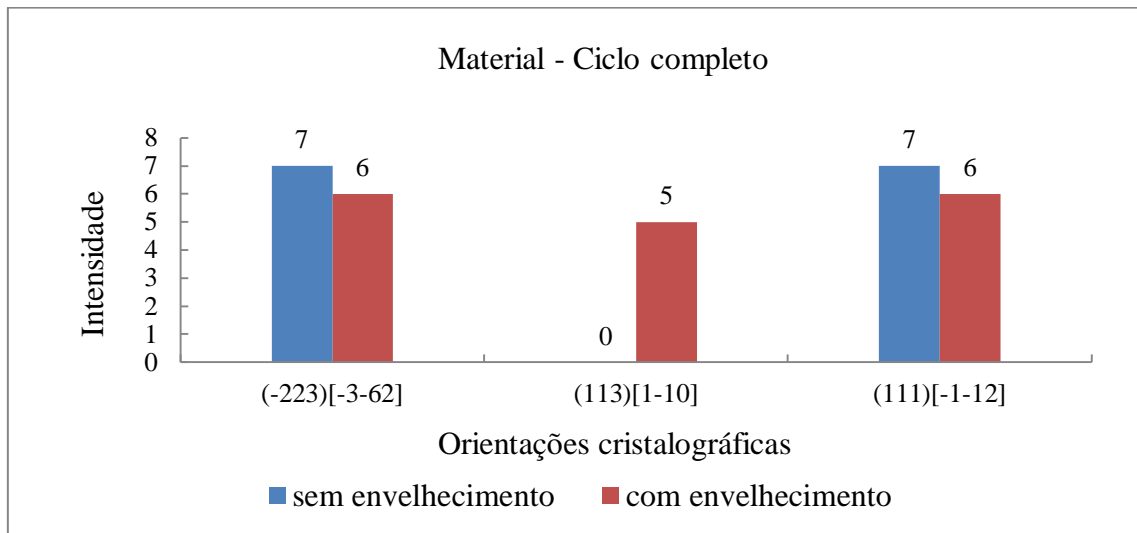


FIG.4.14 Intensidade das orientações presentes no material percorrido pelo ciclo completo de recozimento

O envelhecimento promoveu a dispersão da fibra γ e a permanência da orientação $(113)[1\bar{1}0]$ no material submetido ao ciclo completo, como pode ser visualizado na figura FIG.4.15.

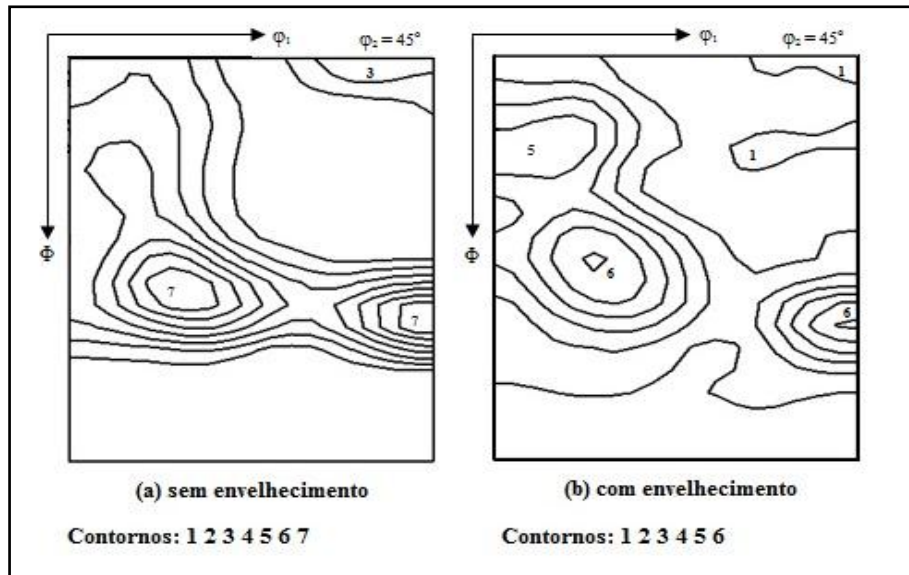


FIG.4.15 Função distribuição de orientação (FDO) um aço HGO recozido a 830°C por 200 segundos. (a) amostra sem envelhecimentos e (b) amostra com envelhecimento após deformação. Ambos visualizados na seção $\varphi_2 = 45^\circ$, notação de Bunge.

4.4 ANÁLISE DA MICROESTRURA E DA TEXTURA POR EBSD

As amostras que sofreram interrupção do ciclo de descarbonetação foram submetidas à análise de microtextura, sendo que as amostras interrompidas no início do ciclo, amostras mais deformadas, foram analisadas por um microscópio de alta resolução.

4.4.1 RESULTADOS POR EBSD DE ALTA RESOLUÇÃO

As amostras deformadas e interrompidas no início do ciclo foram analisadas por um EBSD acoplado a um MEV-FEG. As amostras foram analisadas nas seguintes condições: material deformado; amostras interrompidas à 540; 560; 580 e 620°C (TAB.3.2).

4.4.1.1 MATERIAL DEFORMADO

Com o auxílio de um MEV-FEG foi possível obter um bom padrão de indexação do material deformado, antes não permitido por um MEV com canhão de tungstênio (W) ou de hexaboreto de lantânio (LaB₆). A imagem FIG.4.16 mostra o BC (Band Contrast) do material deformado com e sem envelhecimento. Os pontos perdidos (áreas escuras) na imagem do material deformado são em função das áreas mais deformadas e dos carbonetos contidos no material. O material com envelhecimento apresenta-se mais deformado, pois o seu padrão de Kikuchi apresenta menor índice de qualidade (BC), nota-se que o BC é mais uniforme e apresenta valores mais altos para a amostra sem envelhecimento, FIG.4.16(a).

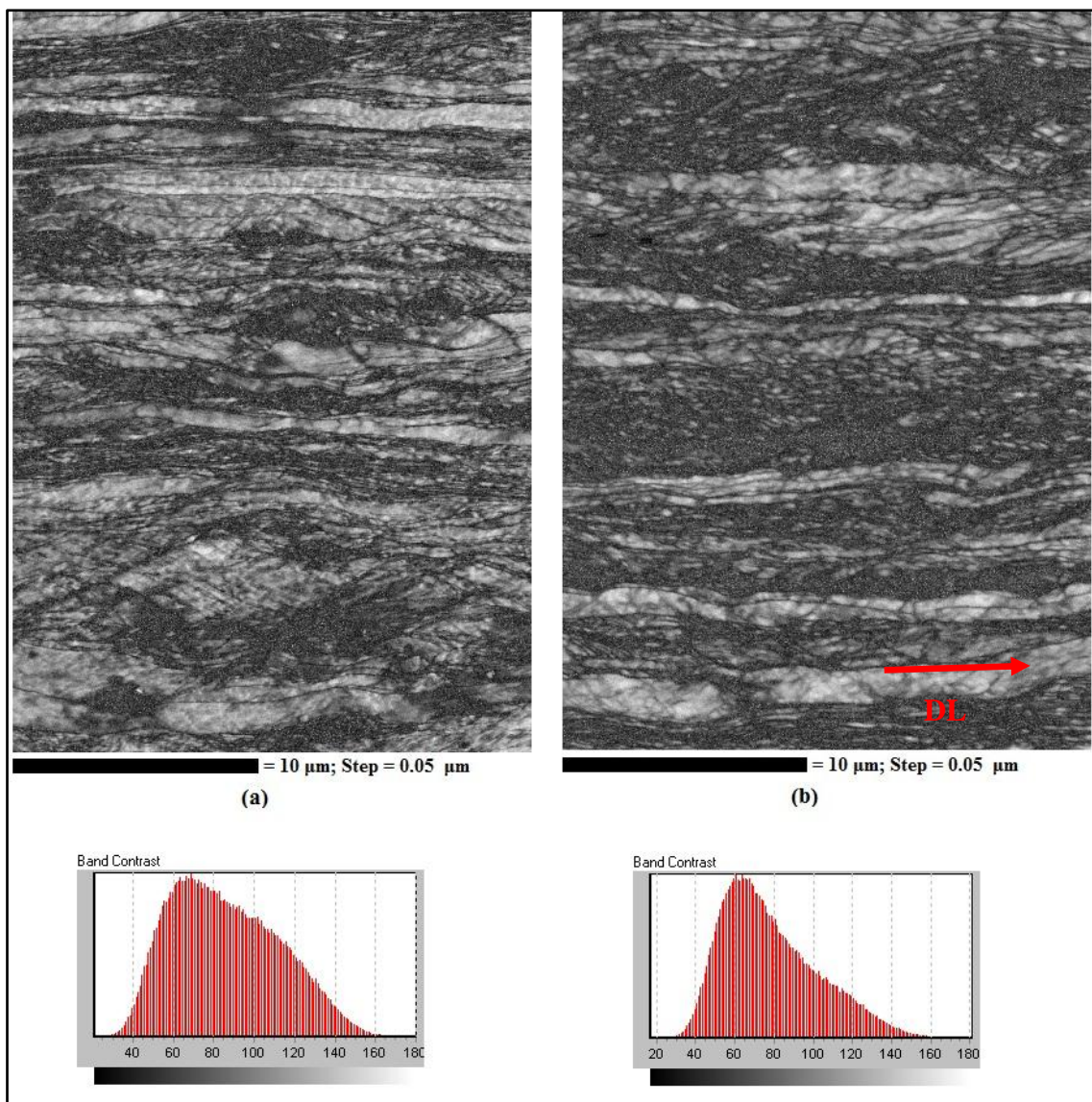


FIG.4.16 a) BC na superfície da amostra sem envelhecimento, (b) amostra com envelhecimento.

A figura FIG.4.17 flagrou um aglomerado de orientações do plano $\{110\}$, coloração verde. A ODF dessa região (FIG.4.18) mostra que a orientação mais intensa é a $\{113\}\langle 1\bar{1}0\rangle$. Portanto, uma das informações mais relevantes das imagens dessa região da amostra deformada sem envelhecimento está ilustrada na figura FIG.4.19, em a orientação Goss (área verde) está localizada em bandas.

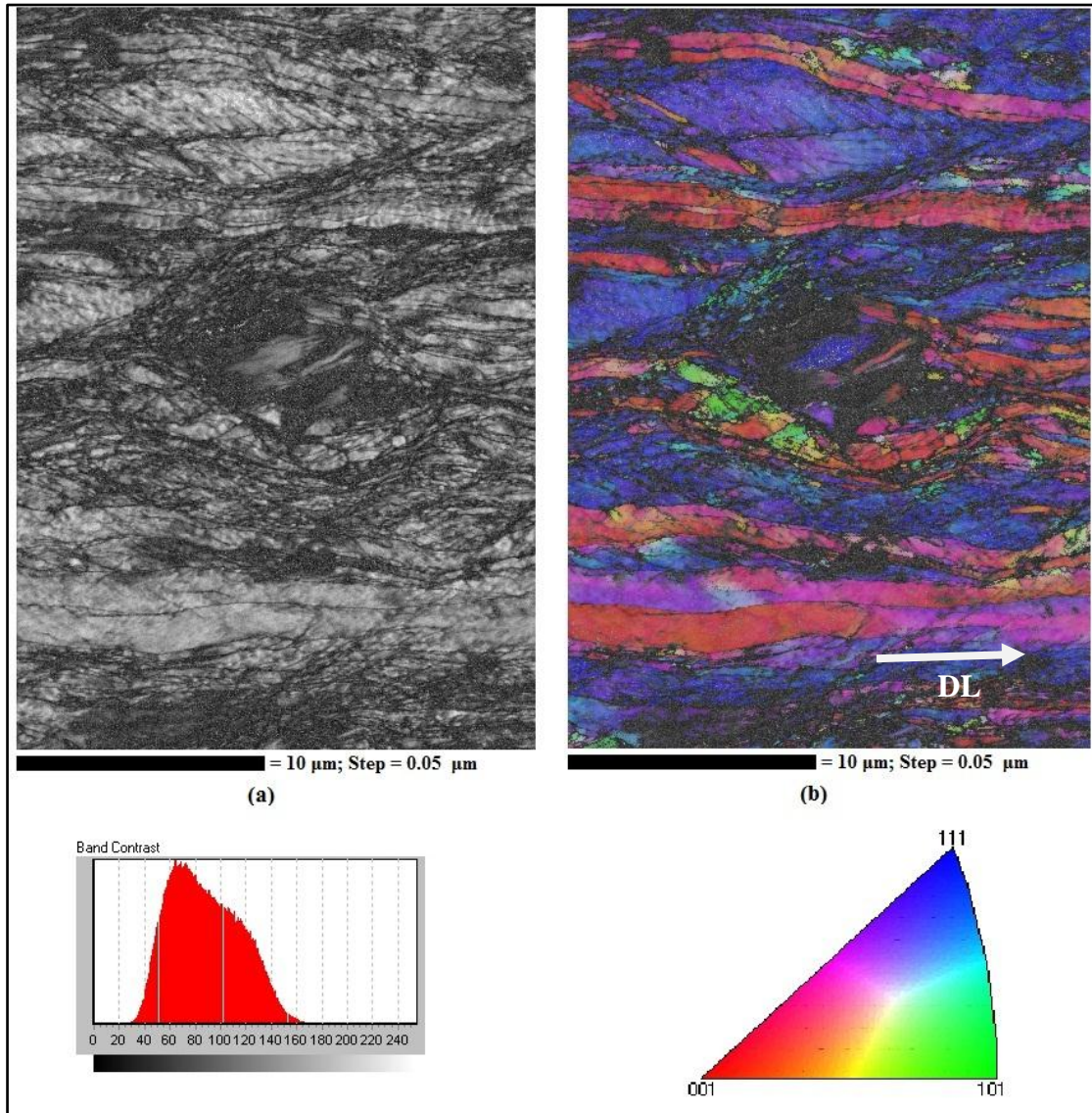


FIG.4.17 (a) BC da amostra sem envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra sem envelhecimento.

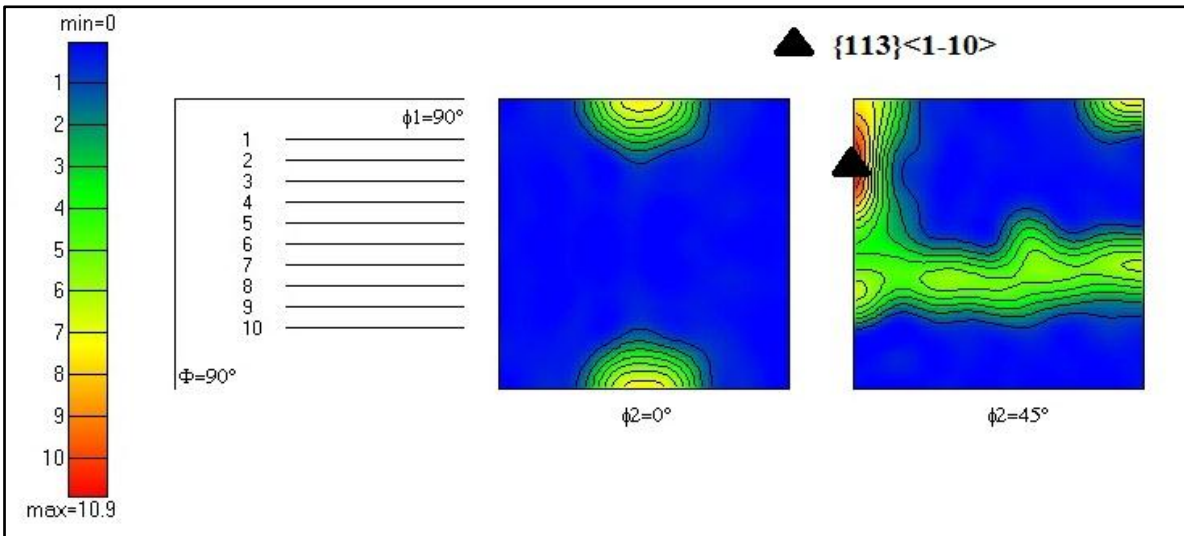


FIG.4.18 ODF da região da amostra que foi obtida a FIG.4.15.

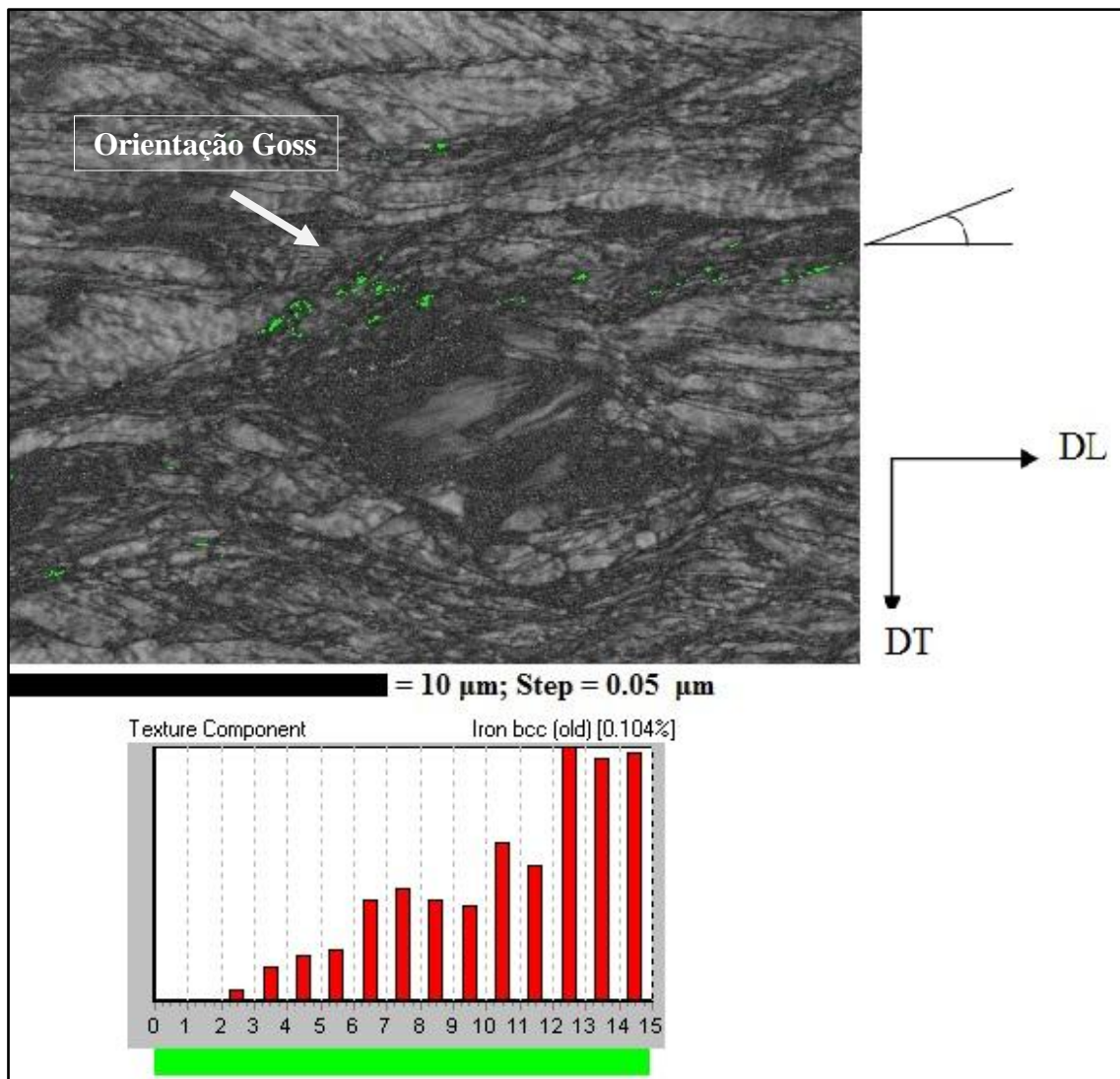


FIG.4.19 Mapa com orientação Goss representada por grãos com coloração verde da amostra deformada sem envelhecimento.

Na figura FIG.4.20 são vistas áreas, circuladas, com orientação mais próxima da exata orientação (110)[001] em comparação à FIG.4.19. Nesta imagem é observada uma maior fração de orientação com desvio de 7° da exata orientação Goss.

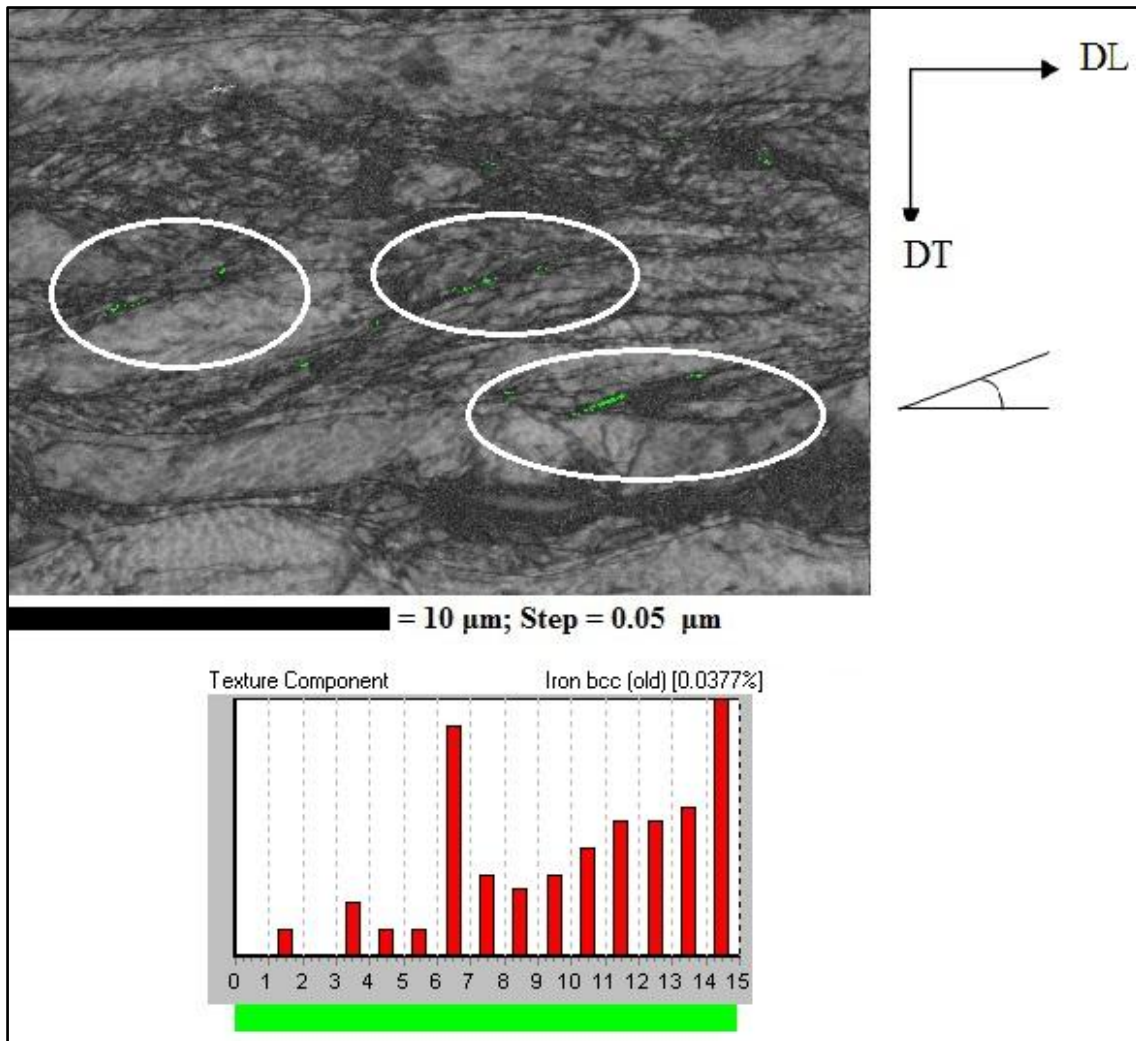


FIG.4.20 Mapa com orientação Goss de uma região da amostra deformada sem envelhecimento.

A fração da orientação Goss em amostras deformadas com envelhecimento é menor do que as amostras sem tal tratamento, FIG.4.21. O material com envelhecimento apresentou-se mais encruado e conseqüentemente com um padrão de indexação mais pobre. Nota-se que na FIG.4.21, as áreas com orientação Goss (circuladas) estão situadas nas regiões mais escuras, onde prevalecem os pontos perdidos.

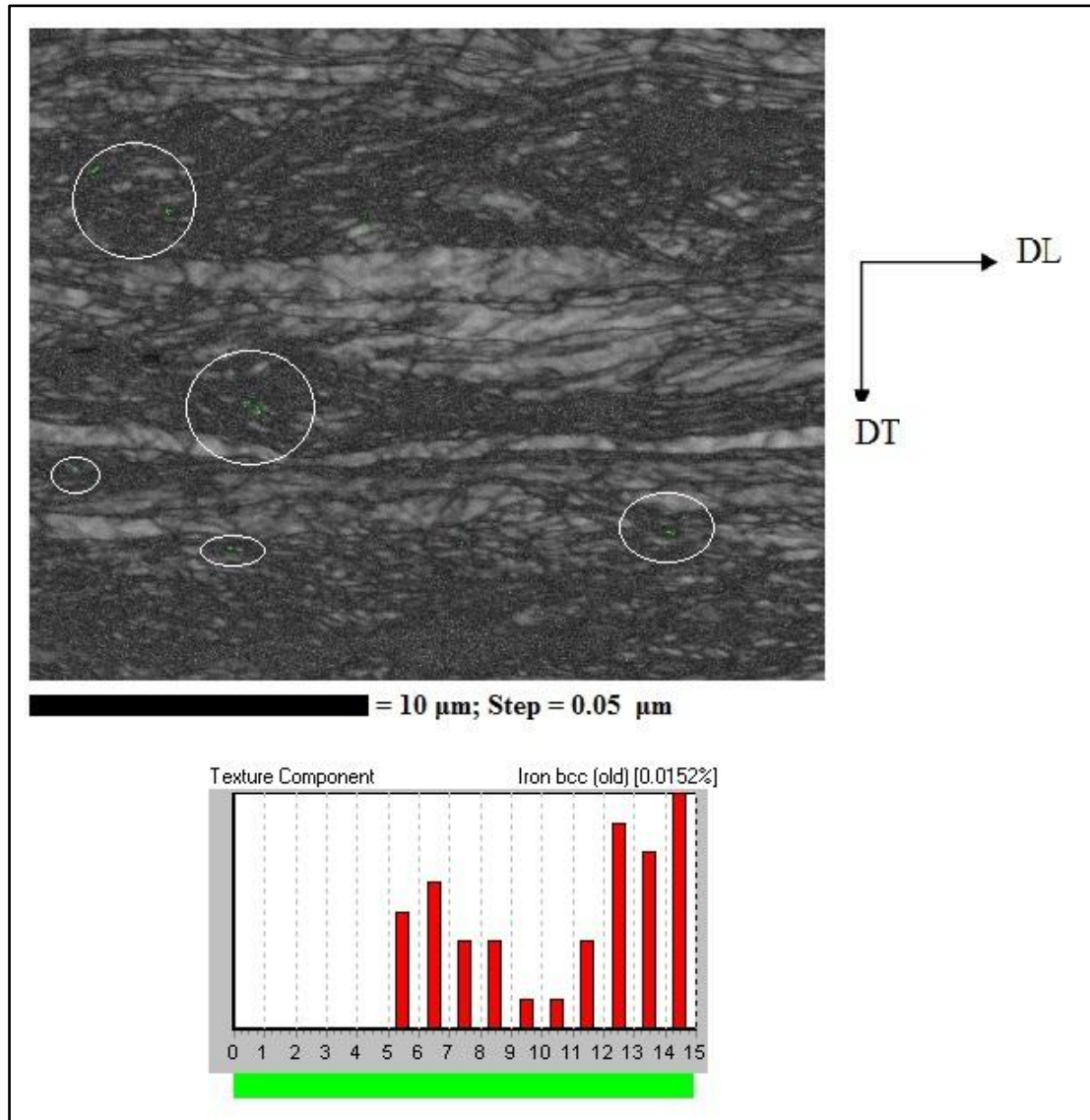


FIG.4.21 Mapa com orientação Goss de uma região da amostra deformada com envelhecimento.

4.4.1.2 CICLO INTERROMPIDO A 540°C

Nesta faixa de temperatura, há muitos grãos recuperados, portanto existem alguns pontos perdidos na imagem, estes pontos representam regiões altamente deformadas e partículas de segunda fase. Nota-se que grãos próximos dos pontos perdidos, FIG.4.22(b), possuem orientação {110}.

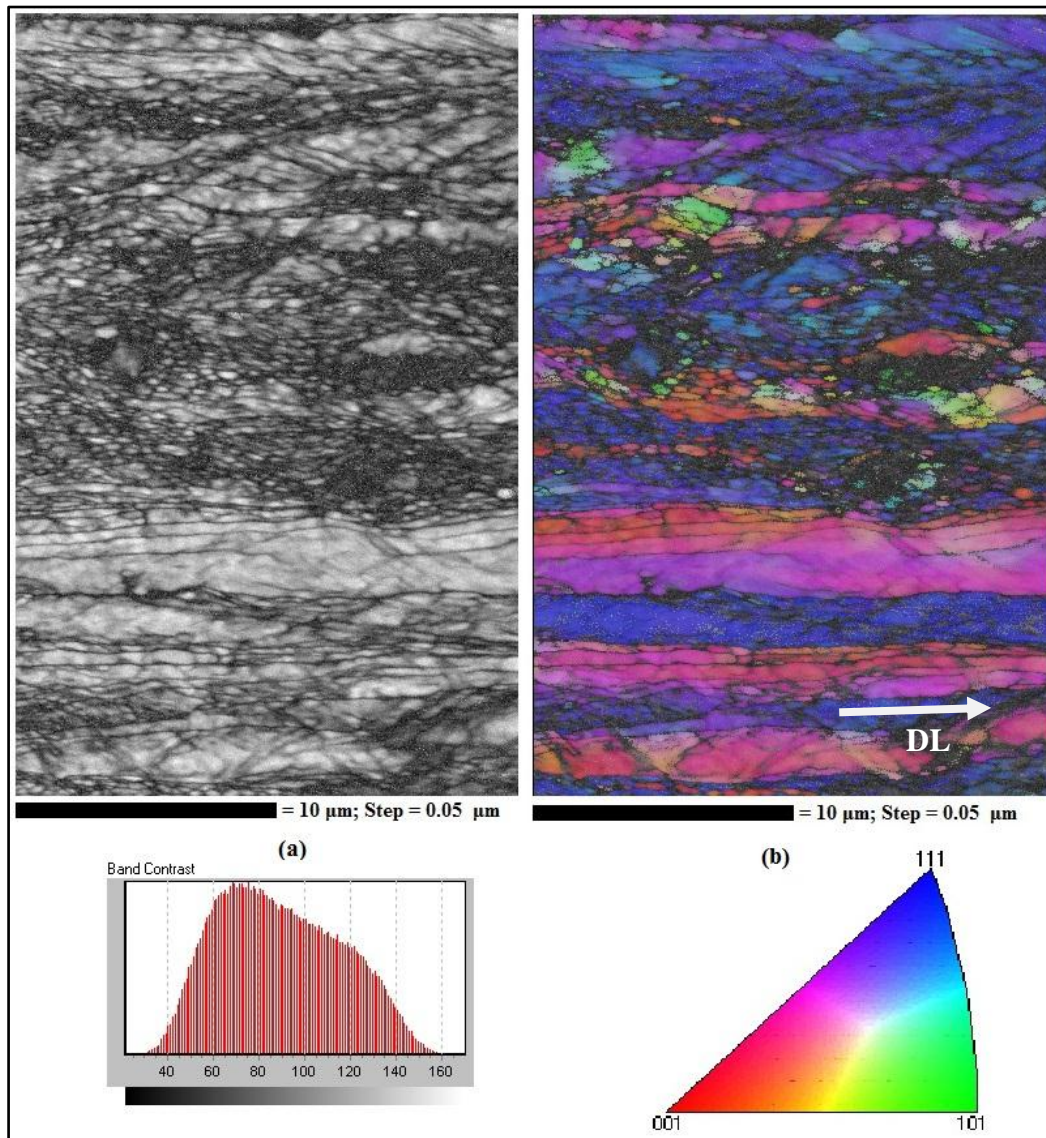


FIG.4.22 Imagens da amostra interrompida à 540°C: (a) BC da amostra sem envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra sem envelhecimento.

A figura FIG.4.23, mostra que regiões com orientação $\{001\}$ possuem um padrão de qualidade melhor em relação a áreas com orientação $\{111\}$. Os pontos perdidos estão concentrados nas regiões com orientação $\{111\}$. A presença de grãos com orientação Goss não foi significativa para esta faixa de temperatura.

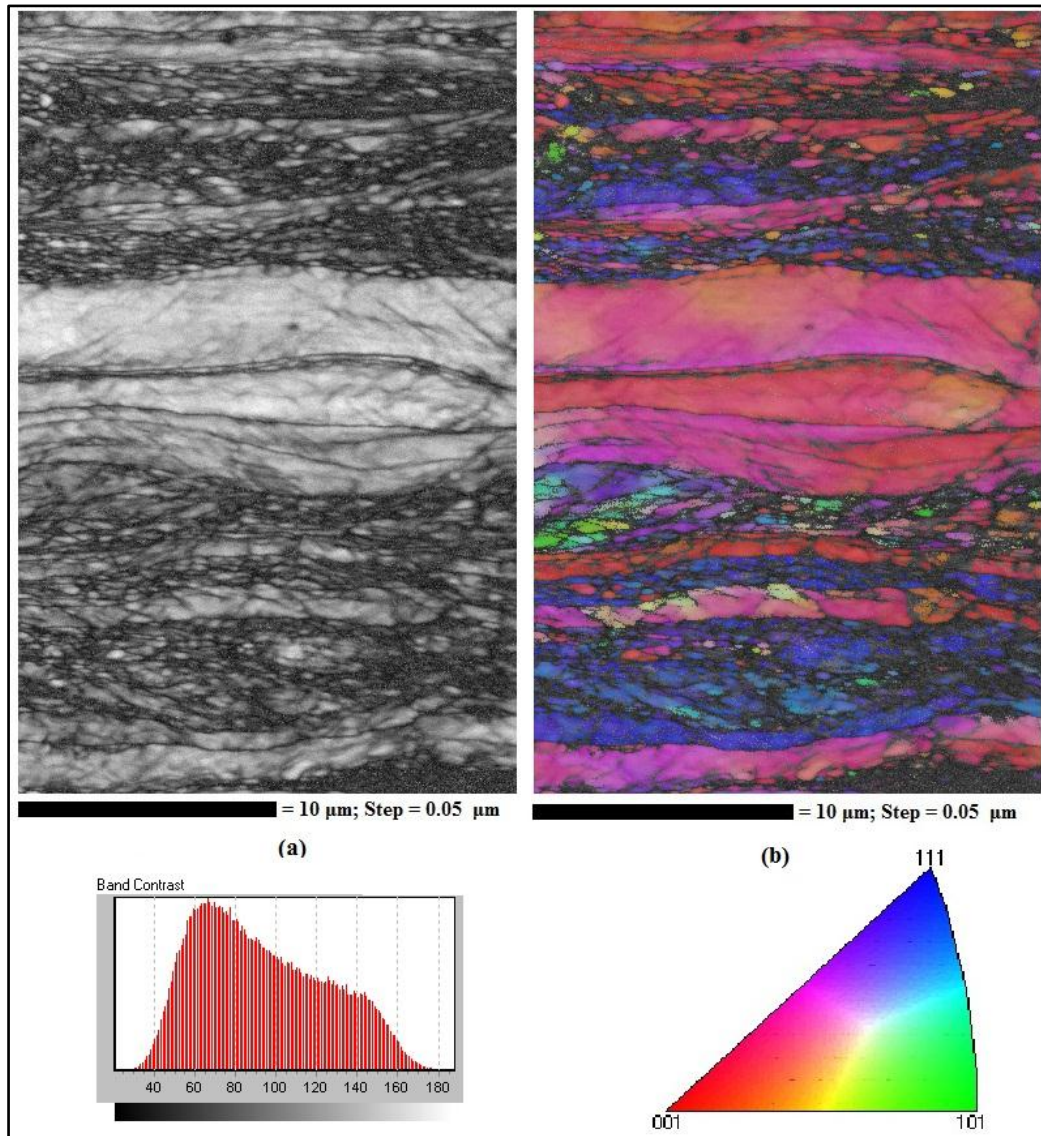


FIG.4.23 Imagens da amostra interrompida à 540°C: (a) BC da amostra sem envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra sem envelhecimento.

Na amostra envelhecida, FIG.4.24, surgem os primeiros núcleos recristalizados. A orientação destes núcleos é variada, portanto o núcleo mais evidente possui orientação {110}, como está apontado pela seta.

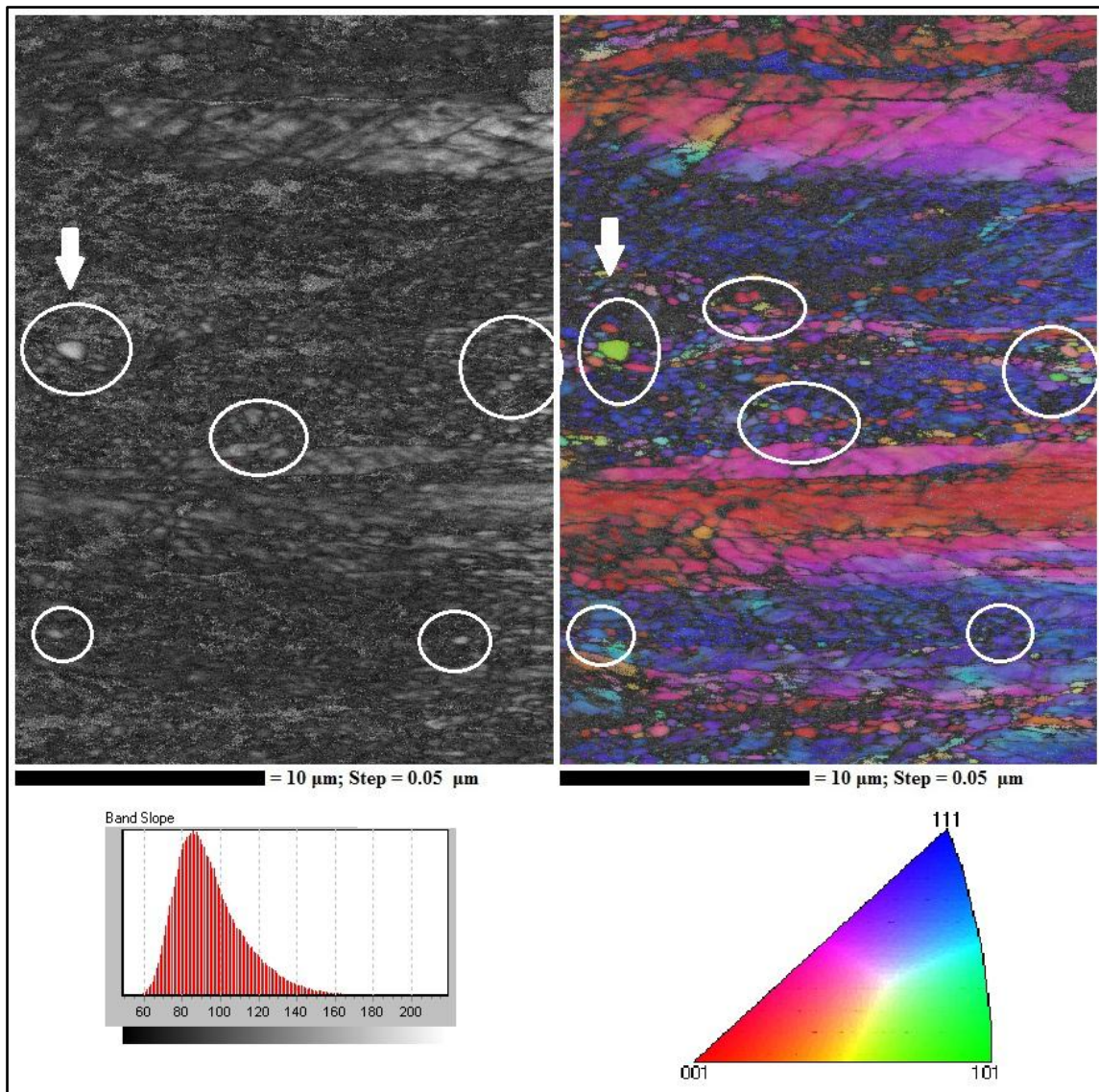


FIG.4.24 Imagens da amostra interrompida à 540°C: (a) BC da amostra com envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra com envelhecimento.

4.4.1.3 CICLO INTERROMPIDO A 580°C

Neste estágio do recozimento de descarbonetação, o material sem envelhecimento (FIG.4.25) apresenta-se mais recuperado, com alguns núcleos, círculos, que possuem a mesma orientação dos grãos deformados e recuperados. Evidenciando a teoria de que os núcleos recristalizados se formam a partir dos grãos deformados e assim herdando a orientação dos mesmos. Já a amostra com envelhecimento, nesta condição, apresenta-se mais deformada e com pouquíssimos núcleos recristalizados, FIG.4.26.

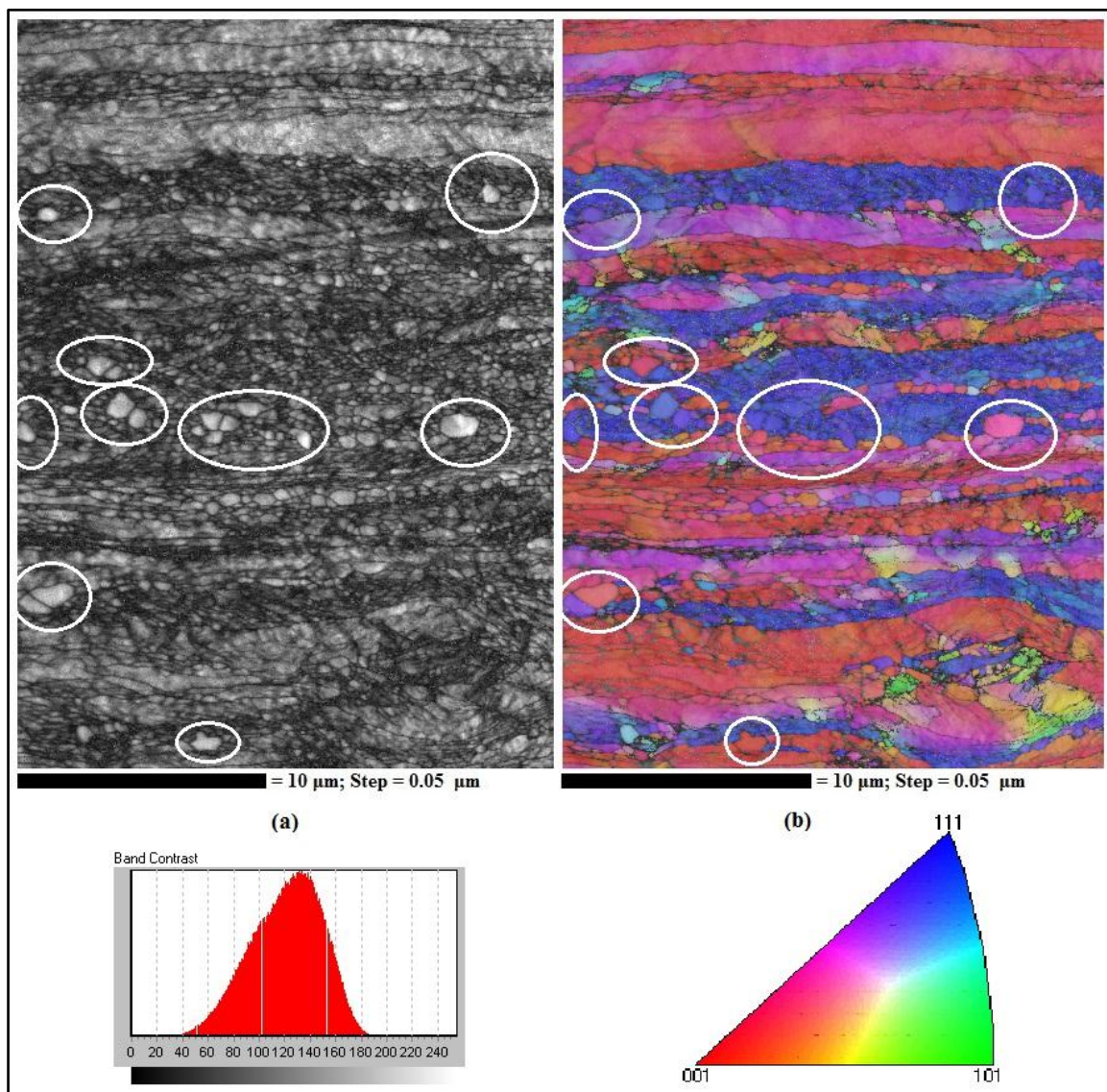


FIG.4.25 Imagens da amostra interrompida à 580°C com núcleos circulados: (a) BC da amostra sem envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra sem envelhecimento.

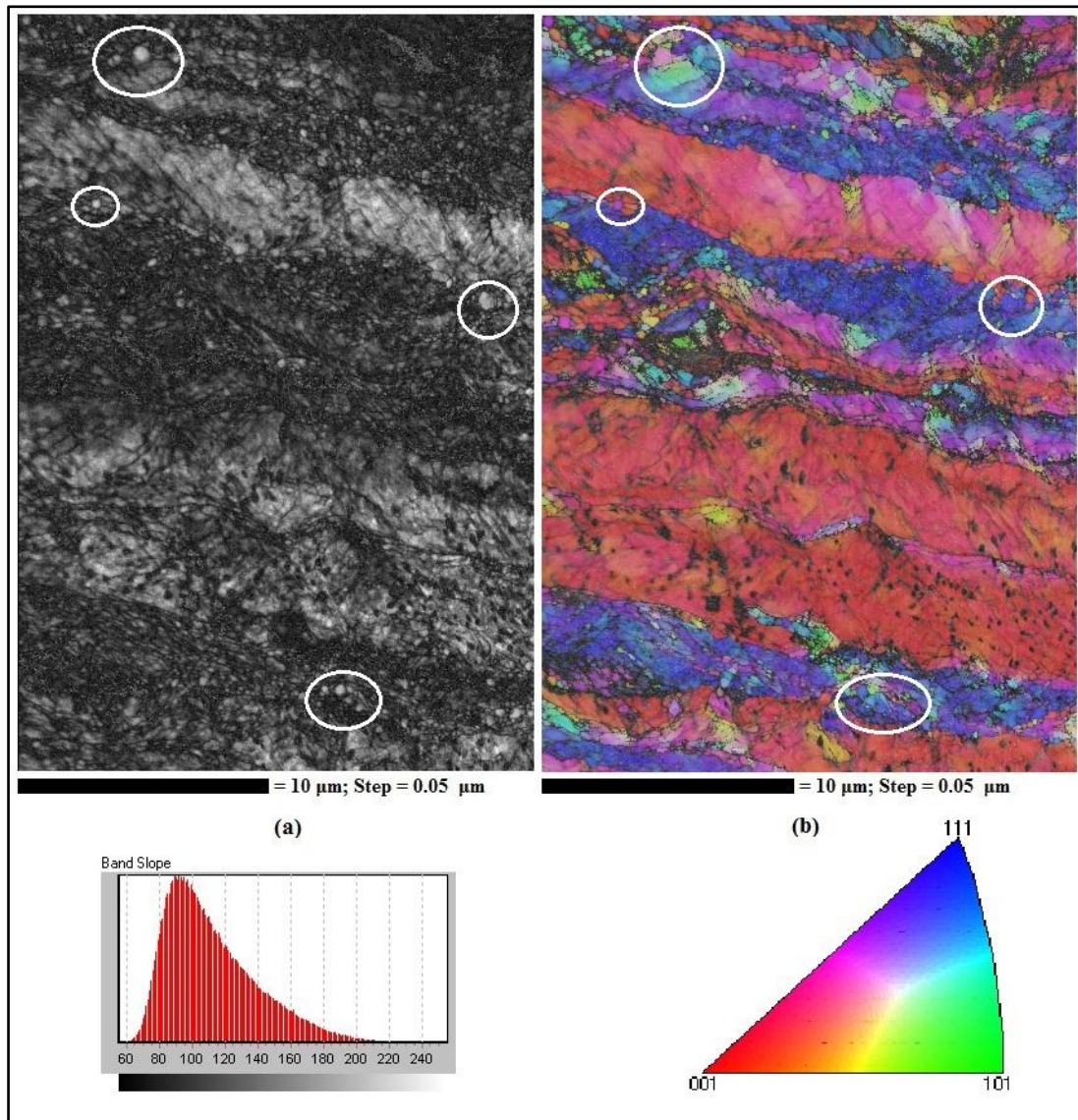


FIG.4.26 Imagens da amostra interrompida à 580°C com núcleos circulos: (a) BC da amostra sem envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra sem envelhecimento.

4.4.1.4 CICLO INTERROMPIDO A 620°C

A amostra interrompida a 620°C, sem envelhecimento, possui vários núcleos recristalizados, nota-se que estes núcleos são pequenos, em torno de 2µm, e estão em forma de clusters, FIG.4.27. Já na amostra envelhecida, estes núcleos são maiores (FIG.4.28). Os núcleos maiores possuem orientação próxima da {111}, portanto a orientação mais intensa desta imagem é a cubo rodado, {100}<110>, como mostra a FIG.4.29.

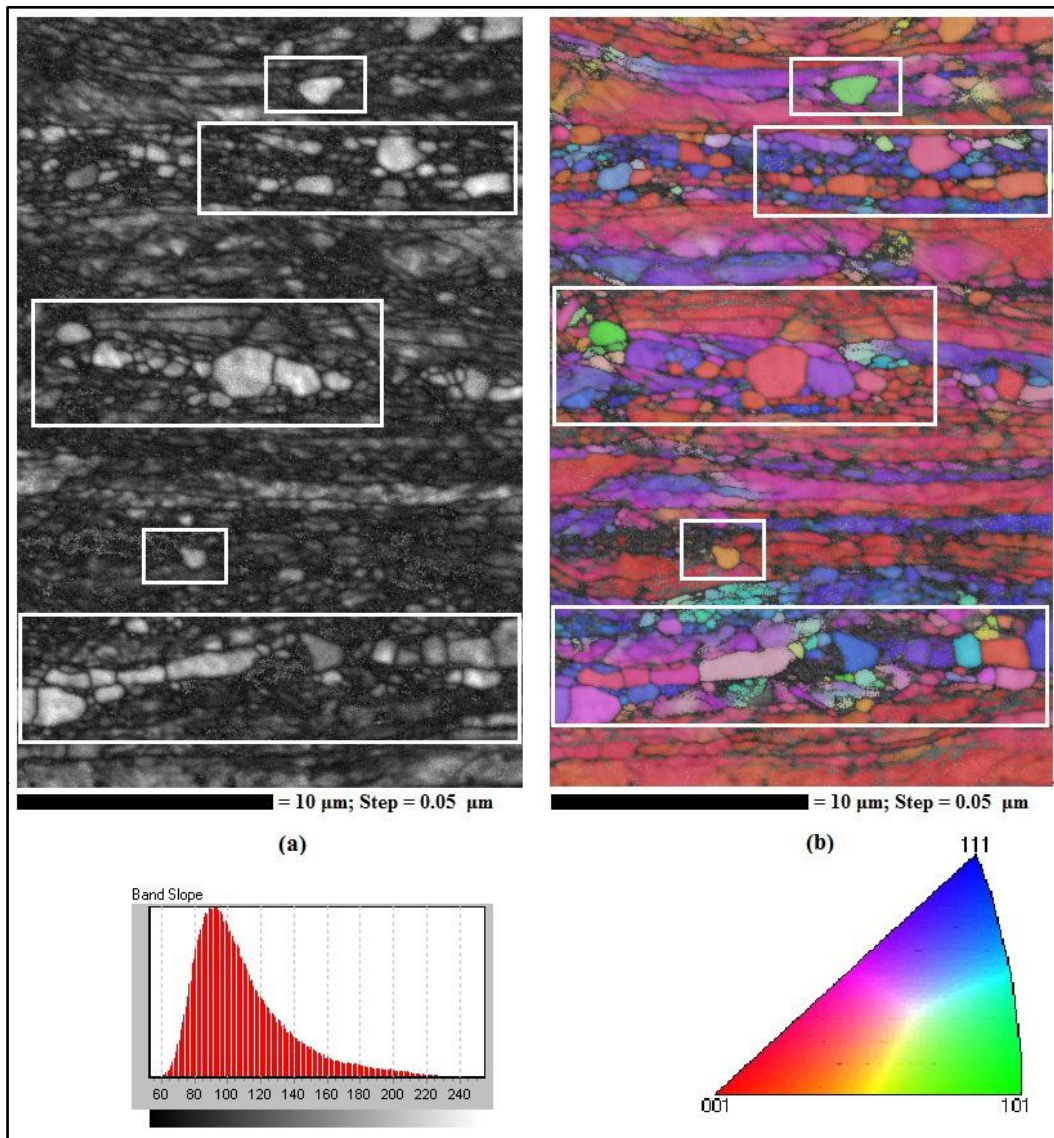


FIG.4.27 Imagens da amostra interrompida à 620°C com núcleos: (a) BC da amostra sem envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra sem envelhecimento.

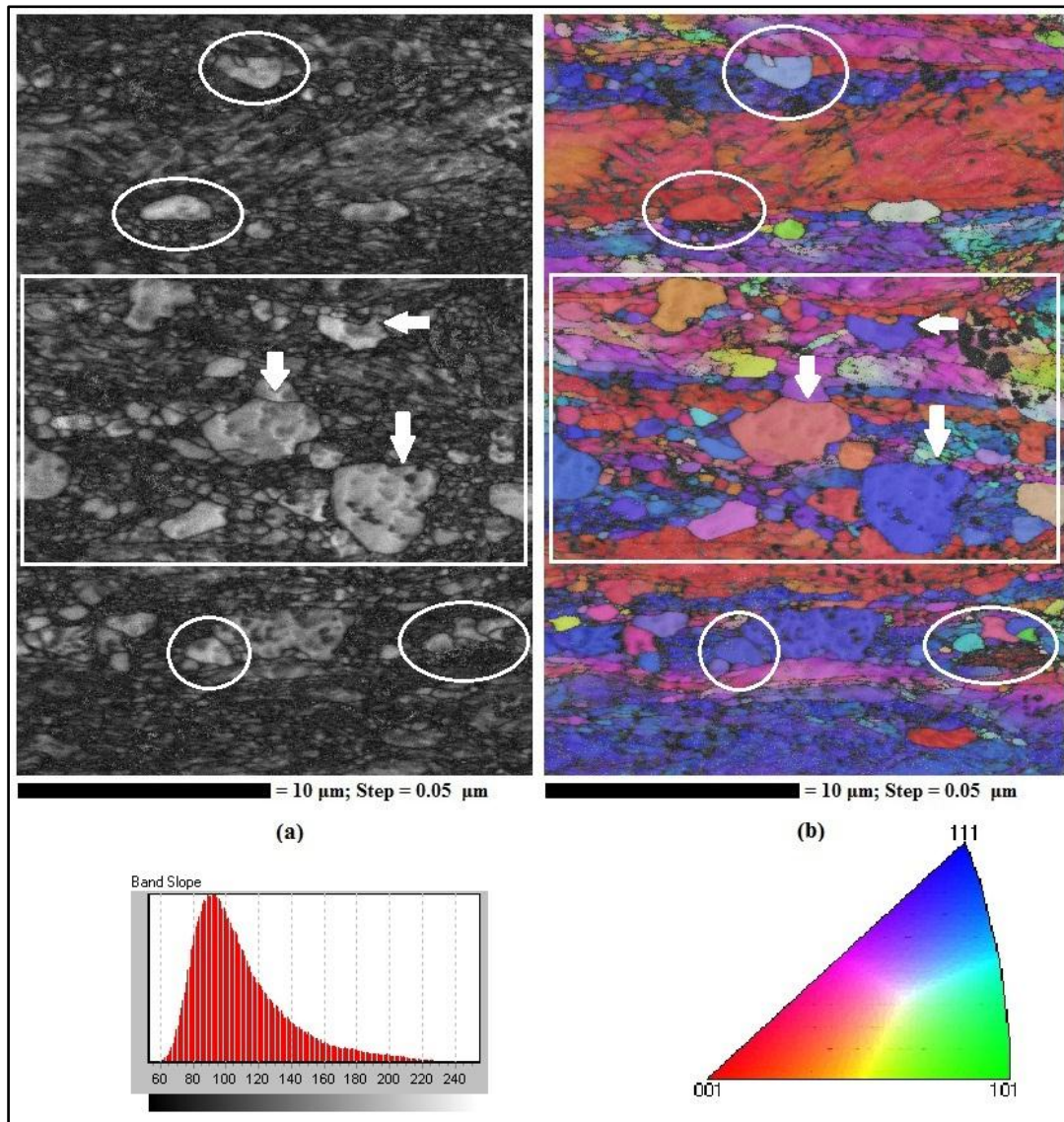


FIG.4.28 Imagens da amostra interrompida à 620°C com núcleos: (a) BC da amostra com envelhecimento, (b) Mapa de orientação da amostra com envelhecimento.

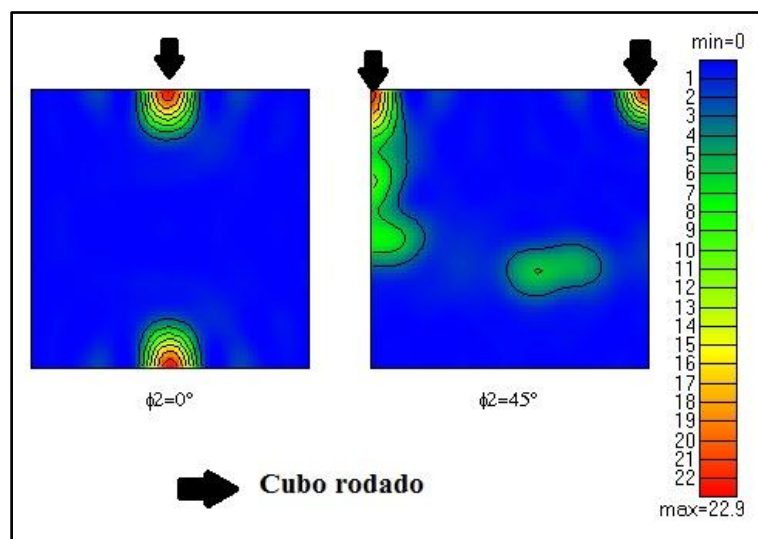


FIG.4.29 ODF da amostra com envelhecimento interrompida a 620°C.

4.4.2 RESULTADOS POR EBSD CONVENCIONAL

As figuras FIG.4.30 e FIG.4.31 mostram mapas de orientação cristalográfica para várias condições de interrupção do ciclo, onde o aspecto mais relevante das imagens é o tamanho de grão e a orientação cristalográfica.

A imagem FIG.4.30(b) indica que o material não está completamente recristalizado a 640°C, pois apresenta maior número de pontos perdidos, diminuindo o padrão de qualidade da imagem.

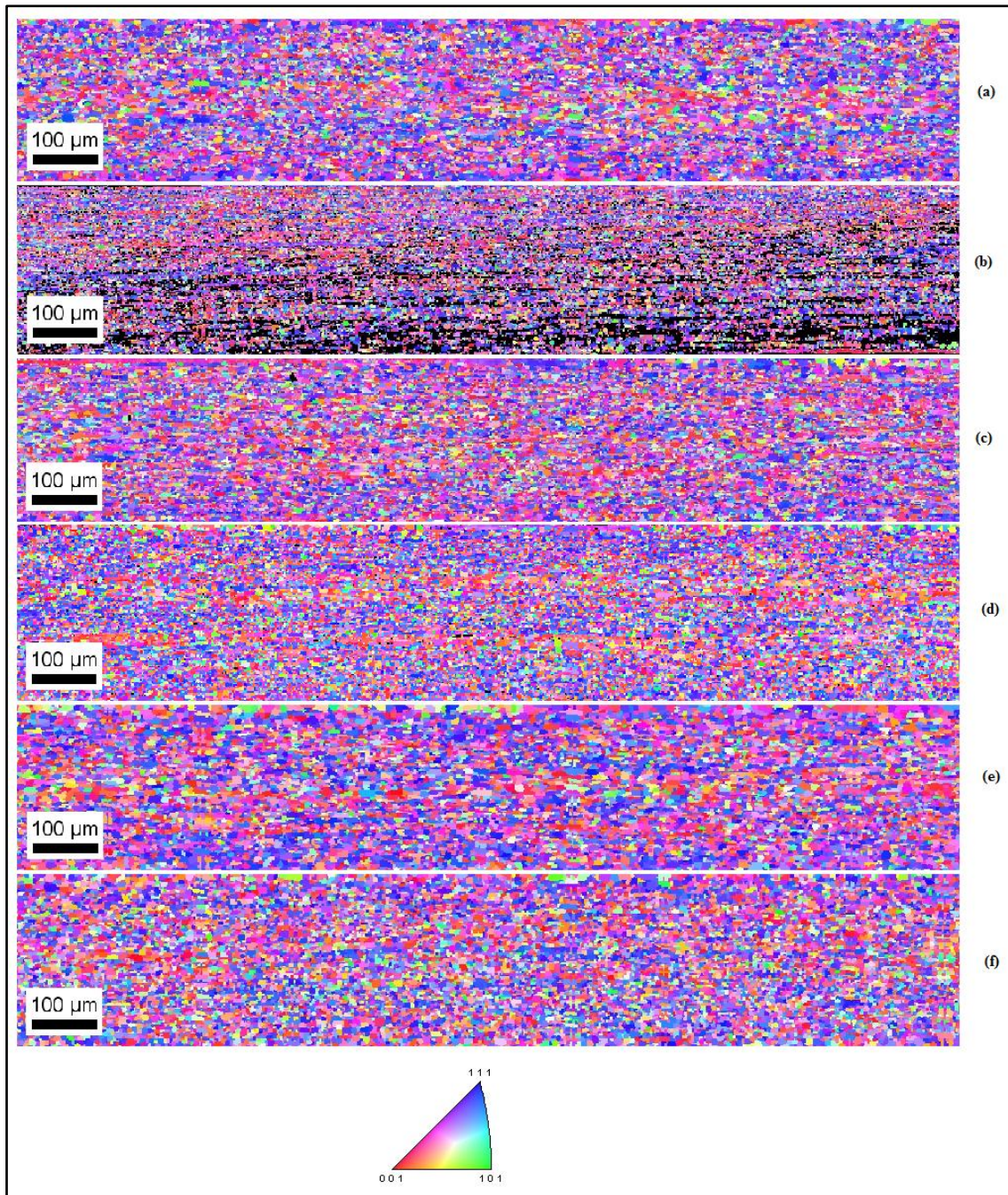


FIG.4.30 Mapa de orientação – IPF : (a) 640°C (sem envelhecimento); (b)640°C (com envelhecimento); (c) 660°C (sem envelhecimento); (d) 660°C (com envelhecimento); (e) 760°C (sem envelhecimento); (f) 760°C (com envelhecimento).

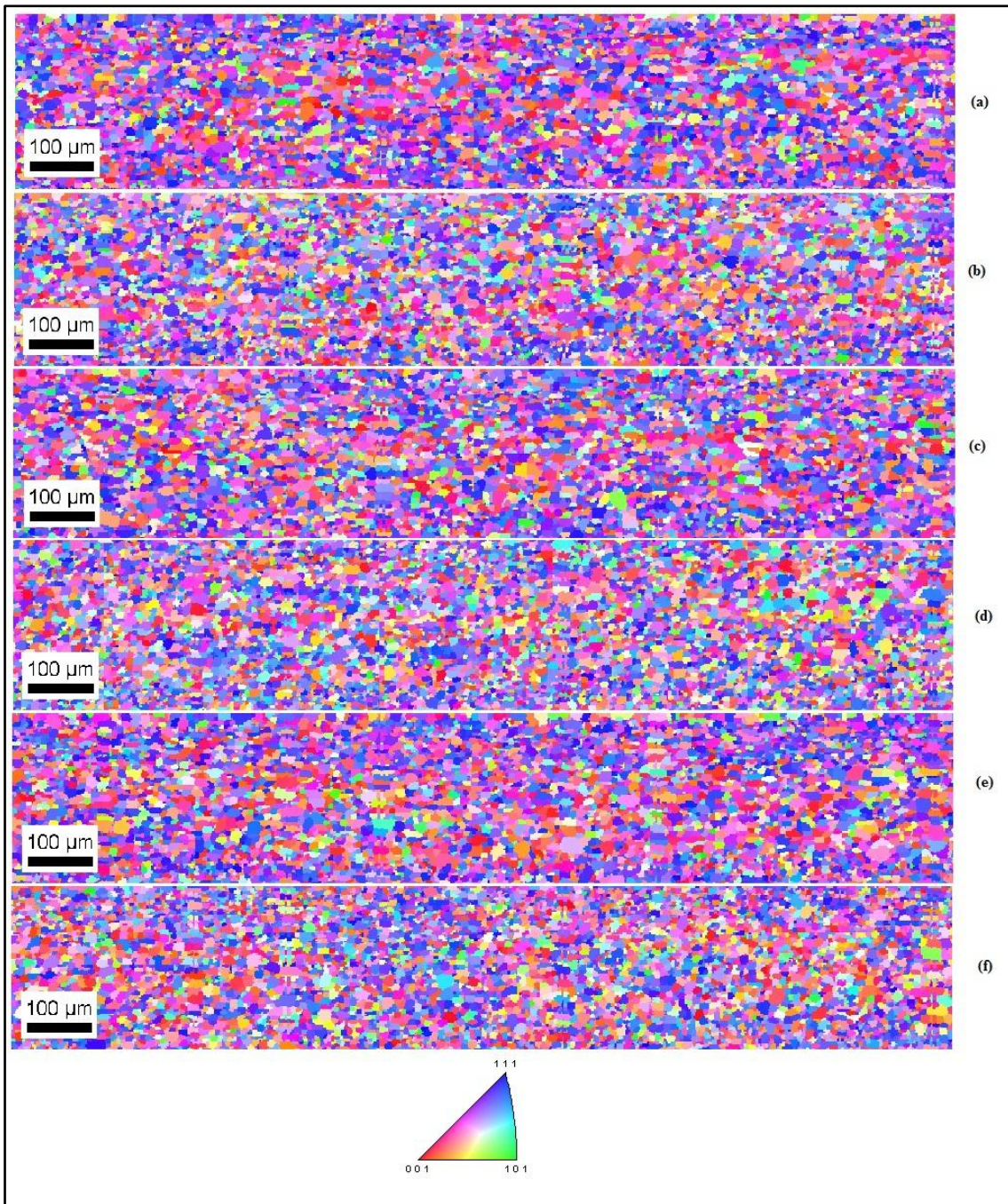


FIG.4.31 Mapa de orientação – IPF :(a) 830°C – tempo de encharque 0 segundos (sem envelhecimento); (b)830°C – 0 segundos (com envelhecimento); (c) 830°C – 100 segundos (sem envelhecimento); (d) 830°C – 100 segundos (com envelhecimento); (e) ciclo completo (sem envelhecimento) e (f) ciclo completo (com envelhecimento).

A ODF do material a 640, FIG.4.32 (a), mostra orientações mais intensas como: $(115)[\bar{1}\bar{1}0]$; $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$; O material envelhecido, FIG.4.32 (b), apresenta as orientações com menor intensidade comparadas ao material sem envelhecimento, exceto para a orientação $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$ e a orientação Goss que apresentou mesma intensidade.

Ao longo de todo o recozimento, FIG.4.32, praticamente as orientações $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$, $(554)[\bar{2}\bar{2}5]$, $(111)[1\bar{2}1]$ são as mais intensas tanto para o material sem envelhecimento quanto para o material envelhecido.

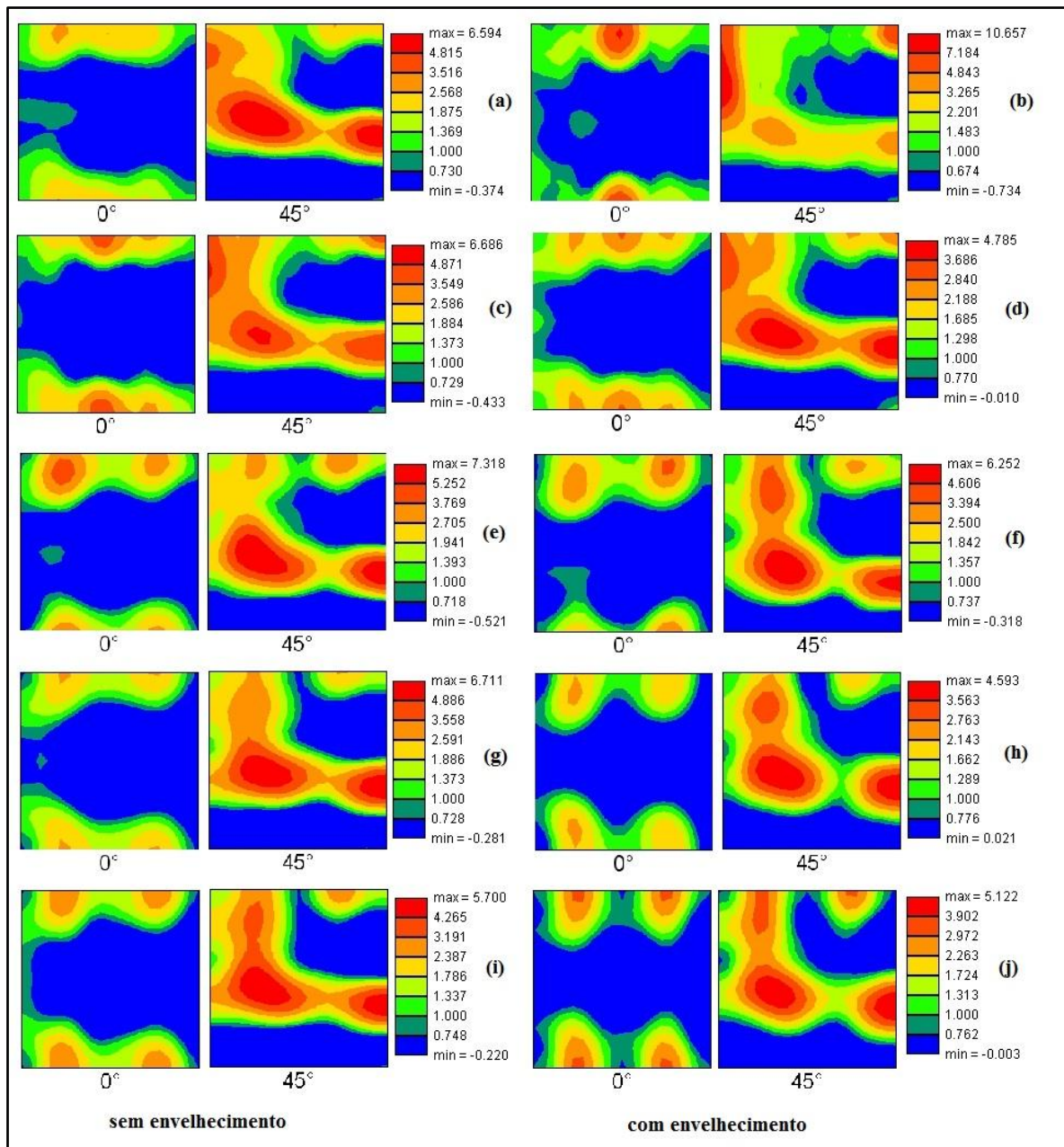


FIG.4.32 ODF: (a) 640°C (sem envelhecimento); (b)640°C (com envelhecimento); (c) 660°C (sem envelhecimento); (d) 660°C (com envelhecimento); (e) 820°C (sem envelhecimento);(f) 820°C (com envelhecimento); (g) início do ciclo (sem envelhecimento); (h) início do ciclo (com envelhecimento); (i) ciclo completo(sem envelhecimento) e (j)ciclo completo(com envelhecimento).

5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

5.1 EVOLUÇÃO DO CARBONO, OXIGÊNIO E DA CAMADA DE ÓXIDOS

A redução do carbono ocorre na etapa de descarbonetação através da reação química entre o carbono e o oxigênio presente na atmosfera do forno, formando gás carbônico e metano. Esta reação conseguiu reduzir 96% do carbono proveniente da aciaria, atingindo uma concentração mínima de 17,5 ppm. O mecanismo de redução de carbono está de acordo com Yamazaki (1969), bem como os valores de carbono alcançados no processo de recozimento. O pico de 180,5 ppm de carbono na temperatura de 800°C pode ser um indicativo de erro laboratorial, pois para a amostra envelhecida a essa temperatura o teor de carbono é 67,5 ppm.

Nas temperaturas iniciais de interrupção, observa-se que o teor de carbono cai consideravelmente de 300 ppm para 150 ppm, isto é um indicativo de que a descarbonetação é mais pronunciada na fase de aquecimento do aço, onde a formação da oxidação primária é pequena.

Não existe na literatura uma relação entre o teor de carbono e o recozimento de descarbonetação de aço silício HGO. Neste trabalho, o envelhecimento não influenciou no processo de redução, pois tal tratamento apenas promove uma redistribuição do carbono em solução e não interfere na quantidade de carbono presente no material (HONG, HAN, 2002).

Outro aspecto analisado neste trabalho, que estabelece uma associação com a retirada de carbono do aço, é a evolução do teor de oxigênio ao longo do recozimento. Este é um fator a ser considerado, pois a atmosfera do tratamento reage com a superfície do aço, formando uma camada de óxidos (YAMAZAKI, 1969). O aumento do teor de oxigênio é pouco pronunciado nos instantes em que o material está atingindo a temperatura do forno. Porém, há um aumento mais efetivo depois de 800°C e este aumento está intimamente relacionado com a formação da camada de óxidos, que é apenas considerável a partir de 820°C. A partir de tal temperatura, o aumento da espessura da camada de óxidos é gradual, chegando a um valor médio de 3,1491 μm.

Uma sobreposição das curvas de evolução do carbono e do oxigênio é vista na FIG.5.1. Como esperado o envelhecimento entre passes não provocou alterações significativas no processo de descarbonetação em termos de teor de carbono e oxigênio.

Yamazaki (1969) relata que a oxidação pode inibir a descarbonetação criando uma camada impermeável à saída do carbono, mas isto não é verificado na FIG.5.1, que mostra a evolução do teor de carbono e oxigênio ao longo do tratamento. Nesta imagem ainda existe um redução considerável do carbono, de 115 para 17,5 ppm, em concomitância com aumento do teor de oxigênio. Silveira (2011) argumenta que a blindagem do carbono se dá por barreiras difusionais e que se espessura do aço fosse maior que 0,27mm a blindagem poderia ser verificada, pois o carbono teria que difundir uma distância maior para chegar ate a superfície.

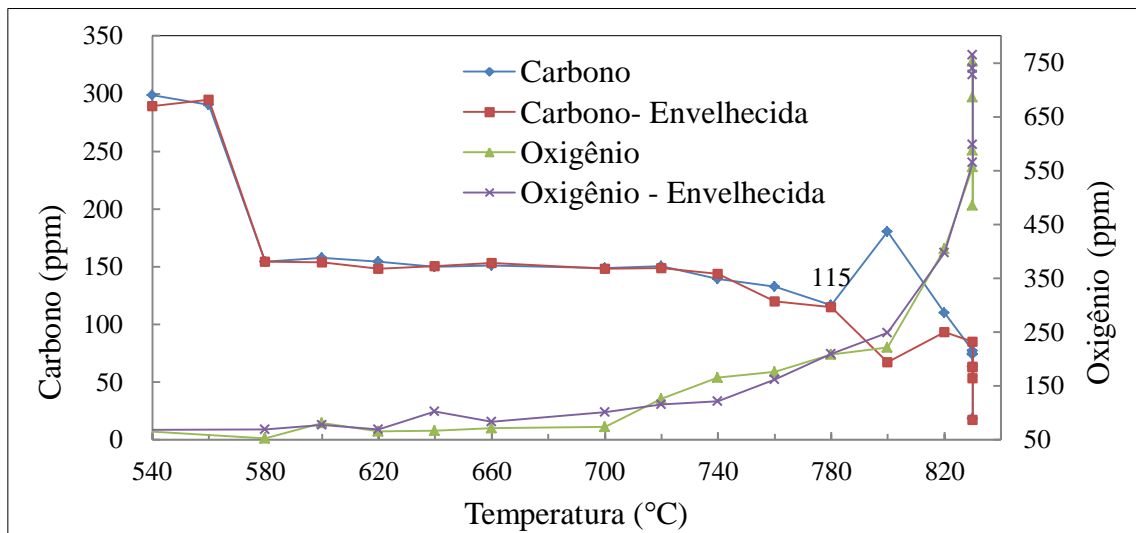


FIG.5.1 Evolução do teor de carbono e oxigênio para amostras com e sem envelhecimento ao longo do recozimento de descarbonetação.

A medição da camada de óxidos por microscopia ótica se tornou possível apenas nas ultimas temperaturas de interrupção do ciclo, pois nestas temperaturas o tempo para formação da camada era maior, FIG.5.2. O aumento da espessura da camada de óxidos é diretamente proporcional ao tempo. Porém no final do ciclo, nota-se que a espessura da camada de sílica e faialita diminui de 3,1491µm para 2,0553µm, em paralelo há um aumento da taxa de descarbonetação e oxidação nesta fase.

Observando a FIG.4.5, nota-se que há um aumento da taxa de oxidação e uma queda do teor de carbono e da camada de óxidos, nos intantes finais do ciclo. Isto é um indicativo de que no final do ciclo de recozimento haja a formação de um outro tipo de óxido. Tornando-se

necessário, em trabalhos futuros, analisar a evolução da composição química da camada de óxidos por microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando a ferramenta EDS.

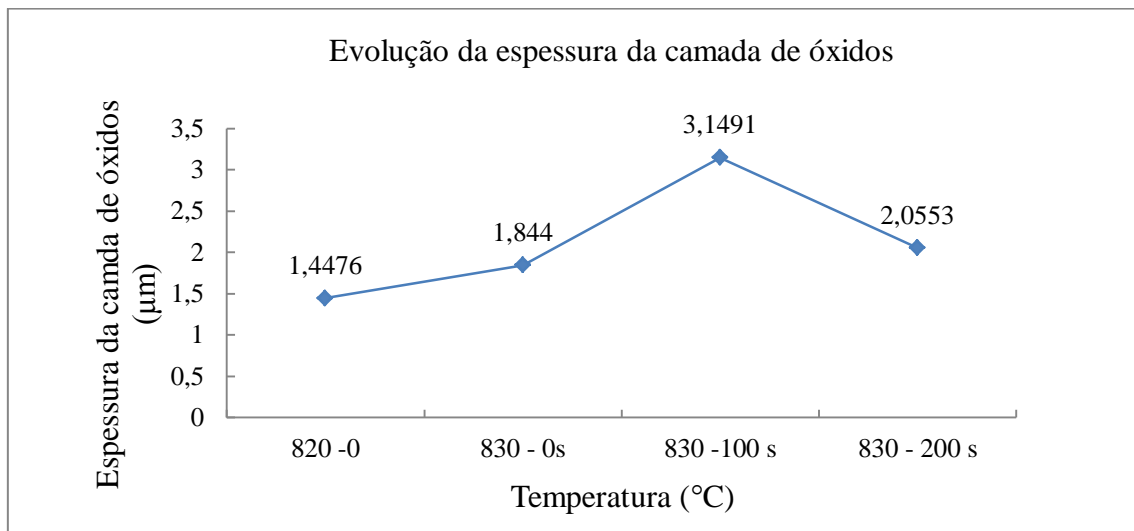


FIG.5.2 Evolução da espessura da camada de óxidos ao longo do tempo de encharque do recozimento.

5.2 EVOLUÇÃO DA TEXTURA POR DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

No estado deformado, as orientações $(223)[1\bar{1}0]$ e $(\bar{1}11)[0\bar{1}1]$ são pertencentes as fibras α e γ , respectivamente. Como já discutido, estas fibras são típicas da textura de deformação dos materiais CCC. Logo as orientações mostradas na figura FIG.4.7 estão em concordância com a literatura. O envelhecimento proporcionou uma dispersão tanto da fibra γ , quanto da fibra α (FIG.4.8). Isto é um indicativo que este tratamento provocou alterações na microestrutura do material possibilitando uma pequena mudança dos sistemas de deslizamentos devido à interação das discordâncias com os átomos intersticiais de carbono e nitrogênio que foram redistribuídos com envelhecimento.

A textura no início da recristalização não é muito diferente da textura do material deformado a não ser pela presença da orientação $(113)[1\bar{1}0]$ e o desaparecimento da componente $(\bar{1}11)[0\bar{1}1]$, e com isso causando um espalhamento da fibra γ . A orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$, que é uma textura típica de recristalização de um aço elétrico de grão orientado, só surgiu no material recristalizado com envelhecimento. Isto é mostra que o envelhecimento entre passes proporcionou uma alteração da microestrutura do material deformado e consequentemente dos sítios de nucleação.

A presença das componentes $(001)[\bar{1}30]$, $(\bar{2}23)[\bar{3}62]$ e $(111)[\bar{1}12]$ no material completamente recristalizado, pode ser explicada pela diferença de energia armazenada na deformação pelos grãos devido a orientação, que varia de acordo com a seguinte relação : $E_{110} > E_{111} > E_{112} > E_{100}$ (HUTCHINSON, 1984). As componentes $(111)[\bar{1}12]$ e $(\bar{2}23)[\bar{3}62]$, só apareceram no material com envelhecimento, o que pode ser explicado pelo tempo necessário para que essas orientações apareçam, já que o material envelhecido recristalizou a aproximadamente 6 segundos depois do material sem envelhecimento.

As orientações $(001)[\bar{1}30]$ e cubo rodado desapareceram após a descarbonetação. Esse fenômeno pode ser atribuído ao crescimento preferencial dos grãos com orientações $(\bar{2}23)[\bar{3}62]$, $(111)[\bar{1}12]$ e $(113)[\bar{1}\bar{1}0]$ em detrimento aos grãos com orientação $(001)[\bar{1}30]$ e cubo rodado. O envelhecimento praticamente não interfere na formação de textura nesta etapa do recozimento.

Nos instantes iniciais do tempo de encharque (830°C a 0 segundos) do recozimento, a orientação $(113)[\bar{1}\bar{1}0]$ se torna ausente no material sem envelhecimento. Isto é um indicativo de que o envelhecimento entre passes influenciou na formação de textura de recristalização primária, que pode ser explicado pela interação dos átomos de carbono e nitrogênio com as discordâncias causando uma alteração nas rotações da rede cristalina. As outras orientações presentes nesta etapa foram praticamente mantidas, mesmo após 200 segundos. Conforme Samajdar e colaboradores (1998), pode ser verificado que a fibra γ é fortalecida ao longo do processo de recozimento em detrimento da fibra α .

Os gráficos das figuras FIG.5.3, FIG.5.4 e FIG.5.5 mostram a evolução dos componentes de textura cubo rodado, $\{111\}\langle 112 \rangle$ e $(113)[\bar{1}\bar{1}0]$, respectivamente. Nelas nota-se que a orientação $\{111\}\langle 112 \rangle$ aumentou durante a evolução do processo de recozimento a partir do material no estado deformado. O componente $(113)[\bar{1}\bar{1}0]$ também se desenvolveu de forma similar aumentando com a evolução da recristalização. O componente cubo rodado evoluiu de forma diferente dos anteriores, pois desapareceu ao longo do processo.

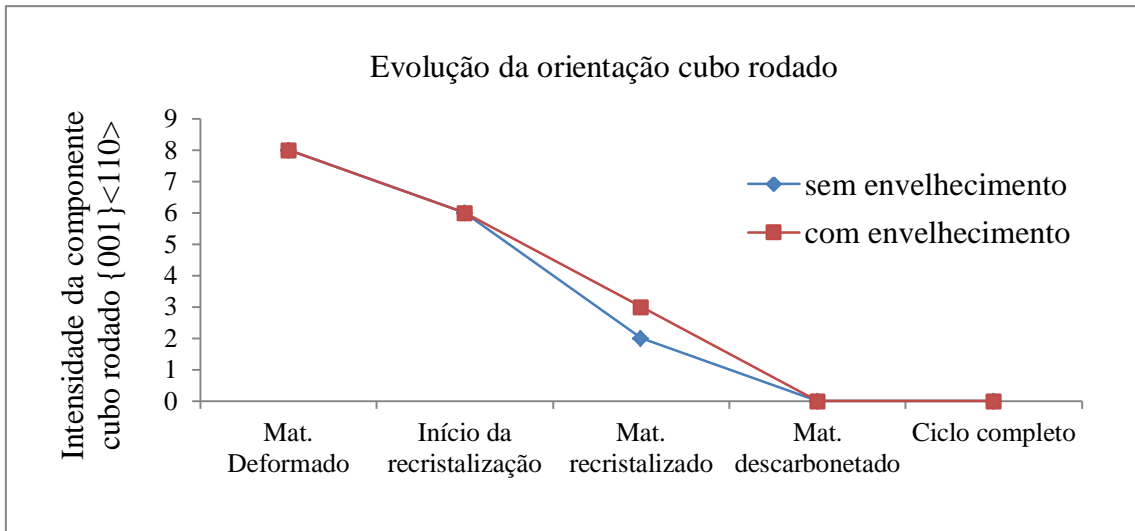


FIG.5.3 Evolução da orientação cubo rodado, {001} <110>, ao longo do recozimento.

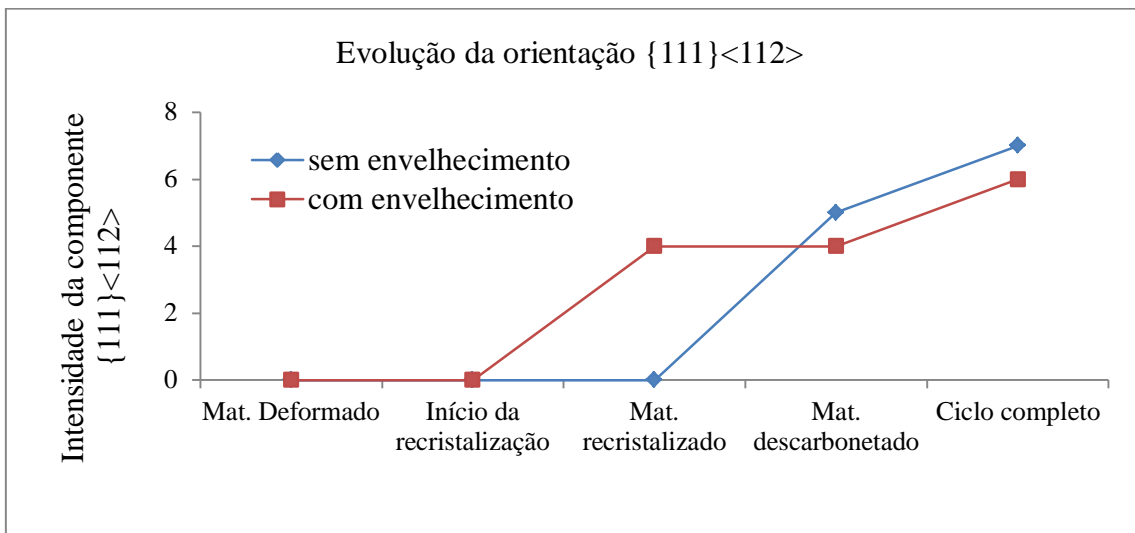


FIG.5.4 Evolução da orientação {111} <112> ao longo do tratamento de descarbonetação.

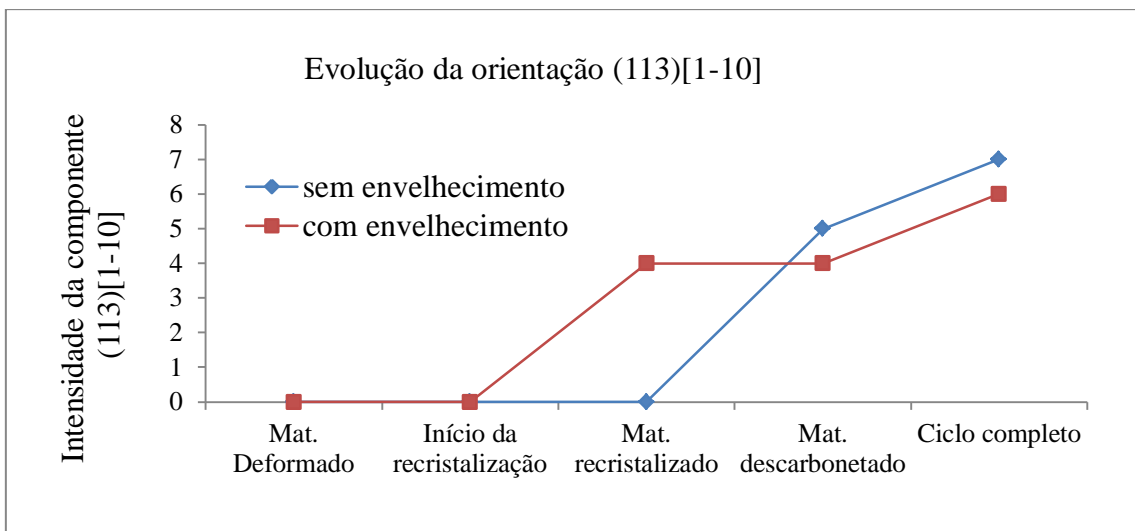


FIG.5.5 Evolução da componente (113)[1-10] ao longo da formação da textura de recristalização primária.

Ao longo do recozimento não foi detectada nenhuma intensidade da componente Goss, que é essencial para formação da textura final de um aço elétrico HGO, FIG.5.6. A rigor a fração volumétrica dessa orientação é muito pequena, aproximadamente de 1% (MATSUO, 1989).

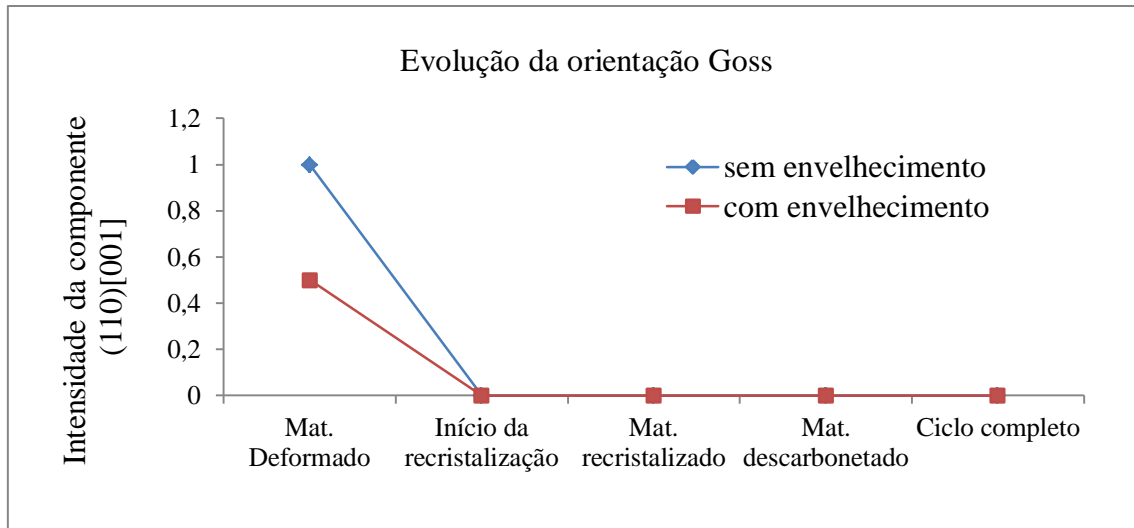


FIG.5.6 Evolução da componente Goss ao longo da formação da textura de recristalização primária.

5.3 EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA E DA MICROTATURA

O envelhecimento diminui o padrão de qualidade da amostra deformada, isto é esperado, já que tal tratamento aumenta a densidade de discordâncias do material. Este aumento proporciona uma maior distorção da rede e conseqüentemente diminui a indexação das bandas de kikuchi (ENGLER; RANDLE, 2010). Os carbonetos também contribuem na diminuição do padrão de indexação. Estes proporcionam, localmente, pontos nulos de indexação que constituem juntamente com um aglomerado de discordâncias as áreas escuras da imagem.

As amostras deformadas sem envelhecimento forneceram informações importantes da microestrutura. Áreas com orientação Goss podem ser vistas situadas em bandas de cisalhamento como ilustra a figura FIG.4.19. Esta informação é bem discutida na literatura (TANINO et al.,1981; USHIODA E HUTCHINSON, 1989; DORNER et al.,2007; HARATANI et al., 1984) já que existe uma relação de orientação da banda de cisalhamento com as componentes Goss e $\{111\}\langle 112 \rangle$. Porém, através das técnicas utilizadas neste trabalho não foi possível detectar um aumento das bandas de cisalhamento no material envelhecido, fato que contradiz a literatura. Entretanto, a maioria dos artigos utilizaram

monocristais com orientações $\{111\}\langle 112\rangle$ e $(110)[001]$, sendo que monocristais não representam o material industrial.

Em nível de microscopia ótica não foi possível detectar bandas de cisalhamento no material sem e com envelhecimento, FIG.5.7. Isto pode ser justificado pelo tamanho de grão do material antes de ser deformado (BQ), aproximadamente $12\ \mu\text{m}$ (FIG.5.8). As bandas de cisalhamento possuem uma relação direta com o tamanho de grão antes da deformação, quanto maior o grão maior a probabilidade de formar bandas (HUTCHINSON, 1984).

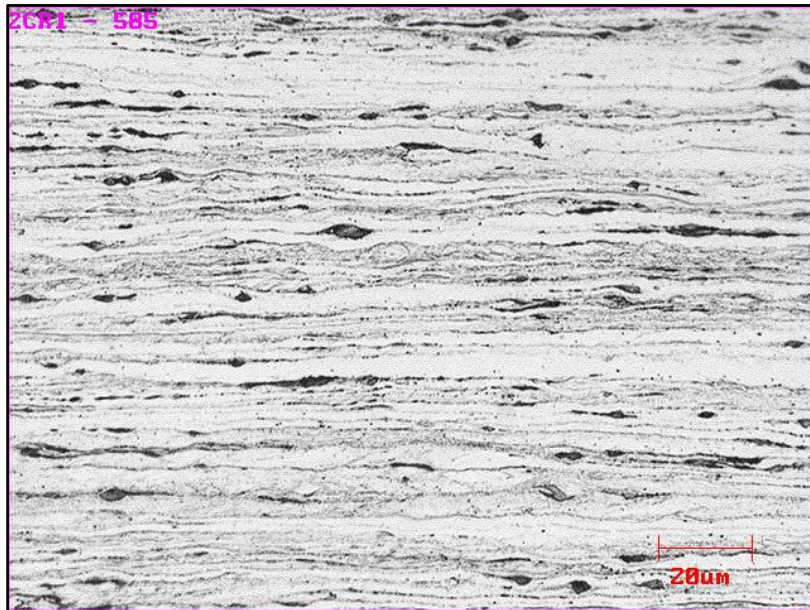


FIG.5.7 Imagem de microscopia ótica da amostra com envelhecimento interrompida a 580°C .

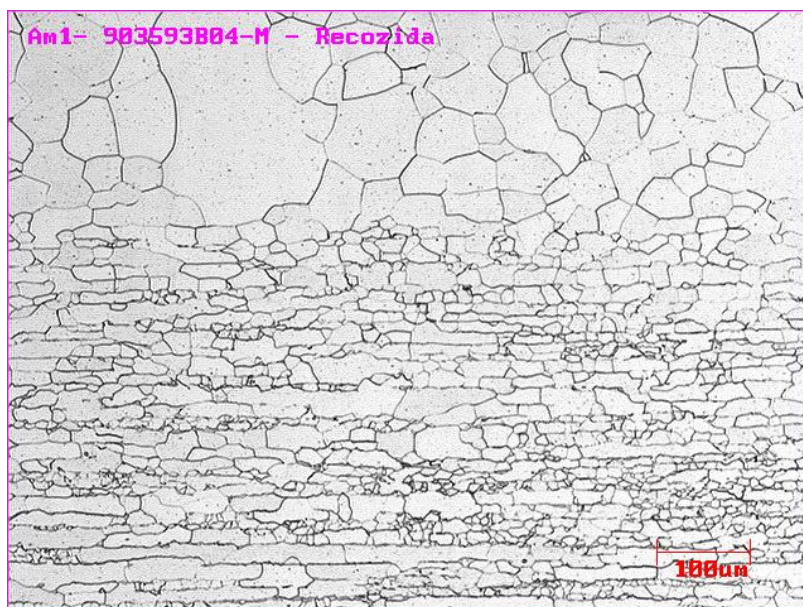


FIG.5.8 Imagem de microscopia ótica do material como recebido, antes da laminação a frio.

Nas imagens de EBSD do material deformado com envelhecimento não são observadas regiões com orientação Goss em bandas de cisalhamento, tais orientações estão posicionadas em regiões escuras das imagens, já que o material com envelhecimento apresenta-se mais encruado e conseqüentemente com um padrão de qualidade mais baixo, FIG.4.21. Uma possível justificativa para tal fato é a possibilidade das áreas com orientação Goss estarem localizadas em bandas e estas informações podem ter ficado camufladas pelo baixo padrão de qualidade das imagens.

A recuperação nos instantes iniciais de interrupção de ciclo é esperada já que o material possui uma deformação de 88%. Quanto maior a energia armazenada na deformação, menor é a temperatura para que inicie o processo de recuperação. Em relação ao material deformado, o padrão de qualidade foi melhorado, pois a recuperação proporcionou um arranjo das discordâncias de maneira a diminuir a energia interna do material. As áreas escuras, que podem ser em função de partículas de segunda fase e regiões altamente deformadas, modificam a orientação do material, sendo que tais regiões são rodeadas por orientações pertencentes ao plano $\{110\}$, FIG.5.9.

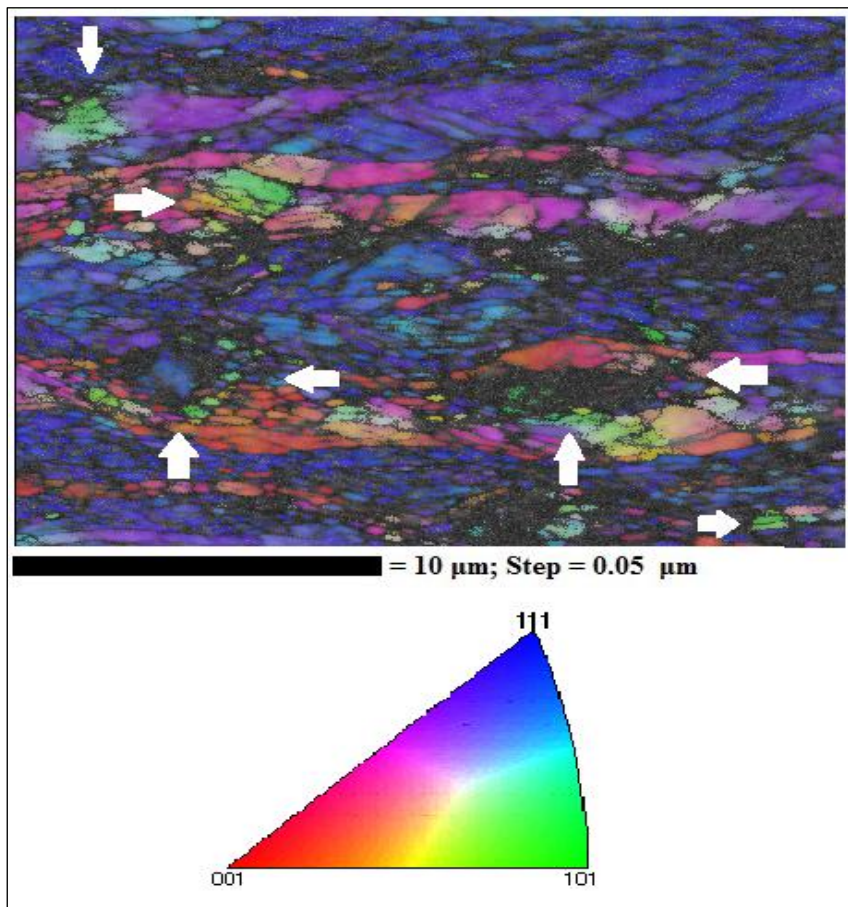


FIG.5.9 Material sem envelhecimento interrompido a 640°C evidenciando regiões com orientação $\{110\}$ ao redor dos pontos perdidos da imagem, indicados pelas setas.

Grãos com orientação {111} armazenam maior energia na deformação (HUMPHREYS; HATHERLY, 2004), apresentando imagens com baixo padrão de qualidade.

A maioria dos núcleos recristalizados possui a mesma orientação da matriz deformada. Os núcleos com orientação {111} se formaram na matriz com grãos recuperados com tal orientação, o mesmo aconteceu com os núcleos com orientação {100}, FIG.4.25.

O menor tamanho de grão para a amostra envelhecida se deve a formação de um número maior de núcleos na recristalização, pois a amostra envelhecida está mais deformada e conseqüentemente possui maior número de sítios de nucleação.

Os núcleos recristalizados do material envelhecido são maiores do que o material sem envelhecimento, FIG.4.27 e FIG.4.28. Porém o comportamento do tamanho de grão é contrário (FIG.5.10), indicando que o envelhecimento entre passes diminui o tamanho o grão. Segundo Hong e Han (2002), isto é causado pelo encruamento da microestrutura devido o envelhecimento entre passes. Este encruamento aumenta o número de sítios de nucleação e conseqüentemente forma um maior número de núcleos a fim de minimizar a energia acumulada na deformação a frio. No artigo, (HONG; HAN, 2002), o envelhecimento entre passes à 250°C diminui o tamanho de grão de 24 para 21µm. Neste trabalho, o envelhecimento proporciona um decréscimo de 8,163 para 7,605 µm. O tamanho de grão foi medido via EBSD através do método do intercepto linear. A FIG.5.10 mostra a evolução do tamanho de grão ao longo do recozimento de descarbonetação, não há um crescimento de grão significativo ao longo do tempo de encharque. O crescimento de grão é mais evidente entre 760 e 820°C.

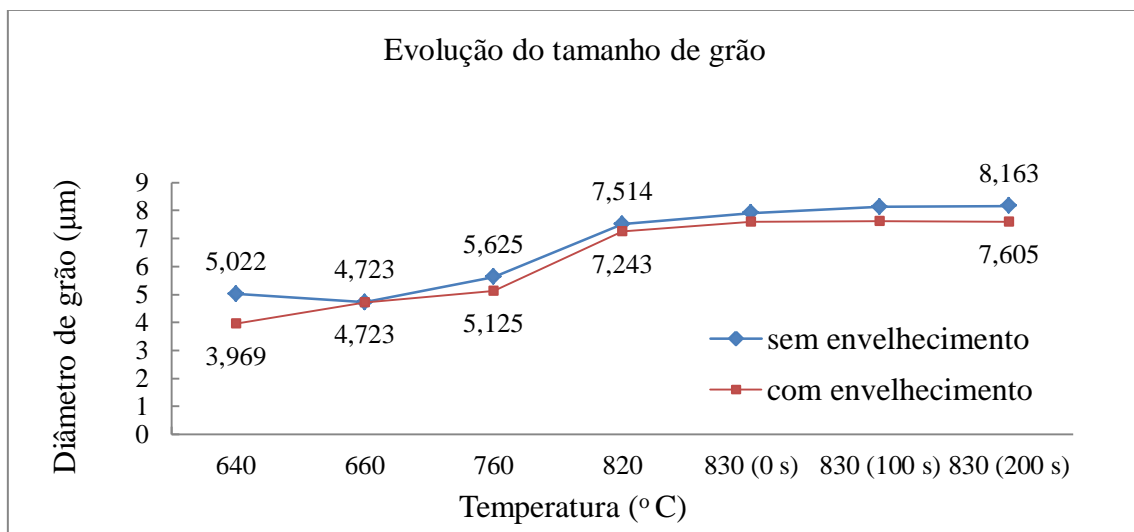


FIG.5.10 Evolução do diâmetro de Grão médio ao longo do recozimento de descarbonetação de um aço HGO.

A orientação Goss decresce ao longo do recozimento, contudo há uma leve vantagem da orientação (110)[001] na amostra envelhecida logo após recristalização, entre 640 e 660°C. A componente de textura, {111}<112>, é menor para a amostras envelhecidas, isto está ilustrado na gráfico da FIG.5.11. Porém, tal componente aumenta ao longo do tempo de encharque para amostras envelhecidas. Este fator é favorável, pois tal orientação é típica da matriz recristalizada e estabelece uma relação de orientação com a componente Goss referente ao contorno CSL $\Sigma 9$, com isso é facilmente consumida pela orientação (110)[001].

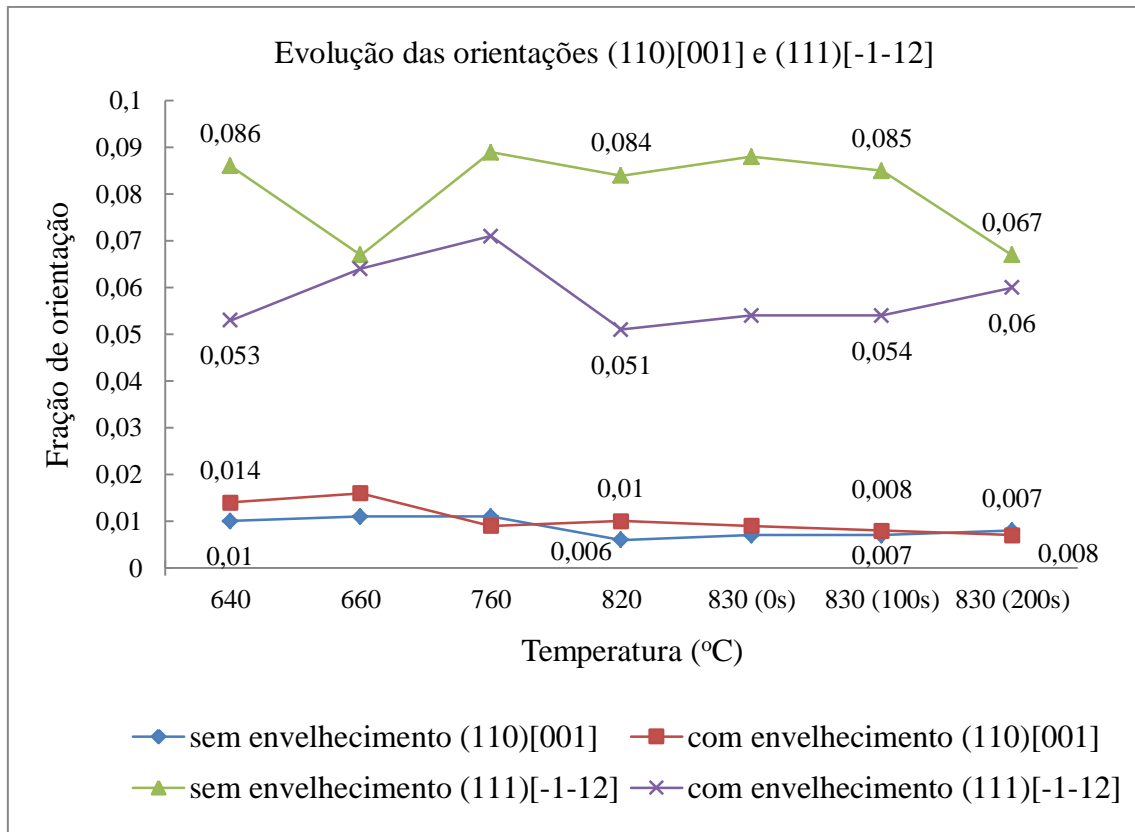


FIG.5.11 Evolução das componente Goss e (111)[$\bar{1}\bar{1}2$] ao longo do recozimento de descarbonetação.

6 CONCLUSÕES

De acordo com os resultados das técnicas de caracterização utilizadas no presente trabalho algumas conclusões podem ser apresentadas:

- A descarbonetação é mais pronunciada na fase de aquecimento do aço, onde a formação da oxidação é pequena. O aumento do teor de oxigênio é pouco pronunciado nos instantes em que o material está atingindo a temperatura do forno. Porém, há um aumento mais efetivo depois de 800°C e esse aumento está intimamente relacionado com a formação da camada de óxidos, que é apenas considerável a partir de 820°C. O envelhecimento entre passes não provocou alterações significativas no processo de descarbonetação em termos de teor de carbono e oxigênio;
- A textura ao longo do recozimento está de acordo com a literatura, onde a fibra γ é fortalecida em detrimento da fibra α . O envelhecimento provocou uma dispersão das fibras γ e α ao longo do ciclo de recozimento. Isso mostra que o envelhecimento entre passes proporcionou uma alteração da microestrutura do material deformado e, conseqüentemente, dos sítios de nucleação. Nas amostras recristalizadas, a orientação $\{111\}\langle 112\rangle$ apenas foi detectada para o material envelhecido, indicando que o tratamento de envelhecimento altera a textura. Tal resultado é um indicativo que esse tratamento provocou alterações na microestrutura do material possibilitando uma pequena mudança dos sistemas de deslizamentos devido a interação das discordâncias com os átomos intersticiais de carbono e nitrogênio, que foram redistribuídos com o envelhecimento. Em nenhuma das duas condições, com e sem envelhecimento, foi detectada a componente de textura cristalográfica Goss por difração de raios x ao longo do processo de descarbonetação.
- Através dos resultados de EBSD foi possível visualizar regiões com orientação Goss nas bandas de cisalhamento. Porém, nas amostras com envelhecimento não foi possível visualizar bandas de cisalhamento e áreas com orientação Goss. Devido ao pequeno tamanho de grão do material laminado a quente, não foi possível visualizar, via

microscopia ótica, bandas de cisalhamento nas amostras com e sem envelhecimento entre passes. A grande maioria dos núcleos recristalizados possui a mesma orientação da matriz deformada, exceto para regiões de alta deformação. Partículas de segunda fase e regiões altamente deformadas modificam a orientação cristalográfica do material. O tamanho de grão das amostras envelhecidas é menor ao longo do recozimento de descarbonetação em relação às amostras sem envelhecimento.

7 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

- Interromper o ciclo em um intervalo de temperatura menor;
- Realizar a descarbonetação em tempo de encharque menor e verificar se as propriedades mecânicas modificaram;
- Analisar os contornos CSL e ver a influencia do envelhecimento na fração volumétrica destes contornos;
- Identificar no EBSD de alta resolução as regiões com orientação $\{111\}\langle 110\rangle$ e verificar se existem orientações Goss retidas nas mesmas;
- Analisar a morfologia das discordâncias, através de microscopia eletrônica de transmissão, ao longo do processo de descarbonetação;
- Analisar a evolução da camada de óxidos via MEV - EDS.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- CAHN, R. W.; HAASEN, P. **Physical Metallurgy**. 4 ed. V.III. Amsterdam, Netherlands: North Holland, 1996.
- CHANG, S. K. Texture change from primary to secondary recrystallization by hot-band normalizing in grain-oriented silicon steels. In: **Materials Science and Engineering A**, p. 93-98. 2007.
- DILAMORE, I. L.; MORRIS, P. L.; SMITH, C. J. E.; HUTCHINSON, W.B. Transition bands and recrystallization in metals. In: **Proceedings of The Royal Society A**. v.329, n. 1579, p. 405-420. 1972.
- DOHERTY, R. D. Recrystallization and texture. In: **Progress in Materials Science**, v. 42, p.29-58. 1997.
- DORNER, D.; ZAEFFERER, S.; RAABE, D. Retention of Goss orientation between microbands during cold rolling of an Fe3%Si single crystal. In: **Acta Materialia**, v.55, p.2519-2530. 2007.
- DUCKHAM, A.; KNUTSEN, R.D.; ENGLER, O. Influence of deformation variables on the formation of copper-type shear bands in Al-1Mg. In: **Acta Materialia**, v. 49, n. 14, p. 2739-2749. 2001.
- ENGLER, Olaf; RANDLE, Valerie. **Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping**. 2 ed. Boca Raton, FL, EUA: CRC Press, 2010. 471 p.
- FALLEIROS, Ivan G. S.; CAMPOS, Marcos F. de. Nucleação da recristalização. In: **Workshop sobre textura e relações de orientação: Deformação plástica, recristalização, crescimento de grão**. São Paulo: EPUSP, 2001. 10 p.
- GORELIK, S. S. **Recrystallization in metals and alloys**. Moscow, URS: Mir Publishers, 1981.
- HARASE, J.; SHIMIZU, R. Distribution of {110}<001> oriented grains in the primary recrystallized 3% Si-Fe alloy. In: **Transactions of The Japan Institute of Metals**. v.29, p.388- 399. 1988.

- HARATANI, T.; HUTCHINSON, W. D.; DILLAMORE, I. L.; BATE, P. Contribution of shear banding to origin of Goss texture in silicon steel. In: **Metal Science**, v.18, p.57-65. Feb. 1984.
- HONG, B. D.; HAN, K. S. Effect of inter-pass aging on recrystallization texture in 3% Si grain oriented electrical steels. In: **Materials Science Forum**. v. 408-412, p.1245-1250. 2002.
- HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. 2 ed. Oxford, UK: Elsevier, 2004.
- HUTCHINSON, W. B. Deformation microstructures and textures in steels. In: **Proc. Royal Society A**. v. 357, p. 1471-1485. 1999.
- HUTCHINSON, W. B. Development and control of annealing textures in low-carbon steels. In: **International Metals Reviews**, v. 29, p. 25-42. 1984.
- JIA, J. L.; LIU, L. H.; SHI, W.; LI, L. J.; ZHAI, Q. J. Influence of primary annealing on Goss development in grain oriented silicon steels. In: **Materials Science and Technology**. v. 27, p. 1475-1481. 2011.
- KOMATSUBARA, M. et al, KAWASAKI STEEL CORPORATION, Japan. Decarburized steel sheet for thin oriented silicon steel sheet having improved coating/magnetic characteristics and method of producing the same. Int. Cl6. H01F 104. U. S. P. nº5, 571, 342. 14 Dec 1993; 5 Nov 1996.
- LIMA, Nelson B.; LIMA, Liana M.G.;PADILHA, Ângelo F. Textura de recristalização. In: **Workshop sobre textura e relações de orientação: Deformação plástica, recristalização, crescimento de grão**. São Paulo: EPUSP, 2001. 18 p.
- LINS, Jefferson Fabrício Cardoso. **Caracterização microestrutural das bandas de cisalhamento adiabáticas num aço IF estabilizado ao titânio**. Tese de Doutorado – Faculdade de Engenharia Química de Lorena, São Paulo, 2005.
- MATSUO, M. Texture control in the production of grain oriented silicon steels. In: **ISIJ International**, v. 29, p. 809-827. 1989.
- MORAWIEC, A. On abnormal growth of Goss grains in grain-oriented silicon steel. In: **Scripta Materialia**, v. 64, p. 466-469. 2011.
- PADILHA, A. F.; SICILIANO JR, F. Crescimento das regiões recristalizadas. . In: **Workshop sobre textura e relações de orientação: Deformação plástica, recristalização, crescimento de grão**. São Paulo: EPUSP, 2001. 10 p.

- PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E. **Phase transformations in metals and alloys**. 2 ed. London, UK: Chapman & Hall, 1992.
- RIOS, P. R. Crescimento de grão e recristalização secundária. In: **Workshop sobre textura e relações de orientação: Deformação plástica, recristalização, crescimento de grão**. São Paulo: EPUSP, 2001. 15 p.
- RIOS, P. R.; SICILIANO JR, F.; SANDIM, H. R. Z.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A.F. Nucleation and growth during recrystallization. In: **Materials Research**. v. 8, p 225-2238. 2005.
- SAKAI, T.; MATSUO, M.; TANINO, M.; SHINDO, T.; SHIOZAKI, M. Secondary recrystallization process of high permeability grain oriented silicon steel. In: **ICOTOM 6**, v. 2, p. 938-947. Out. 1981.
- SAMAJDAR, I.; CICALI, S.; VERLINDEN, B.; VAN HOUTTE, P.; ABBRUZZESSE, G. Primary recrystallization a grain oriented silicon steel: on the origin of Goss {110}<001> grains. In: **Scripta Materialia**. v. 39, p. 1083-1088. 1998.
- SHIN, S. M.; BIROSCA, S.; CHANG, S. K.; COOMAN, B. C. Texture evolution in grain-oriented electrical steel during hot band annealing and cold rolling. In: **Journal of Microscopy**, v. 230, p. 414-423. Jul. 2007.
- SILVEIRA, C. C. Influência da quantidade e morfologia de faialita e sílica nas características de aço elétrico de grão orientado. Dissertação de Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011.
- TANINO, M.; MATSUO, M.; SHINDO, T.; SAKAI, T.; MATSUMOTO, F. Effects of the inter-pass aging on the texture formation in a high permeability grain-oriented silicon steel. In: **ICOTOM 6**, v. 2, p. 928-937. Out. 1981.
- USHIGAMI, Y. et al. Recent development of low-loss grain-oriented silicon steel. In: **Journal of magnetism and magnetic materials**, v. 254-255, p. 307-314, 2003.
- USHIODA, K.; HUTCHINSON, W. D. Role of shear bands in annealing texture formation in 3%Si-Fe (111)[11-2] single crystals. In: **ISIJ International**, v. 29, p. 862-867. 1989.
- XIA, Z.; KANG, Y.; WANG, Q. Developments in the production of grain-oriented electrical steel. In: **Journal of magnetism and magnetic materials**, v. 320, p. 3229-3233. Jul. 2008.
- YAMAZAKI, T. On the decarburization of silicon steel sheet. In: **Transactions ISIJ**. v. 9, p. 66-75. 1969.