

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Dissertação de Mestrado

**CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO ESTÁTICA E EVOLUÇÃO DA TEXTURA
CRISTALOGRÁFICA DO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO 430 ESTABILIZADO COM
NIÓBIO COM BASE NA TÉCNICA DE MICROSCOPIA POR ORIENTAÇÃO DE
IMAGENS**

Autora: Enga. Química Paula Oliveira Malta

Orientador: Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos

Abril - 2016

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Paula Oliveira Malta

**CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO ESTÁTICA E EVOLUÇÃO DA TEXTURA
CRISTALOGRÁFICA DO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO 430 ESTABILIZADO COM
NIÓBIO COM BASE NA TÉCNICA DE MICROSCOPIA POR ORIENTAÇÃO DE
IMAGENS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais.

Área de Concentração: Metalurgia Física

Orientador: Prof. Dr. Dagoberto Brandão Santos

Belo Horizonte - Minas Gerais
Escola de Engenharia da UFMG

Abril - 2016

AGRADECIMENTOS

A elaboração desta dissertação de mestrado não teria sido possível sem o apoio, estímulo e empenho de diversas pessoas. Gostaria, por este fato, de manifestar os meus sinceros agradecimentos a todos aqueles que, direta ou indiretamente, contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

Ao Professor Doutor Dagoberto Brandão Santos, agradeço pela orientação, apoio e disponibilidade. Pela generosidade na transmissão de experiências e saberes e, sobretudo, pela colaboração e incentivo nos momentos de dúvida.

À equipe do Laboratório de Metalografia: Davi, Aline, Iane, Carol, Camila e Karina, agradeço o modo como se disponibilizaram no auxílio das tarefas. À Patrícia pela colaboração técnica nos experimentos. A todos os colegas e professores do PPGEM pelo convívio e aprendizado.

Ao Departamento de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, de Materiais e Minas da UFMG, pelas excelentes condições de trabalho e estrutura disponibilizadas.

A CAPES-PROEX, Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior, pela concessão da bolsa de mestrado. À FAPEMIG, Fundação de Amparo à Pesquisa de Minas Gerais e, CNPq, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico pelo suporte financeiro.

Aos meus pais, meus maiores exemplos, pelo apoio e amor incondicionais. Aos meus irmãos, Dudu, Bruno e Lulu, pela presença e companheirismo irrestritos. Ao Matheus, pelo carinho, admiração e, por todo o incentivo durante a realização deste trabalho. Aos meus sobrinhos, Henrique e Felipe, por encherem minha vida de alegria. Ao meu cunhado, Bruno e cunhadas, Carol e Dalila, pela amizade e torcida.

Finalmente, agradeço a Deus pelo amparo e força nos momentos mais críticos.

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	ii
LISTA DE FIGURAS	vii
LISTA DE TABELAS	xii
LISTA DE EQUAÇÕES	xiv
LISTA DE NOTAÇÕES	xv
RESUMO	xviii
ABSTRACT	xix
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	3
2.1 Objetivo Geral	3
2.2 Objetivos Específicos	3
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1 Aços Inoxidáveis	4
3.2 Aços Inoxidáveis Ferríticos	6
3.3 Deformação Plástica	7
3.4 Tratamento Térmico	9
3.4.1 Recuperação	9
3.4.2 Recristalização e Crescimento de Grão	10
3.4.3 Cinética de Recristalização	12
Modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Komogorov	13
Método do Caminho Microestrutural	16
3.5 Análise da Textura Cristalográfica	18
3.5.1 Microscopia Eletrônica de Varredura / EBSD	18
3.6 Software OIM TM de Análise de Imagem EBSD	21
3.6.1 Qualidade de Imagem (IQ)	23
3.6.2 Tamanho de Grão (GS)	24

3.6.3 Desorientação Média de Núcleo (KAM).....	25
3.6.4 Espalhamento de Orientação dos Grãos (GOS).....	26
3.6.5 Figura de Polo Inversa (IPF).....	28
3.6.6 Função de Distribuição de Orientações (ODF)	30
3.6.7 Contornos de Grãos CSL	31
3.7 Textura de Metais CCC.....	32
3.7.1 Textura de Deformação de Metais CCC	33
Textura de Aços Inoxidáveis Ferríticos Laminados a Quente	35
Textura de Aços Inoxidáveis Ferríticos Laminados a Frio	36
3.7.2 Textura de Recristalização de Metais CCC	37
Textura de Recristalização de Aços Inoxidáveis Ferríticos	38
4. METODOLOGIA	40
4.1 Tratamento Mecânico	41
4.2 Tratamento Térmico Final	44
4.3 Análise Microestrutural.....	45
Microscopias Ópticas e Eletrônicas de Varredura.....	45
Microscopia Eletrônica de Transmissão.....	45
4.4 Cinética de Recristalização	46
4.4.1 Microdureza Vickers	46
4.4.2 Metalografia Quantitativa.....	46
4.4.3 Análise via Difração de Elétrons Retroespalhados	47
Qualidade de Imagem	48
Tamanho de Grão Recristalizado	48
Desorientação Média de Núcleo	49
Espalhamento de Orientação dos Grãos	49
4.5 Textura Cristalográfica	49
4.6 Natureza dos Contornos de Grão.....	49
5. RESULTADOS.....	51

5.1	Avaliação da Microestrutura via Microscopia Óptica	51
5.1.1	Amostras em condição de fornecimento.....	51
5.1.2	Amostras laminadas a frio	52
5.1.3	Amostras recozidas	52
5.2	Avaliação da Microestrutura via Microscopia Eletrônica de Varredura	54
5.2.1	Amostras em condição de fornecimento.....	54
5.2.2	Amostras laminadas a frio	55
5.2.3	Amostras recozidas	56
5.3	Avaliação da Microestrutura via Microscopia Eletrônica de Transmissão	58
5.4	Cinética de Amaciamento	59
5.5	Cinética de Recristalização	61
5.5.1	Fração Volumétrica Recristalizada	61
	Microdureza Vickers	61
	Metalografia Quantitativa	64
	Análise de Imagem Via EBSD	66
5.5.2	Tamanho Médio do Grão Recristalizado.....	73
5.5.3	Modelo JMAK e MPM.....	75
	Energia de Ativação para a Recristalização.....	79
	Nucleação e Crescimento de Grão	79
5.6	Avaliação da Textura Cristalográfica via EBSD	85
5.6.1	Amostras em condição de fornecimento.....	85
5.6.2	Amostras laminadas a frio	87
5.6.3	Amostras recozidas	88
5.7	Natureza dos Contornos de Grão.....	96
6.	DISCUSSÃO	98
6.1	Avaliação da Microestrutura via MO e MEV	98
6.1.1	Amostras em condição de fornecimento.....	98
6.1.2	Amostras laminadas a frio	99

6.1.3 Amostras recozidas	99
6.2 Avaliação da Microestrutura via MET	100
6.3 Cinética de Amaciamento	101
6.4 Cinética de Recristalização	102
6.4.1 Fração Volumétrica Recristalizada e Tamanho de Grão Recristalizado.....	102
6.4.2 Modelo JMAK e MPM.....	105
Energia de Ativação para a Recristalização.....	106
Nucleação e Crescimento de Grão	107
6.5 Avaliação da Textura Cristalográfica via EBSD	109
6.5.1 Amostras em condição de fornecimento.....	109
6.5.2 Amostras laminadas a frio	109
6.5.3 Amostras recozidas	110
6.6 Natureza dos Contornos de Grão.....	114
7. CONCLUSÕES	117
REFERÊNCIAS.....	120

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Efeito do teor de cromo na resistência: (a) à corrosão de aços-cromo expostos por 10 anos a uma atmosfera industrial; (b) à oxidação de aços-cromo expostos por 48 h ao ar a 1000°C [1].....	4
Figura 3.2 - Sistema Fe-Cr com destaque para a faixa de composição dos aços inoxidáveis ferríticos [1].....	6
Figura 3.3 - Desenho esquemático representando a microestrutura do estado deformado após: a) pequenas ou médias deformações; b) altas deformações [20].	8
Figura 3.4 - Fração volumétrica recristalizada (X_V) em função do tempo para LiNbO_3 recozido em diferentes temperaturas. Adaptado de CHOI, 2013 [23].....	15
Figura 3.5 - Gráfico de JMAK para recristalização isotérmica de LiNbO_3 em várias temperaturas. Adaptado de CHOI, 2013 [23].....	15
Figura 3.6 - Principais componentes de um sistema EBSD. Adaptado de ENGLER, 2000 [34].....	19
Figura 3.7 – Indexação do mapa EBSD através das bandas de Kikuchi: (a) padrão de do silício (20kV); (b) pontos da transformada de Hough identificados por cores; (c) linhas correspondentes aos pontos encontrados na transformada de Hough coloridas de forma semelhante; (d) padrão de difração indexado (cruz azul indica a posição central do padrão). Adaptado de OXFORD, 2015 [38].	20
Figura 3.8 - Mapa IQ de um aço bifásico resfriado a partir de 690°C [44].....	23
Figura 3.9 - Seleção de pixels para o cálculo de KAM [48].....	25
Figura 3.10 - (a) Mapa de distribuição do parâmetro KAM de um aço bifásico; (b) Ampliação da área definida no mapa; (c) Gráfico de distribuição do parâmetro KAM [44].....	26
Figura 3.11 - Mapa do parâmetro GOS de um aço bifásico em referência ao gráfico de distribuição [44].....	27
Figura 3.12 - Representação do triângulo estereográfico para um sistema cúbico: (a) escala de cinza; (b) cores RGB; (c) isolinhas. Adaptado de MITTEMEIJER, 2010 e LINS, 2006 [58, 59]	28

Figura 3.13 - Padrão de projeções estereográficas dos polos para um cristal cúbico com destaque para o triângulo estereográfico [58].	29
Figura 3.14 - Mapa IPF para um aço IF estabilizado ao titânio e laminado a frio [59, 60].	30
Figura 3.15 - Representação esquemática de IPF para uma microestrutura composta por grãos (1 a 7) com orientações similares coloridos de forma análoga. Adaptado de ENGLER, 2000 [34].	31
Figura 3.16 - Formação de um contorno de sítios coincidentes (CSL): (a) representação de dois reticulados vizinhos com desorientação dada por $\theta/[uvw]$, onde θ e $[uvw]$ são o ângulo e eixo de desorientação, respectivamente; (b) representação 2D da interpenetração dos reticulados, mostrando como uma desorientação de $36.9^\circ/\langle 100 \rangle$ leva a criação de CSL $\Sigma 5$ [34, 66].	32
Figura 3.17 - Mapa ODF com seção em $\varphi_2=45^\circ$ para um aço IF laminado a frio (a) dados experimentais (b) localização das principais componentes de textura. Adaptado de HUMPHREYS, 2004 [14].	34
Figura 3.18 - Desenho esquemático do espaço de Euler reduzido com as principais fibras e orientações presentes nos metais. Adaptado de HÖLSCHER, 1991 [70].	35
Figura 3.19 - ODF em $\varphi_2=45^\circ$ do aço inoxidável ferrítico laminado a 40% em espessura [4].	36
Figura 3.20 - ODF em $\varphi_2=45^\circ$ de um aço IF convencional: (a) estágio inicial de recristalização ($X_V=0,11$); (b) estágio final de recristalização ($X_V=1$). Adaptado de HALDAR, 2008 [77].	38
Figura 3.21 - ODF em $\varphi_2=45^\circ$ do aço inoxidável ferrítico 80% laminado a frio contendo Nb após recozimento a 800°C por 900 s: (a) camada superficial; (b) camada central [5].	38
Figura 4.1 - Chapas obtidas após a laminação a frio das amostras: (a) laminadas a quente e não recozidas (430-NR); (b) laminadas a quente e recozidas (430-R).	43
Figura 4.2 - (a) Corte da amostra laminada em tiras de 10 mm de largura; (b) Corte das tiras em 10 mm de comprimento.	43
Figura 4.3 – Fluxograma do tratamento térmico das amostras 430-NR e 430-R	44

Figura 5.1 - Micrografias ópticas das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) em condição de fornecimento.	51
Figura 5.2 - Micrografias ópticas das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) laminadas a frio.....	52
Figura 5.3 - Micrografias ópticas das amostras 430-NR submetidas a diferentes tratamentos térmicos.....	53
Figura 5.4 - Micrografias ópticas das amostras 430-R submetidas a diferentes tratamentos térmicos.....	54
Figura 5.5 - Micrografias eletrônicas de varreduras das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) em condição de fornecimento.	55
Figura 5.6 - Micrografias eletrônicas de varreduras das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) laminadas a frio.....	56
Figura 5.7 - Micrografias eletrônicas de varredura das amostras 430-NR (a,c,e) e 430-R (b,d,f) recozidas por 900 s a 650°C (a,b), 700°C (c,d) e 750°C (e,f).	57
Figura 5.8 - Micrografias eletrônicas de transmissão das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) recozidas a 700°C por 900 s.....	58
Figura 5.9 - Micrografia eletrônica de transmissão (a) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) (b) da amostra 430-R recozida a 700°C por 900 s.	58
Figura 5.10 - Curvas de microdureza das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C.....	60
Figura 5.11 - Curvas de microdureza das amostras 430-R em função do tempo de recozimento para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C.....	60
Figura 5.12 - Curva de microdureza das amostras 430-NR e 430-R em função da temperatura de recozimento para um tempo de 900 s.	61
Figura 5.13 - Fração amaciada das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C.....	63
Figura 5.14 - Fração amaciada das amostras 430-R em função do tempo de recozimento para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C.....	63
Figura 5.15 - Fração recristalizada das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento via metalografia quantitativa.....	65

Figura 5.16 - Fração recristalizada das amostras 430-R em função do tempo de recozimento via metalografia quantitativa.....	65
Figura 5.17 - Fração recristalizada das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento obtida através dos parâmetros GOS (a) e KAM (b).....	67
Figura 5.18 - Fração recristalizada das amostras 430-R em função do tempo de recozimento obtida através dos parâmetros GOS (a) e KAM (b).....	68
Figura 5.19 - Mapas GOS das amostras 430-NR.....	69
Figura 5.20 - Mapas GOS das amostras 430-R.....	70
Figura 5.21 - Mapas KAM das amostras 430-NR.....	71
Figura 5.22 - Mapas KAM das amostras 430-R.....	72
Figura 5.23 - Tamanho médio do grão recristalizado das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento.....	74
Figura 5.24 - Tamanho médio do grão recristalizado das amostras 430-R em função do tempo de recozimento.....	74
Figura 5.25 - Gráfico JMAK das amostras 430-NR.....	75
Figura 5.26 - Gráfico JMAK das amostras 430-R.....	76
Figura 5.27 - Área interfacial estendida em função do tempo para as amostras 430-NR.....	77
Figura 5.28 - Área interfacial estendida em função do tempo para as amostras 430-R.....	78
Figura 5.29 - Taxa de nucleação das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento.....	80
Figura 5.30 - Taxa de nucleação das amostras 430-R em função do tempo de recozimento.....	80
Figura 5.31 - Taxa de crescimento das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento.....	81
Figura 5.32 - Taxa de crescimento das amostras 430-R em função do tempo de recozimento.....	81
Figura 5.33 - Taxa de nucleação das amostras 430-NR em relação à taxa de nucleação real.....	82

Figura 5.34 - Taxa de nucleação das amostras 430-R em relação à taxa de nucleação real.....	83
Figura 5.35 - IQ das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) em condição de fornecimento.	85
Figura 5.36 - IPF das amostras 430-NR e 430-R em condição de fornecimento.	86
Figura 5.37 - ODF das amostras 430-NR e 430-R em condição de fornecimento.	86
Figura 5.38 - IQ das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) laminadas a frio.....	87
Figura 5.39 - IPF das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) laminadas a frio.....	87
Figura 5.40 - ODF das amostras 430-NR e 430-R laminadas a frio.....	88
Figura 5.41 - IQ das amostras 430-NR (a,b,c) e 430-R (d,e,f) recozidas por 900 s a 650°C (a,d), 700°C (b,e) e 750°C (c,f).....	89
Figura 5.42 - IPF das amostras 430-NR.....	90
Figura 5.43 - IPF das amostras 430-R.....	91
Figura 5.44 - ODF das amostras 430-NR.....	92
Figura 5.45 - ODF das amostras 430-R.....	93
Figura 5.46 - Gráficos referentes à distribuição da fibra α das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) para um tempo de 900 s.....	94
Figura 5.47 - Gráficos referentes à distribuição da fibra γ das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) para um tempo de 900 s.....	95
Figura 5.48 - GBCD e fração numérica dos contornos CSL das amostras 430-NR para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C para 900 s de encharque.....	96
Figura 5.49 - GBCD e fração numérica dos contornos CSL das amostras 430-R para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C para 900 s de encharque.....	97

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Classificação e tipo de mapas e gráficos do software OIM™	22
Tabela 3.2 - Principais componentes de textura de deformação presentes nos metais CCC	33
Tabela 4.1 - Composição química do aço ferrítico estabilizado com Nb (% em peso)	40
Tabela 4.2 - Classificação das amostras	40
Tabela 4.3 - Sequência de passes da laminação a frio para a série de amostras laminadas a quente e não recozidas (430-NR)	41
Tabela 4.4 - Sequência de passes da laminação a frio para a série de amostras laminadas a quente e recozidas (430-R)	42
Tabela 4.5 - Tempos selecionados para análise de imagens das amostras 430-NR e 430-R	48
Tabela 5.1 - Microdureza das amostras 430-NR	59
Tabela 5.2 - Microdureza das amostras 430-R	59
Tabela 5.3 - Fração amaciada das amostras 430-NR	62
Tabela 5.4 - Fração amaciada das amostras 430-R	62
Tabela 5.5 - Fração recristalizada das amostras 430-NR via Metalografia Quantitativa	64
Tabela 5.6 - Fração recristalizada das amostras 430-R via Metalografia Quantitativa	64
Tabela 5.7 - Fração recristalizada das amostras 430-NR via EBSD	66
Tabela 5.8 - Fração recristalizada das amostras 430-R via EBSD	66
Tabela 5.9 - Tamanho de grão recristalizado médio das amostras 430-NR	73
Tabela 5.10 - Tamanho de grão recristalizado médio das amostras 430-R	73
Tabela 5.11 - Expoente de Avrami, n, e parâmetro k das amostras 430-NR	76
Tabela 5.12 - Expoente de Avrami, n, e parâmetro k das amostras 430-R	77

Tabela 5.13 - Parâmetros m e C das amostras 430-NR	78
Tabela 5.14 - Parâmetros m e C das amostras 430-R.....	79
Tabela 5.15 - Energia de ativação para a recristalização (kJmol^{-1}).....	79
Tabela 5.16 - Parâmetros δ e r das amostras 430-NR	84
Tabela 5.17 - Parâmetros δ e r das amostras 430-R.....	84

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 3.1	12
Equação 3.2	13
Equação 3.3	13
Equação 3.4	13
Equação 3.5	14
Equação 3.6	16
Equação 3.7	16
Equação 3.8	16
Equação 3.9	16
Equação 3.10	16
Equação 3.11	16
Equação 3.12	16
Equação 3.13	17
Equação 3.14	17
Equação 3.15	17

LISTA DE NOTAÇÕES

α : Fase Ferrítica

δ : Parâmetro do Modelo da Cinética de Recristalização

ε : Grau de Deformação

γ : Fase Austenítica

Γ : Fator Gama

Φ , ϕ_1 e ϕ_2 : Ângulos da Notação de Bunge

σ : Fase sigma

ψ : Ângulo de Desorientação dos Grãos

AISI: American Iron and Steel Institute

A_v : Fração Volumétrica Amaciada

B, C, m, P e r: Parâmetros do Modelo da Cinética de Recristalização

CCC: Estrutura Cúbica de Corpo Centrado

CFC: Estrutura Cúbica de Face Centrada

CI: Índice de Confiança (*Confidence Index*)

CO: Orientação do Cristal (*Crystal Orientation*)

CSL: Rede de Sítios Coincidentes (*Coincidence Site Lattice*)

D: Diâmetro Médio dos Grãos Recristalizados

DDW: Paredes Densas de Deslocações (*Dense Dislocation Wall*)

dg: Intervalo no Espaço de Orientação

DL: Direção de Laminação

DN: Direção Normal

DT: Direção Transversal

EBSD: Difração de Elétrons Retro Espalhados (*Electron Backscatter Diffraction*)

EDS: Espectroscopia de Energia Dispersiva (*Energy Dispersive Spectroscopy*)

EFE: Energia de Falha de Empilhamento

$f(g)$: Notação Matemática para ODF

g : Notação Matemática para Orientação Cristalográfica

\dot{G} : Taxa de Crescimento de Grão

G_0 : Constante Pré-exponencial de Crescimento de Grão

GAM: Desorientação Média de Grão (*Grain Average Misorientation*)

GOS: Espalhamento Médio de Orientação (*Grain Orientation Spread*)

GS: Tamanho de Grão (*Grain Size*)

HAGB: Contorno de Grão de Alto Ângulo (*High Angle Grain Boundary*)

$\{hkl\}$: Índices de Miller para planos cristalográficos

H_e : Dureza do Material Encruado

H_r : Dureza do Material Recristalizado

H_x : Dureza da Amostra em Questão

IF: Aço Livre de Intersticiais (*Interstitial Free*)

IPF: Figura de Polo Inversa (*Inverse Pole Figure*)

IQ: Qualidade de Imagem (*Image Quality*)

JMAK: Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov

K_s : Fator de Forma

KAM: Desorientação Média de Núcleo (*Kernel Average Misorientation*)

LAGB: Contorno de Grão de Baixo Ângulo (*Low Angle Grain Boundary*)

MEV: Microscópio Eletrônico de Varredura

MET: Microscópio Eletrônico de Transmissão

MPM: Método do Caminho Microestrutural (*Microstructural Path Method*)

MO: Microscópio Óptico

n : Expoente de Avrami

\dot{N} : Taxa de Nucleação

\dot{N}_{real} : Taxa de Nucleação Real

N_0 : Constante Pré-exponencial de Nucleação

ODF: Função de Distribuição de Orientação (*Orientation Distribution Function*)

OIM: Microscopia por Orientação de Imagem (*Orientation Imaging Microscopy*)

ON: Nucleação Orientada (*Oriented Nucleation*)

PF: Figura de Polo (*Pole Figure*)

PSN: Nucleação Estimulado por Partículas (*Particles Stimulated Nucleation*)

Q_G : Energia de Ativação para Crescimento de Grão

Q_N : Energia de Ativação para Nucleação

R: Constante Universal dos Gases

S_v : Área Interfacial entre a Região Recristalizada e não Recristalizada

S_{vex} : Área Interfacial Estendida entre a Região Recristalizada e não Recristalizada

SG: Crescimento Seletivo (*Selected Growth*)

SST: Triângulo Estereográfico Padrão (*Standard Stereographic Triangle*)

T: Temperatura Absoluta

t: Tempo

UFMG: Universidade Federal de Minas Gerais

$\langle uvw \rangle$: Índices de Miller para Direções Cristalográficas

X_v : Fração Recristalizada

X_{vex} : Fração Recristalizada Estendida

RESUMO

Os aços inoxidáveis ferríticos representam materiais com grande potencial de aplicação em diversos setores industriais. A adição de elementos estabilizadores atribui às ligas de aço melhor soldabilidade e formabilidade. As propriedades destes materiais podem também ser modificadas através de processos mecânicos e térmicos. Neste sentido, pretende-se avaliar a microestrutura do aço inoxidável ferrítico AISI 430 estabilizado com nióbio e, a partir da laminação a frio e recozimento isotérmico, analisar a cinética de recristalização e a evolução da textura cristalográfica do material. A caracterização microestrutural das amostras foi realizada por meio de micrografias ópticas, eletrônicas de varredura e de transmissão. O estudo da cinética de recristalização do aço em questão foi efetuado por meio da medição da microdureza Vickers e das técnicas de metalografia quantitativa e análise dos parâmetros KAM e GOS via EBSD. Ao final deste estudo, realizou-se uma comparação das frações volumétricas recristalizadas e dos parâmetros dos modelos JMAK e MPM obtidos por cada um dos métodos. A avaliação dos dados de microdureza evidenciou que o processo de amaciamento do aço avançou conforme o tempo e a temperatura de recozimento. A cinética de recristalização de ambas as séries de amostras apresentou-se de forma semelhante no que se refere à quantificação da fração amaciada, bem como da fração recristalizada via metalografia quantitativa e análise EBSD. A temperatura do tratamento térmico exerceu maior influência na cinética de amaciamento e de recristalização em comparação com o tempo de recozimento. Os valores médios relativos à energia de ativação das séries 430-NR e 430-R foram 428,1 kJ.mol⁻¹ e 359,1 kJ.mol⁻¹, respectivamente. A recristalização do aço em estudo baseou-se na combinação das teorias ON e SG, de modo que os grãos recristalizados $\{554\}\langle 225 \rangle$ apresentaram uma vantagem dimensional em relação aos demais grãos recristalizados. A fração de contornos CSL se tornou maior à medida que a temperatura aumentou, indicando que alguns destes contornos especiais estavam relacionados ao desenvolvimento do processo de recristalização. A componente $\{554\}\langle 225 \rangle$, associada ao contorno CSL $\Sigma 19a$, exerceu um controle acentuado no mecanismo de crescimento seletivo mediante o término da recristalização.

Palavras Chave: Aço Inoxidável Ferrítico, EBSD, Modelo JMAK, Textura Cristalográfica, Engenharia de Contorno de Grão.

ABSTRACT

Ferritic stainless steels represent materials with great potential for application in various industrial sectors. The addition of stabilizing elements attribute to steel better weldability and formability. The properties of these materials can also be modified through mechanical and thermal processes. In this context, it is intended to evaluate the microstructure of niobium stabilized ferritic stainless steel AISI 430 and, starting from cold rolling and isothermal annealing analysis the recrystallization kinetics and the evolution of crystallographic texture of the material. Microstructural characterization of the samples was performed using optical, scanning and transmission electron microscopy. The study of this steel recrystallization kinetics was held by the techniques of microhardness measuring and quantitative metallography, as well as through the analysis of KAM and GOS parameters via EBSD. At the end of this study, settled a comparison of the recrystallized fractions and the parameters of JMAK and MPM models obtained for each method. The evaluation of microhardness data proves that the steel softening process advanced according time and annealing temperature. The recrystallization kinetics of both samples series exhibited similar behaviors as regards to quantitation of softening fraction, as well as of recrystallized fraction via quantitative metallography and EBSD analysis. The heat treatment temperature exerted greater influence in softening and recrystallization kinetics in comparison with annealing time. The mean value of activation energy of 430-NR and 430-R series were $428.1 \text{ kJ.mol}^{-1}$ and $359.1 \text{ kJ.mol}^{-1}$, respectively. The steel recrystallization was based in the combination of ON and SG theories, so that the $\{554\}\langle 225 \rangle$ recrystallized grains presented a dimensional advantage compared to others recrystallized grains. The CSL fraction became larger as the temperature increased, indicating that some of this special boundaries were related with the development of recrystallization process. The $\{554\}\langle 225 \rangle$ component, associated with $\Sigma 19a$ CSL boundary, exerted a marked control in the mechanism of selected growth upon the recrystallization end.

Keywords: Ferritic Stainless Steel, EBSD, JMAK Model, Crystallographic Texture, Grain Boundary Engeneering.

1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis ferríticos representam materiais com grande potencial de aplicação em diversos setores industriais, devido às suas boas propriedades mecânicas e de resistência à corrosão. Em contrapartida, estes aços são menos adequados que os austeníticos em aplicações relacionadas a deformações por estiramento, em vista da presença de níquel como elemento de liga na microestrutura austenítica.

Os aços inoxidáveis ferríticos possuem estrutura cristalina cúbica de corpo centrado (CCC) e são basicamente ligas de ferro-cromo. Além disso, estes tipos de aço permanecem ferríticos em qualquer temperatura, não apresentam formas alotrópicas e não podem ser endurecidos por aquecimento ou têmpera.

A adição de elementos de liga ao sistema Fe-Cr pode modificar a microestrutura e conseqüentemente gerar distintas propriedades. Elementos estabilizadores como nióbio e titânio, por exemplo, atribuem às ligas de aço melhor soldabilidade e formabilidade em decorrência da formação dos carbonitretos distribuídos de maneira homogênea na matriz ferrítica.

As propriedades destes materiais policristalinos podem também ser modificadas através de processos mecânicos e térmicos, entre eles laminação a quente e a frio e recozimento.

A laminação a quente é um processo de modificação mecânica da estrutura cristalina do aço, no qual o aquecimento ocorre acima da temperatura de recristalização do material.

No processo de conformação a frio a maior parte da energia despendida é liberada na forma de calor e o restante, entre 2 a 10%, é armazenada no metal na forma de defeitos cristalinos. Fatores como temperatura, distribuição de deslocções, variáveis de deformação e estrutura cristalina afetam diretamente a densidade e orientação dos defeitos gerados.

O recozimento, por sua vez, é composto pelos processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão, no qual durante estas etapas ocorre uma redução da energia armazenada na laminação a frio através do rearranjo e da eliminação das deslocções.

A textura cristalográfica afeta diretamente o comportamento mecânico de materiais policristalinos devido à distribuição de orientação dos cristais. Diante do comportamento anisotrópico de cada célula unitária é de grande importância técnica determinar a cristalografia do material.

O estudo da textura dos aços inoxidáveis ferríticos apresenta relevância considerável na otimização das propriedades de estampagem profunda e na minimização do fenômeno de enrugamento que frequentemente deteriora a superfície de tais ligas.

A evolução da distribuição de orientação dos aços inoxidáveis ferríticos durante os processos de laminação a quente, laminação a frio e recozimento tem sido objeto de vários estudos através da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Tanto as projeções bidimensionais de figuras de polo quanto as funções de distribuição de orientação tridimensional (ODF) tem se mostrado como procedimentos eficazes para tais estudos.

Pretende-se, portanto, avaliar, no presente trabalho, a microestrutura do aço inoxidável ferrítico AISI 430 estabilizado com nióbio e, a partir da laminação a frio e recozimento isotérmico analisar a cinética de recristalização e a evolução da textura cristalográfica do material.

O estudo do comportamento do aço inoxidável ferrítico submetido a processos mecânicos e térmicos será estabelecido a fim de comparar as técnicas convencionais de medição de dureza e metalografia quantitativa ao longo do recozimento com a técnica de análise EBSD.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O objetivo geral do presente trabalho consiste em estabelecer uma análise microestrutural do aço inoxidável ferrítico estabilizado com nióbio, avaliando as condições de recristalização e a evolução da textura cristalográfica a partir de duas condições iniciais: material laminado a quente e recozido e material laminado a quente sem recozimento.

2.2 Objetivos Específicos

São objetivos específicos deste projeto:

- Estabelecer uma relação entre a evolução microestrutural e a textura cristalográfica formada ao longo do tratamento de recozimento em diferentes temperaturas e tempos;
- Avaliar a fração recristalizada de ferrita em função das temperaturas e dos tempos de recozimento;
- Promover uma análise quantitativa do processo de amaciamento do aço inoxidável ferrítico submetido a diferentes tratamentos térmicos;
- Determinar os parâmetros da cinética de recristalização através dos modelos JMAK e MPM;
- Comparar os resultados obtidos para a cinética de recristalização por meio dos métodos convencionais de medição de dureza e metalografia quantitativa com a técnica de análise de imagens via difração de elétrons retroespalhados;
- Analisar a influência da temperatura e do tempo do tratamento térmico final na microestrutura e textura de recristalização do aço AISI 430 estabilizado com nióbio;
- Investigar a evolução da natureza dos contornos de grão ao longo do recozimento final.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aços Inoxidáveis

Os aços inoxidáveis são ligas compostas basicamente por ferro, cromo e carbono, podendo conter ainda outros elementos, de acordo com as propriedades e aplicações finais desejadas. Embora pequenos teores de cromo sejam suficientes para conferir certas propriedades ao material, o aço é considerado inoxidável apenas se possuir acima de 12% em peso de cromo em solução sólida [1].

Devido à formação de uma fina camada superficial de óxido de cromo, estes materiais caracterizam-se por possuir elevada resistência à corrosão e à oxidação mesmo a altas temperaturas. A figura 3.1 representa o efeito do teor de cromo na resistência à corrosão e à oxidação dos aços, tanto à temperatura ambiente em uma atmosfera classificada como industrial, como ao ar a 1000°C [1].

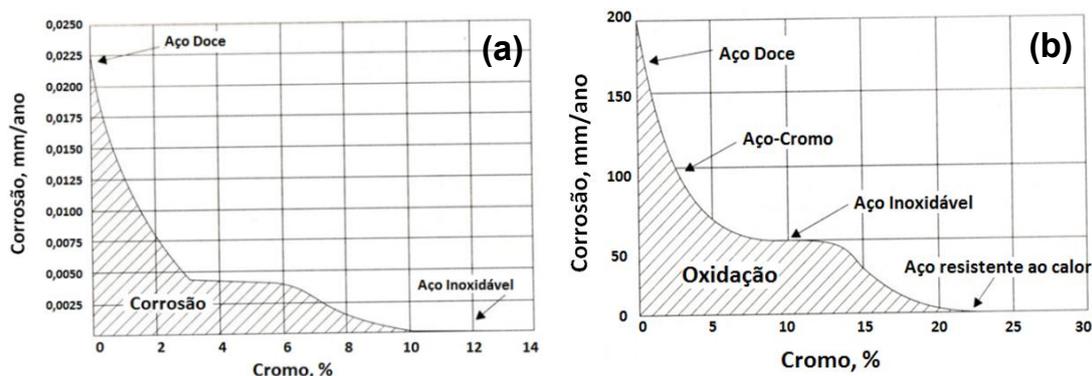


Figura 3.1 - Efeito do teor de cromo na resistência: (a) à corrosão de aços-cromo expostos por 10 anos a uma atmosfera industrial; (b) à oxidação de aços-cromo expostos por 48 h ao ar a 1000°C [1].

A partir dos gráficos observa-se que nos aços-cromo expostos por um longo período a uma atmosfera industrial, a corrosibilidade diminui com o aumento do teor de cromo, sendo praticamente inexistente na faixa de concentração dos aços inoxidáveis (acima de 12% Cr em peso). No caso dos aços submetidos ao ar a temperaturas elevadas durante dois dias, nota-se um decréscimo da tendência à oxidação para maiores quantidades de cromo, porém são necessárias concentrações acima de 20% em peso do elemento para atingir-se um efeito mais significativo [1].

Considerando, portanto, que fatores como a resistência à corrosão e ao calor, bem como as propriedades mecânicas e físicas dos aços estão diretamente associados à sua composição química, estes materiais podem ser classificados essencialmente em quatro grupos: austeníticos, martensíticos, ferríticos e duplex [2].

Os aços inoxidáveis austeníticos, classificados na série AISI 300, são ligas que possuem estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) e representam mais de 60% da produção mundial dos aços inoxidáveis [3]. Tais ligas são compostas quimicamente por ferro, cromo e níquel, podendo conter ainda elementos como manganês, molibdênio e nióbio. O níquel é classificado como um elemento gamagênico, conferindo a estabilidade da fase austenítica à temperatura ambiente. Para as ligas comerciais, o cromo e o níquel apresentam teores médios de 18% e 8% em peso, respectivamente [2].

Em contraste com os aços inoxidáveis austeníticos, os aços ferríticos apresentam um menor custo de produção, devido à ausência do níquel como elemento de liga, sendo estes amplamente utilizados em estampagem profunda por possuírem boa conformabilidade [4, 5]. A composição química destes aços consiste em cerca de 11% a 17% em peso de cromo e teores relativamente baixos de carbono. Classificados na série AISI 400, estes materiais são submetidos, frequentemente, a processos de conformação a frio, o que confere aos mesmos maiores valores de limite de escoamento, baixo expoente de encruamento e menor ductilidade em comparação com os aços inoxidáveis austeníticos [4]. Além disso, estes tipos de aço permanecem ferríticos em qualquer temperatura e não apresentam formas alotrópicas, o que é comprovado através da figura 3.2 que apresenta o sistema Fe-Cr com destaque para a faixa de composição dos aços inoxidáveis ferríticos [6].

Os aços inoxidáveis martensíticos são ligas metálicas ferrosas com concentrações de cromo variando entre 12% e 17% e com teores de carbono superiores a 0,1%, podendo chegar a 1,0% em peso. Ao contrário dos aços inoxidáveis ferríticos, os aços martensíticos são passíveis de endurecimento por têmpera, em virtude de possuírem uma quantidade de cromo definida. Estes aços podem ser empregados em situações nas quais propriedades como resistência mecânica, dureza e resistência ao desgaste são necessárias [1].

Os aços inoxidáveis duplex, por sua vez, apresentam estrutura bifásica ferrítica-austenítica, levando a uma combinação favorável das propriedades de ambos os aços, tais como boa resistência à corrosão, tenacidade e elevada resistência mecânica [7].

Possuem em sua composição de 17% a 30% de cromo e 3% a 13% de níquel em peso e são largamente utilizados nas indústrias química, petroquímica e nuclear [1, 7].

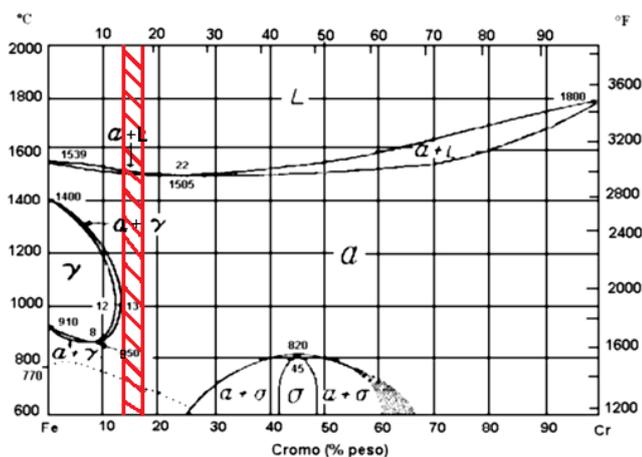


Figura 3.2 - Sistema Fe-Cr com destaque para a faixa de composição dos aços inoxidáveis ferríticos [1].

3.2 Aços Inoxidáveis Ferríticos

No início do século XX, junto aos primeiros estudos científicos, alguns metalurgistas que trabalhavam de forma independente na Inglaterra e Alemanha buscavam obter um aço capaz de resistir aos ataques químicos dos ácidos. No entanto, foi nos EUA que Dansitzen e Becket desenvolveram o primeiro aço inoxidável ferrítico ao investigar ligas com baixo teor de carbono [8].

A microestrutura do aço inoxidável ferrítico consiste de ferrita (α -Fe), fase sigma (σ) e carbonetos. A fase sigma e os carbonetos são responsáveis pelo aumento da dureza e redução da ductilidade e da resistência à corrosão da liga. Sendo assim, para evitar a formação destes componentes, realiza-se o recozimento do aço a temperaturas entre 1050°C e 1100°C durante tempo suficiente para promover a dissolução dos mesmos [6]. Após submetido ao recozimento os aços inoxidáveis ferríticos sofrem, portanto, um amaciamento e adquirem melhor ductilidade e resistência à corrosão.

A fim de aprimorar a resistência ao desgaste da matriz ferrítica amaciada é comum a adição de alguns elementos de liga, como nióbio e titânio. Tais elementos de liga são responsáveis por remover o carbono da solução sólida na forma de carbonetos de nióbio e titânio, favorecendo a formação da ferrita, além de conferirem melhor soldabilidade e estampabilidade à liga [6].

O tipo de aço inoxidável ferrítico mais utilizado comercialmente é o AISI 430, composto quimicamente por no máximo 0,12% de carbono e cerca de 16% de cromo em peso. Este tipo de aço é amplamente utilizado para fins de construção civil, indústria automobilística, estocagem de ácido nítrico, dentre outros [9].

3.3 Deformação Plástica

A deformação plástica consiste em um processo de conformação mecânica que tem como principal efeito o aumento da dureza do material [10]. Durante a laminação a frio dos metais uma parte significativa da energia despendida é liberada na forma de calor e o restante, entre 2 a 10%, é retida na forma de defeitos cristalinos, os quais fornecem o potencial necessário para os processos que ocorrem durante o recozimento [11].

A densidade e distribuição de defeitos cristalinos no metal encruado estão associadas a fatores como pureza do material, temperatura de laminação, taxa e grau da deformação e energia de falha de empilhamento (EFE) [11]. Metais com baixa EFE caracterizam-se por uma distribuição homogênea de deslocações com menor mobilidade, o que dificulta o processo de aniquilação das mesmas através dos mecanismos de escorregamento cruzado (*cross-slip*) e escalagem (*climb*). Por outro lado, materiais com alta EFE apresentam menor densidade de deslocações quando considerado um mesmo grau de deformação, isso porque tais defeitos cristalinos possuem maior mobilidade, facilitando a aniquilação das deslocações de sinais opostos [12].

Metais com estrutura cristalina CCC e alta EFE, como é o caso dos aços inoxidáveis ferríticos, apresentam heterogeneidades de deformação caracterizadas como bandas de deformação e cisalhamento [13]. Estas heterogeneidades possuem grande quantidade de defeitos cristalinos e, em geral, subdividem regiões com grandes diferenças de orientação dentro de um mesmo cristal, influenciando diretamente a formação da textura de deformação [14].

As bandas de deformação se formam quando há a ativação de mais de um conjunto de sistemas de deslizamento em diferentes regiões do grão, promovendo rotações distintas em locais adjacentes ao mesmo. Com a rotação dos grãos são criadas interfaces entre as bandas de deformação, sendo estas regiões de fronteira delimitadas por bandas de transição. Estas bandas, por sua vez, são compostas por

contornos bidimensionais e têm o propósito de acomodar gradualmente a diferença de orientação entre as bandas de deformação [14, 15, 16].

As bandas de cisalhamento originam-se a partir de uma instabilidade plástica que ocorre de forma independente da estrutura cristalina e orientação cristalográfica dos grãos. Tais bandas estão localizadas em regiões na microestrutura que sofreram intensa atividade de deslizamento durante a deformação plástica [17]. O surgimento destas bandas é influenciado pela presença de átomos de soluto e ocorre favoravelmente em metais com grãos grosseiros altamente deformados [11, 14].

Tanto as bandas de deformação quanto as bandas de cisalhamento desempenham um importante papel no início do processo de recristalização, uma vez que tais heterogeneidades, por serem responsáveis por reter grande parte da energia de deformação, servem de locais preferenciais para a nucleação e crescimento dos grãos durante o recozimento [18].

Do ponto de vista microscópico, durante o processo de deformação plástica, a fim de estabelecer uma configuração de menor energia, ocorre a formação de subestruturas, conhecidas como células de deslocações [19].

Para pequenas ou médias deformações ($\epsilon < 1$), os conjuntos de células de deslocações, denominados blocos de células, são divididos por densas paredes de deslocações (DDW) ou microbandas, como mostra a figura 3.3(a). À medida que a deformação aumenta ($\epsilon > 1$), os grãos mudam de formato tornando-se mais alongados na direção de deformação, com considerável aumento da área de seus contornos (Fig. 3.3(b)). Neste caso, as densas paredes de deslocações e as microbandas são substituídas por contornos lamelares com caráter de alto ângulo ($\psi > 15^\circ$) [20].

Esta mudança de forma das células, quando combinada à orientação inicial dos grãos, leva ao desenvolvimento de uma textura de deformação (Seção 3.7.1).

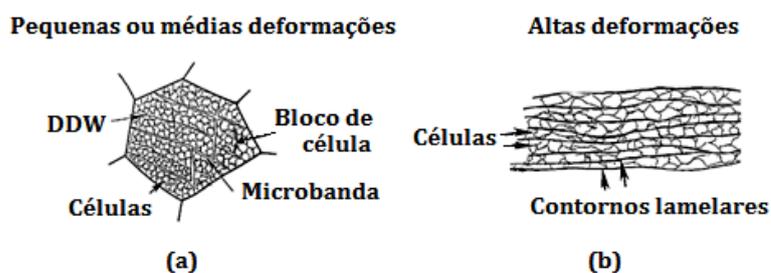


Figura 3.3 - Desenho esquemático representando a microestrutura do estado deformado após: a) pequenas ou médias deformações; b) altas deformações [20].

3.4 Tratamento Térmico

Visto que, o processo de conformação plástica caracteriza-se pela retenção de uma parte da energia de deformação na forma de defeitos cristalinos, é plausível considerar que tais defeitos provoquem alterações no reticulado do metal, levando à formação de campos de tensão nas regiões adjacentes aos mesmos. Para que essas tensões sejam eliminadas ou minimizadas são aplicados tratamentos térmicos de acordo com o tipo da liga, forma e tamanho das peças, processo de fabricação e condições de trabalho [12].

O recozimento é um tipo de tratamento térmico que tem por finalidade promover o amaciamento de uma peça ou normalizar materiais com tensões internas resultantes dos processos de deformação plástica. Deste modo, a microestrutura e a textura do material encruado são alteradas através do processo de recozimento, devido à diminuição da energia de deformação por meio do rearranjo e da eliminação das deslocações [4].

O recozimento dos metais consiste basicamente nos processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão, sendo estes fortemente dependentes de parâmetros como condições de encruamento, tipo do metal, composição química, presença de elementos de liga, além das propriedades finais requeridas [12, 2].

3.4.1 Recuperação

A etapa de recuperação compreende fenômenos que levam à restauração parcial de certas propriedades do material encruado. A força motriz responsável por este processo de restauração consiste na energia retida no metal durante a deformação plástica, energia esta referente à maior densidade de defeitos cristalinos e ao aumento da área de contornos de grão [11].

Os mecanismos de deslizamento cruzado e escalagem de deslocações são os principais responsáveis pela redução da energia armazenada no material, pois promovem a aniquilação de deslocações de sinais opostos e o rearranjo das mesmas, de forma a conferir ao reticulado uma configuração de menor energia [2].

A ocorrência do processo de recuperação em metais está diretamente associada ao tipo do material, à sua pureza, à deformação a que o material foi submetido e às temperaturas aplicadas durante as etapas de laminação e recozimento [14]. A

presença de partículas também causa influência na cinética da recuperação, visto que elas agem como barreiras à migração dos contornos de baixo ângulo [2].

Considerando que os parâmetros associados à etapa de recuperação estabelecem-se em detrimento daqueles que promoverão à recristalização, a extensão com que a primeira etapa do recozimento irá ocorrer relaciona-se diretamente à susceptibilidade do material à ocorrência dos fenômenos do segundo processo. Dessa forma, regiões com pouca deformação estarão preferencialmente associadas aos fenômenos de recuperação ao passo que aquelas com maior grau de deformação estarão sujeitas aos fenômenos de recristalização [12].

3.4.2 Recristalização e Crescimento de Grão

O processo de recristalização consiste no realinhamento dos átomos através da migração de contornos de alto ângulo, de tal forma que um novo arranjo atômico isento de deformação se forma às custas dos cristais anteriormente deformados [2].

A recristalização é composta basicamente pelas etapas de nucleação e crescimento de grão. Embora os dois estágios ocorram consecutivamente no mesmo grão, ambos as etapas podem ocorrer em tempos distintos em outros grãos do material [21].

A nucleação é também conhecida como recristalização primária e caracteriza-se pelo início do processo de renovação da microestrutura, estabelecendo-se como uma etapa decisiva na definição do tamanho e orientação dos grãos recristalizados [2].

A nucleação se inicia através da formação de regiões livres de defeitos cristalinos, devido ao rearranjo das deslocações associadas a contornos de alto ângulo capazes de migrar facilmente ao longo da matriz deformada [12, 21]. Além disso, presume-se que a formação dos núcleos ocorra preferencialmente em regiões onde há alta retenção de energia, conhecidas como sítios preferenciais de nucleação [2].

A orientação dos núcleos desempenha um papel importante na determinação da textura final de recristalização. Os locais preferenciais para a nucleação da recristalização consistem em regiões associadas às heterogeneidades microestruturais, tais como contornos de grão originais e zonas de deformação adjacentes a partículas de precipitados, além das heterogeneidades de deformação [14].

Com o término do processo de nucleação praticamente todas as deslocções introduzidas na conformação mecânica do material foram aniquiladas, entretanto a energia interna do material pode ser ainda reduzida através da diminuição da área total dos contornos de grão [12]. Esta fase consiste no desenvolvimento dos grãos livres de deformação através da migração de contornos de alto ângulo ao longo da microestrutura recristalizada [14, 21].

Sendo assim, nesta etapa do tratamento térmico, a quantidade de contornos apresenta-se como potencial termodinâmico para o aumento do tamanho granular devido à redução do número de grãos por unidade de volume. Esta variação de tamanho ocorre mediante ativação térmica e pode estabelecer-se de duas maneiras: contínua ou descontínua, sendo estas denominadas crescimento de grão e recristalização secundária, respectivamente [12].

O processo contínuo corresponde à variação homogênea do diâmetro dos grãos recristalizados e mantém uma distribuição dimensional ligeiramente linear ao longo de toda a microestrutura. Na prática, o crescimento de grão é mensurado em condições isotérmicas e para diferentes intervalos de tempo, sendo esta medição designada como taxa de crescimento de grão (\dot{G}) [2].

Em contrapartida, o processo descontínuo caracteriza-se pelo crescimento exagerado de alguns grãos na microestrutura e desenvolve-se quando o crescimento normal do grão é inibido [21]. A recristalização secundária se comporta de maneira similar à primária, uma vez que é normalmente induzida pelo aumento da temperatura de recozimento acima daquela em que o crescimento do grão original ocorreu [2]. Entretanto, ao contrário da recristalização primária que se dá a partir da energia armazenada no trabalho a frio, a recristalização secundária ocorre devido à energia superficial entre os contornos de grão e é influenciada por fatores como heterogeneidades do tamanho de grão, dispersão de partículas e presença de orientação preferencial [12, 2].

Por fim, considerando que o tempo necessário para se obter um metal completamente recristalizado depende tanto da taxa de formação de núcleos (\dot{N}) quanto da velocidade com que eles crescem (\dot{G}) é plausível presumir que estes dois parâmetros tenham influência direta nos mecanismos envolvidos na recristalização [2].

3.4.3 Cinética de Recristalização

A cinética de recristalização pode ser descrita como um processo de nucleação segundo a teoria desenvolvida por Johnson e Mehl, Avrami e Komogorov [22, 23].

Simplificadamente, avalia-se o fenômeno da recristalização, geralmente em condições isotérmicas, através da variação da fração recristalizada (X_V) em função do tempo de recozimento.

O parâmetro X_V pode ser obtido por meio de técnicas de medição indireta da microdureza do metal, destacando-se os métodos de Rockwell, Vickers e Brinell. Neste aspecto, de acordo com estudos realizados por diversos pesquisadores, observa-se uma equivalência entre o amaciamento e a recristalização do material durante o recozimento. Deste modo, institui-se uma relação na qual a fração volumétrica recristalizada (X_V) correspondente à fração volumétrica amaciada (A_V) pode ser determinada a partir de valores experimentais da dureza do material encruado e do material recristalizado (Eq. 3.1):

$$X_V = A_V = \frac{H_{m\acute{a}x} - H_t}{H_{m\acute{a}x} - H_{m\acute{i}n}} \quad 3.1$$

onde $H_{m\acute{a}x}$, $H_{m\acute{i}n}$ e H_t são, respectivamente, a dureza máxima correspondente ao material deformado ($t=0$), a dureza mínima correspondente ao material completamente recristalizado e a dureza do material após um dado tempo de recozimento [24, 25, 26, 27].

A fração recristalizada pode, ainda, ser definida através da observação direta da amostra, aplicando-se a técnica de metalografia quantitativa ou avaliando-se a distribuição cristalográfica em mapeamentos EBSD [28, 29].

A técnica de metalografia quantitativa é também conhecida como método de contagem de pontos, sendo este considerado o mais eficiente para a determinação da fração volumétrica recristalizada. Esta contagem se dá com o auxílio de uma malha quadriculada e consiste na apuração de:

- número de pontos incidentes em grãos recristalizados;
- número de pontos incidentes em grãos não recristalizados;
- número de pontos onde é incerto o tipo de grão [28].

A metodologia de avaliação da cinética de recristalização por meio da análise de mapeamentos EBSD será discutida posteriormente nas seções 3.6.3 e 3.6.4 referentes aos parâmetros da desorientação média do núcleo (*Kernel Average Misorientation* - KAM) e do espalhamento de orientação dos grãos (*Grain Orientation Spread* - GOS), respectivamente.

Modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Komogorov

O modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Komogorov (JMAK) estabelece um tratamento teórico precursor no que se diz respeito à modelagem matemática da cinética de recristalização de metais laminados, considerando as etapas de nucleação e crescimento de novos grãos, até a renovação completa da microestrutura [22].

Nesta abordagem, a partir das grandezas fundamentais referentes ao número de núcleos formados por unidade de volume por unidade de tempo (\dot{N}) e à derivada do espaço que a interface percorre na direção normal a ela mesma em relação ao tempo (\dot{G}) obtém-se a seguinte equação (Eq. 3.2) [2].

$$X_V = 1 - e\left(-\frac{\pi}{3}\dot{N}\dot{G}^3 t^4\right) \quad 3.2$$

Tal modelo presume que os novos grãos apresentam forma esférica, crescem igualmente nas três dimensões, são formados a uma taxa de nucleação constante \dot{N} e crescem linearmente para o interior da matriz encruada a uma taxa de crescimento \dot{G} .

A equação 3.2 geralmente apresenta-se em sua forma reduzida denominada equação de JMAK (Eq. 3.3) em que k e n são constantes [24, 25, 26].

$$X_V = 1 - e(-kt^n) \quad 3.3$$

A equação 3.3 é adequada para casos em que a nucleação é aleatória e em que não existe restrição ao crescimento pela interação ou contato com outros grãos [25, 26].

O fator pré-exponencial k é diretamente dependente das taxas de nucleação e de crescimento, bem como da temperatura de recozimento. Tal constante cinética pode ser expressa através da equação 3.4 em relação à energia de ativação e à temperatura do tratamento térmico [27]:

$$k = k_0 e\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) \quad 3.4$$

onde k_0 é uma constante pré-exponencial, Q_R corresponde à energia de ativação para a recristalização e R é a constante universal dos gases ($8,314 \text{ J.mol}^{-1}\text{K}^{-1}$).

O parâmetro n , associado à ordem de reação, é também conhecido como expoente de Avrami e reflete a taxa de nucleação e/ou a morfologia do crescimento. Esta constante, geralmente, assume valores entre 1 e 2 para crescimento unidimensional, 2 e 3 para crescimento bidimensional e 3 e 4 para crescimento tridimensional [27]. Entretanto, foram relatados casos em que o expoente de Avrami assume valores menores que 1 ou maiores que 4. A ocorrência de tais anomalias, de acordo com vários trabalhos publicados, pode ser decorrente de diversos fatores, sendo os principais deles associados à:

- presença de diferentes mecanismos influenciando o processo de recristalização;
- dependência da taxa de nucleação em relação ao tempo de recozimento;
- possibilidade de crescimento simultâneo de grão nas regiões recristalizadas;
- ocorrência de impedimento dos grãos, a qual é especialmente importante na fase final da recristalização nos casos em que a anisotropia dos cristais é suficientemente alta [30].

Dessa forma, o expoente de Avrami será alterado nos casos em que os núcleos pré-existentes e/ou recém-formados estejam distribuídos de forma não homogênea ao longo da matriz [30].

Considerando as suposições do modelo JMAK, Vandermeer e Rath suporam que o crescimento local de um grão recristalizado é independente da nucleação e do crescimento de outros grãos no sistema, definindo, então, que a fração volumétrica expandida (X_{VEX}) da porção recristalizada pode ser escrita em função de X_V (Eq. 3.5) [22, 31].

$$X_{VEX} = \ln\left(\frac{1}{1-X_V}\right) \quad 3.5$$

Choi e colaboradores definiram que a cinética de recristalização pode ser avaliada por meio da comparação das curvas de X_V em função do tempo de recozimento obtidas através do método de JMAK (linhas tracejadas) e via metalografia quantitativa (linhas

sólidas) (Fig. 3.4). A avaliação das curvas confirma o comportamento sigmoide característico de processos que envolvem a nucleação e crescimento de grão [23].

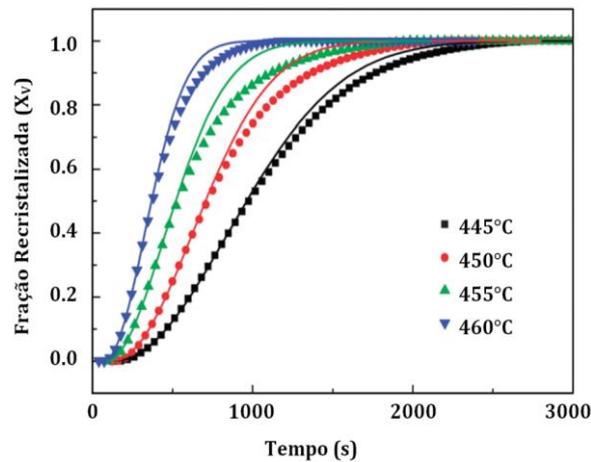


Figura 3.4 - Fração volumétrica recristalizada (X_v) em função do tempo para LiNbO_3 recozido em diferentes temperaturas. Adaptado de CHOI, 2013 [23].

A análise do gráfico evidencia que X_v cresce rapidamente com o tempo, aumentando a taxa de transformação até atingir um valor máximo para 50% de recristalização. À medida que o processo se aproxima do final percebe-se a ocorrência de um impingimento dos novos grãos, levando a uma redução da taxa de recristalização [23].

Uma comparação dos dados experimentais com os calculados pelo modelo JMAK pode ser feita plotando-se $\ln[-\ln(1 - X_v)]$ em função de $\ln(t)$, cuja inclinação é o expoente de Avrami e o intercepto consiste em $\ln(k)$ (Fig. 3.5) [14, 23].

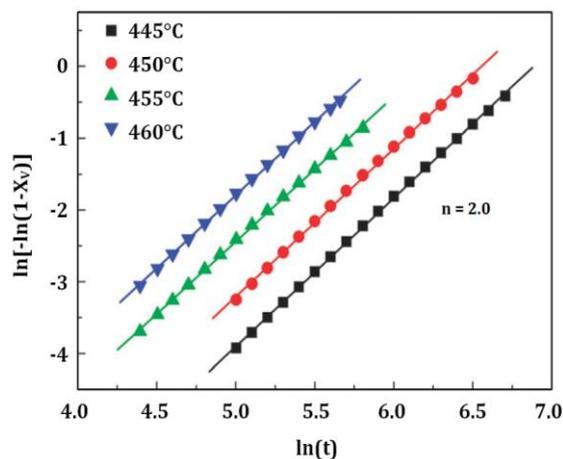


Figura 3.5 - Gráfico de JMAK para recristalização isotérmica de LiNbO_3 em várias temperaturas. Adaptado de CHOI, 2013 [23].

Em trabalho publicado, Doherty e colaboradores [18] mostraram que as simplificações do modelo JMAK não são satisfeitas na maioria dos casos e que geralmente o gráfico logarítmico apresenta desvios da linearidade. Dessa forma, estes pesquisadores concluíram que o processo de recristalização é bastante complexo e que o modelo JMAK é muito simples para modelá-lo.

Mais recentemente, Weiping Ye e co-autores [32] propuseram considerar parâmetros físicos além da fração recristalizada, tais como a mobilidade dos contornos de grão, a densidade de deslocações e o tamanho de grão inicial a fim de se modelar as transformações microestruturais que ocorrem durante a recristalização.

Método do Caminho Microestrutural

Em meados da década de 80, o trabalho de JMAK foi aprimorado por DeHoff [33] para reações que exibiam saturação de sítios através do método do caminho microestrutural (*Microstructural Path Method* - MPM). Este método é representado por uma relação da área interfacial por unidade de volume entre a região recristalizada e não recristalizada (S_V), além da área interfacial expandida (S_{VEX}) (Eq. 3.6 e 3.7):

$$S_V = \frac{2}{D} \quad 3.6$$

$$S_{VEX} = \frac{S_V}{1-X_V} \quad 3.7$$

onde D é o diâmetro médio dos grãos recristalizados.

Rossi e Sellars [28] definiram que os parâmetros X_{VEX} e S_{VEX} , assim como as taxas de nucleação e de crescimento de grão, podem ainda ser determinados para cada tempo de recozimento (Eq. 3.8 a 3.12):

$$X_{VEX} = kt^n \quad 3.8$$

$$S_{VEX} = Ct^m \quad 3.9$$

$$\dot{N}(t) = \frac{4C}{K_S \cdot P^2} \cdot \left[\frac{\Gamma(m+1)}{\Gamma(2n-2m+1) \cdot \Gamma(3m-2n)} \right] \cdot t^{3m-2n-1} \quad 3.10$$

$$\dot{G} = \frac{k}{c} \cdot n \cdot t^{n-m-1} \quad 3.11$$

$$P \cong \frac{2k}{c} \cdot \left(\frac{n}{n-m} \right) \quad 3.12$$

onde K_s é um fator de forma (4π), Γ é o fator Gama e C , P e m são parâmetros do modelo da cinética de recristalização.

Uma vez que o parâmetro $\dot{N}(t)$ foi determinado, é possível calcular a taxa de nucleação real, visto que a equação 3.13 analisa apenas os grãos recristalizados aparentes (Eq. 3.13) [28].

$$\dot{N}(t)_{\text{real}} = \dot{N}(t) \cdot (1 - X_V) \quad 3.13$$

Nas análises que se seguem, Vandermeer e Rath [31] postularam equações referentes ao comportamento característico de cada grão durante o recozimento. A partir do cálculo dos parâmetros necessários determinam-se as variáveis do modelo da cinética de recristalização δ e r a fim de definir as condições através das quais ocorreu a recristalização dos grãos (Eq. 3.14 e 3.15).

$$\delta = 3m - 2n \quad 3.14$$

$$r = n - m \quad 3.15$$

Para os casos em que $r=1$, \dot{G} assumirá em valor constante e se caracterizará apenas pela taxa de migração dos contornos de grão. Deste modo, a variável r não deve apresentar valores inferiores à zero, visto que isto representa ausência de crescimento de grão.

Já a constante δ , por sua vez, limita-se a um valor maior ou igual a zero, no qual situações em que $\delta=1$ corresponde a uma taxa de nucleação constante e casos em que $\delta=0$ caracteriza-se por uma taxa de nucleação com saturação de sítios, isto é, todos os sítios de nucleação são ativados no momento zero [31].

Através do que foi exposto, assume-se que o método do caminho microestrutural é mais abrangente que o modelo JMAK, visto que o primeiro fornece informações acerca das taxas de nucleação e crescimento a partir dos dados experimentais obtidos. Entretanto, ambos os modelos se afastam das condições consideradas para materiais reais, já que nestes casos a recristalização é heterogênea e a distribuição dos núcleos se dá de forma não aleatória, formando-se em maior quantidade nos sítios preferenciais de nucleação [33].

3.5 Análise da Textura Cristalográfica

A orientação ou textura cristalográfica dos grãos é um importante parâmetro que descreve a estrutura de um material cristalino e está intimamente relacionada com as propriedades do mesmo. Em geral, os mecanismos exatos pelos quais determinadas texturas evoluem não são completamente compreendidos, embora alguns métodos sejam suficientemente eficazes para se avaliar as características cristalográficas dos materiais [34].

A determinação da estrutura cristalina geralmente engloba técnicas de difração de raios X, nêutrons ou elétrons. Do ponto de vista macroscópico, o processo de análise da textura baseia-se nos métodos de difração de raios X e nêutrons, nos quais os dados obtidos apresentam-se como um perfil de intensidades difratadas para todo o volume da amostra. Por outro lado, o estudo da evolução microestrutural da textura se dá, geralmente, a partir da técnica de difração de elétrons, gerando um padrão de difração para cada grão avaliado [34].

No presente trabalho será empregado o método EBSD acoplado a um microscópio eletrônico de varredura (MEV), a fim de coletar informações acerca da natureza e dos parâmetros do reticulado, bem como do perfil de orientação dos cristais.

3.5.1 Microscopia Eletrônica de Varredura / EBSD

O Microscópio Eletrônico de Varredura é um poderoso instrumento no que se refere à aquisição de dados da microtextura e caracterização cristalográfica de materiais [35]. Com base na técnica EBSD examinam-se pequenos volumes com o intuito de avaliar a cinética de recristalização e determinar o tamanho e textura de grãos e subgrãos [14].

A técnica EBSD consiste no posicionamento da amostra com uma inclinação aproximada de 70° em relação ao feixe de elétrons, a fim de reduzir o percurso e a absorção dos mesmos. Os dados coletados através da incidência dos elétrons difratados são emitidos até uma tela fosforescente, na qual uma imagem é captada por uma câmera de vídeo de alta sensibilidade, sendo posteriormente indexada na forma de um mapa EBSD característico para cada estrutura cristalina (Fig. 3.6) [36, 37].

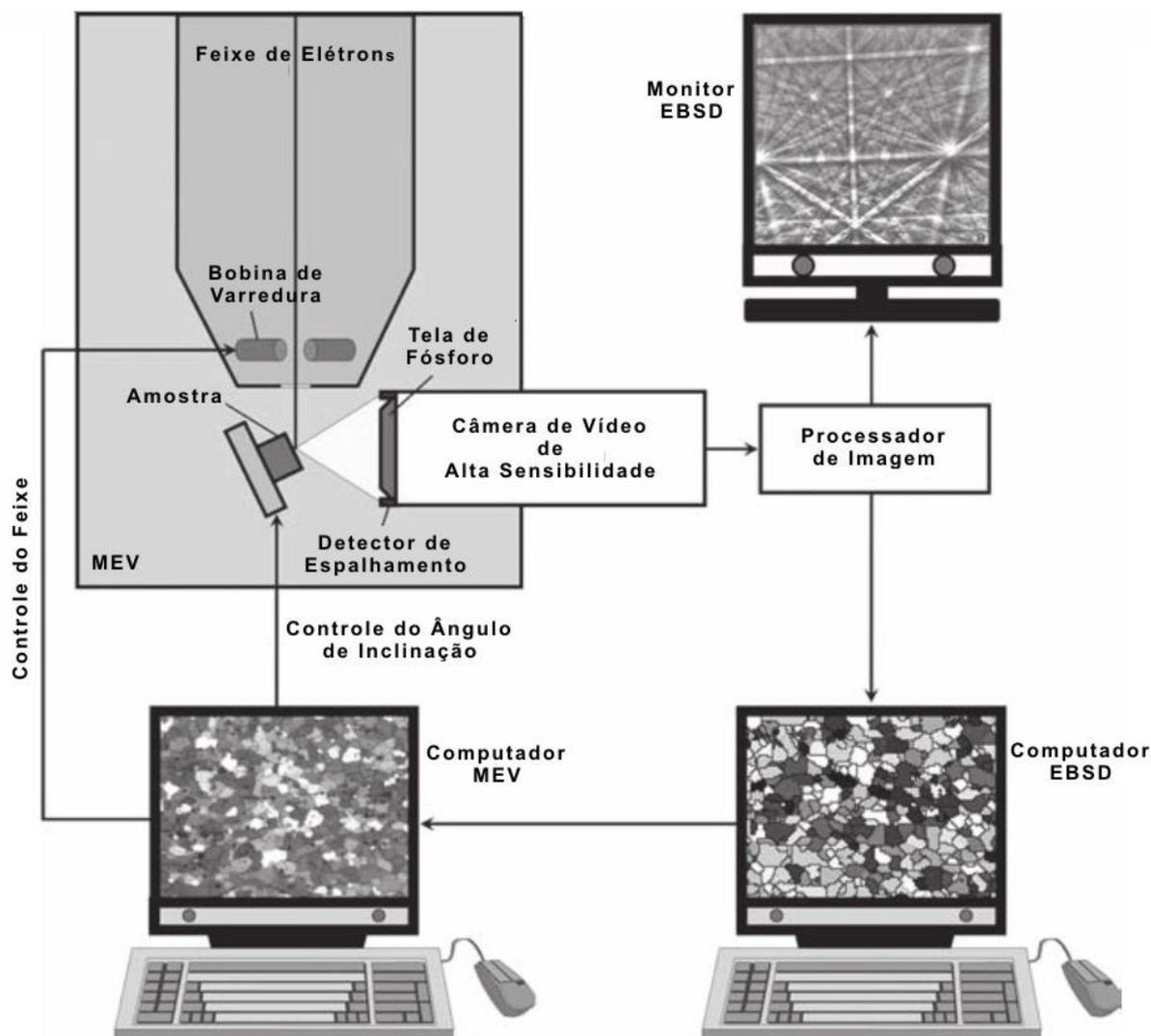


Figura 3.6 - Principais componentes de um sistema EBSD. Adaptado de ENGLER, 2000 [34].

A indexação deste mapa consiste na identificação dos planos cristalinos da amostra conforme o padrão de difração dos elétrons. Cada padrão é constituído por um conjunto de linhas paralelas, conhecidas como linhas ou bandas de Kikuchi (Fig. 3.7(a)). Os pontos obtidos pelas interseções destas linhas são determinados através de um método de parametrização de imagens computacionais, denominado transformada de Hough (Fig. 3.7(b) e (c)). O mapeamento e identificação dos ângulos formados pelas bandas de Kikuchi fornece a distribuição cristalográfica dos índices de Miller, permitindo, portanto, a interpretação dos mapas EBSD gerados (Fig. 3.7(d)) [11, 34, 36].

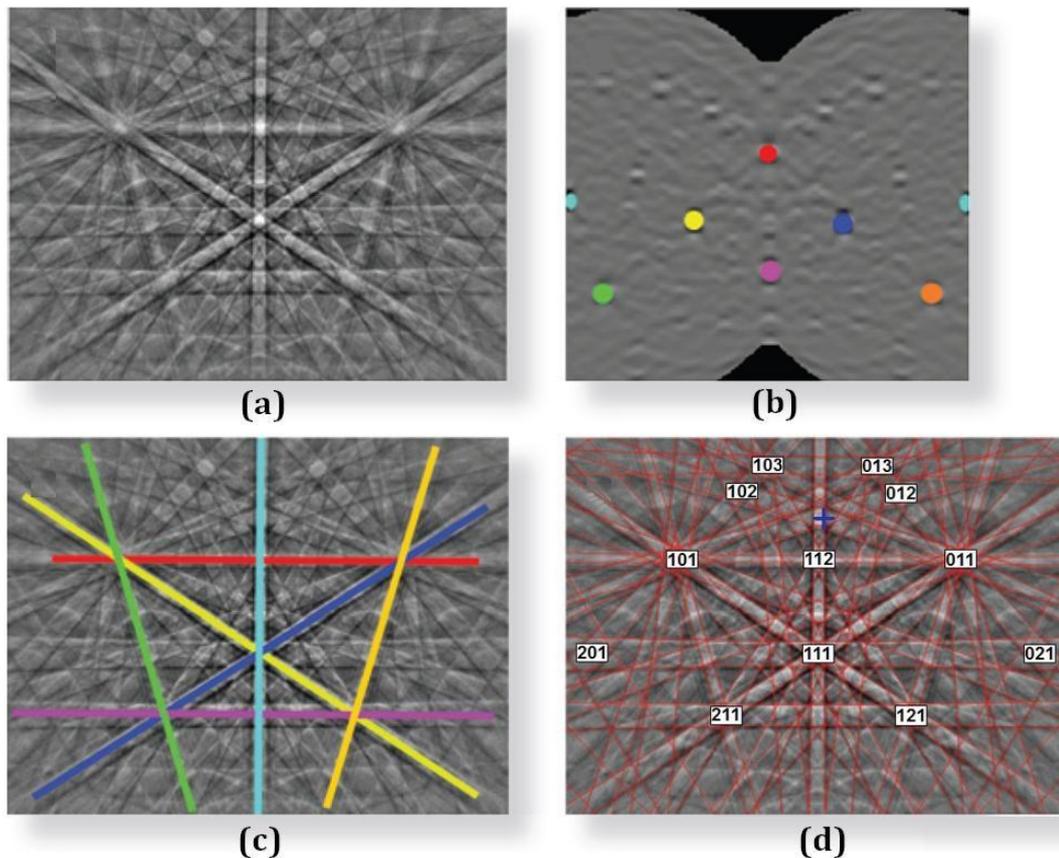


Figura 3.7 – Indexação do mapa EBSD através das bandas de Kikuchi: (a) padrão de do silício (20kV); (b) pontos da transformada de Hough identificados por cores; (c) linhas correspondentes aos pontos encontrados na transformada de Hough coloridas de forma semelhante; (d) padrão de difração indexado (cruz azul indica a posição central do padrão). Adaptado de OXFORD, 2015 [38].

Para que a análise do padrão de difração indexado seja possível é necessário realizar a calibração do mesmo em relação à geometria do sistema EBSD, além de definir corretamente a estrutura cristalina a ser avaliada.

O processo de calibração consiste em identificar com precisão o ponto central do padrão e a distância entre a amostra e a câmera de vídeo. O centro do padrão, identificado na figura 3.7 por uma cruz azul, é definido como o ponto de incidência do feixe de elétrons perpendicular à câmera EBSD [39].

Por fim, com base nas informações adquiridas através da difração de elétrons retroespalhados, diferentes tipos de mapas podem ser gerados a partir de instrumentos computacionais de aquisição e análise de dados.

Neste âmbito, estão disponíveis diversas ferramentas capazes de correlacionar o caráter e a distribuição cristalográfica dos grãos e de suas interfaces, com destaque para o software OIM™ (*Orientation Image Microscopy*) especializado no tratamento de dados EBSD.

3.6 Software OIM™ de Análise de Imagem EBSD

O software OIM™, desenvolvido pela empresa norte-americana EDAX®, é uma ferramenta off-line com recursos praticamente ilimitados no que se refere à análise de informações contidas nas digitalizações obtidas por EBSD.

Este instrumento computacional oferece uma gama de ferramentas analíticas integradas que permitem a correlação cruzada de diversos arquivos de digitalização [40].

De forma geral, os mapas e gráficos obtidos por EBSD podem ser utilizados para uma série de avaliações das características microestruturais do material.

No entanto, uma vez que os fatores associados à forma e à orientação de cada grão são também conhecidos, o software de processamento de dados torna-se capaz de gerar uma grande variedade de informações adicionais, tais como distribuição de fases, variações locais de tensões residuais, além da frequência e padrão de distribuição de contornos de alto e baixo ângulo [41].

A tabela 3.1 apresenta uma classificação estabelecida pelo software OIM™ em relação a alguns tipos de mapas disponíveis e os parâmetros de análise utilizados.

Os tipos de mapas serão nomeados a partir de suas abreviações em inglês, assim como apresentado pela ferramenta, com destaque para aqueles que serão estudados no presente trabalho.

Tabela 3.1 - Classificação e tipo de mapas e gráficos do software OIM™

Classificação	Tipos de Mapas	Parâmetros Analisados
Mapas Escalares independentes da Orientação	<i>CI - Confidence Index</i>	Qualidade de imagem do padrão de Kikuchi
	<i>IQ - Image Quality</i>	Confiabilidade do padrão de Kikuchi indexado
	<i>Fit</i>	Desvio angular médio entre as bandas de Kikuchi
Gráficos baseados no Tamanho de Grão	<i>GS - Grain Size</i>	Tamanho do grão em micrometros
	<i>Grain Shape Major Axis</i>	Contorno dos grãos com maior diâmetro
	<i>Grain Shape Minor Axis</i>	Contorno dos grãos com menor diâmetro
Mapas baseados na Desorientação Cristalográfica	<i>GAM - Grain Average Misorientation</i>	Desorientação média do grão em relação à vizinhança
	<i>GOS - Grain Orientation Spread</i>	Espalhamento de orientação dos grãos
	<i>KAM - Kernel Average Misorientation</i>	Distribuição da desorientação local baseada em uma desorientação média
Mapas baseados na Orientação Cristalográfica	<i>PF - Pole Figure</i>	Distribuição de orientação exibida na forma de polo
	<i>IPF - Inverse Pole Figure</i>	Orientação do grão em relação a uma referência
	<i>ODF - Orientation Distribution Function</i>	Intensidade e distribuição das orientações em φ_1 , φ_2 e Φ
Gráficos baseados no Contorno de Grão	<i>CSL Boundary</i>	Número de sítios coincidentes entre duas redes sobrepostas
Mapas relacionados às Propriedades do Material	<i>Taylor Factor</i>	Resistência à deformação do grão
	<i>Schmid Factor</i>	Tensão resolvida no sistema de deslizamento do grão
	<i>Elastic Stiffness</i>	Rigidez elástica do grão em relação a uma referência

Adaptado de EDAX® / AMETEK® [40, 42]

3.6.1 Qualidade de Imagem (IQ)

O parâmetro de qualidade de imagem consiste numa medida escalar derivada da transformada de Hough e descreve a nitidez do padrão de difração de elétrons retroespalhados [41, 42]. Sendo assim, as bandas Kikuchi mais nítidas apresentam picos de Hough mais elevados em comparação às regiões difusas do padrão EBSD difratado [39].

A qualidade da imagem obtida é afetada diretamente por fatores como o tipo de material, grau de deformação da rede, distribuição de defeitos cristalinos e presença de fases e inclusões [39].

Regiões deformadas por possuírem uma maior densidade de deslocações são caracterizadas nos mapas IQ por uma redução do contraste das bandas de Kikuchi, enquanto que as áreas recristalizadas apresentam-se de forma mais clara e nítida.

Os mapas IQ, geralmente, são representados em uma escala de cinza dentro de um intervalo de 0 byte, para as regiões deformadas e mais escuras, a 255 bytes, para as regiões mais claras e livres de deformação [43] (Fig. 3.8).

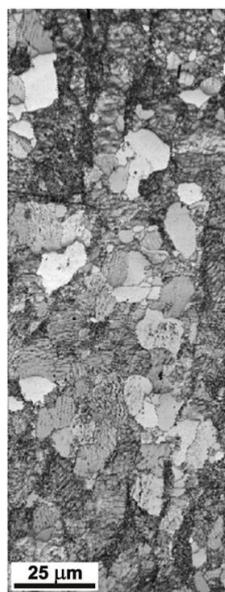


Figura 3.8 - Mapa IQ de um aço bifásico resfriado a partir de 690°C [44].

A partir do mapa IQ apresentado observa-se que, em geral, a imagem possui uma coloração mais escura nas zonas caracterizadas por ângulos de desorientação $\leq 15^\circ$. Entretanto, nota-se a presença de grãos com essa mesma característica, mas que

possuem um parâmetro IQ maior, presumindo-se, portanto, que tais regiões estão relacionadas à formação de subgrãos. Dessa forma, estes grãos se encontram em uma etapa transitória de restauração da estrutura, na qual já houve a formação de núcleos recristalizados, porém a fase de crescimento do grão ainda não foi finalizada [44].

As regiões recristalizadas e não recristalizadas podem ser determinadas também através de outras ferramentas disponibilizadas no OIMTM, tais como KAM, GAM e GOS, sendo estas baseadas nos valores dos ângulos de desorientação [45].

3.6.2 Tamanho de Grão (GS)

Embora o conceito de um grão baseado nas técnicas de metalografia convencionais seja amplamente compreendido, a definição de um grão a partir do método EBSD é um pouco diferente. Os grãos avaliados através da difração de elétrons retroespalhados são classificados de acordo com um critério de diferença de orientação [46, 47].

O software OIMTM define os limites de um grão por meio de um algoritmo que percorre, ponto a ponto, toda a extensão da amostra, de modo a agrupar os conjuntos de pixels adjacentes e orientados de modo semelhante. Dessa forma, para cada pixel analisado, são verificados todos os vizinhos do mesmo a fim de estabelecer os ângulos de desorientação entre eles [46].

Os conjuntos de pixels que possuem gradiente de orientação inferior a um ângulo de tolerância são, portanto, considerados partes do mesmo grão. Este procedimento de varredura é repetido até que um grupo de grãos vinculados seja delimitado por pontos que excedem este ângulo pré-determinado [46].

Assim como o ângulo de tolerância, o tamanho mínimo do grão pode ser especificado pelo usuário, sendo este definido pelo número de pixels necessários para definir se um grupo de pontos está contido em único grão [46, 47].

Com o intuito de obter informações confiáveis, são estabelecidos, por convenção, os valores de 5° e 5 pixels, para o ângulo de tolerância e o tamanho mínimo de grão, respectivamente. Uma vez que os grãos foram definidos determina-se, algoritmicamente, o diâmetro médio dos mesmos, possibilitando, ainda, a análise de uma variedade de informações inter e intragranulares [47].

3.6.3 Desorientação Média de Núcleo (KAM)

O parâmetro KAM é responsável por determinar os valores locais de rotação intragranular da estrutura cristalina, de modo a calcular a média aritmética de desorientação de um dado pixel, localizado no núcleo do grão, em relação aos pixels vizinhos [48, 49, 50].

A figura 3.9 apresenta a metodologia de medição e cálculo do parâmetro KAM. As regiões de fronteira com uma diferença de orientação superior a 5° foram definidas como contornos de grão, sendo os pixels abrangidos por ângulos de desorientação acima deste valor de tolerância eliminados do cálculo da média [48, 51].

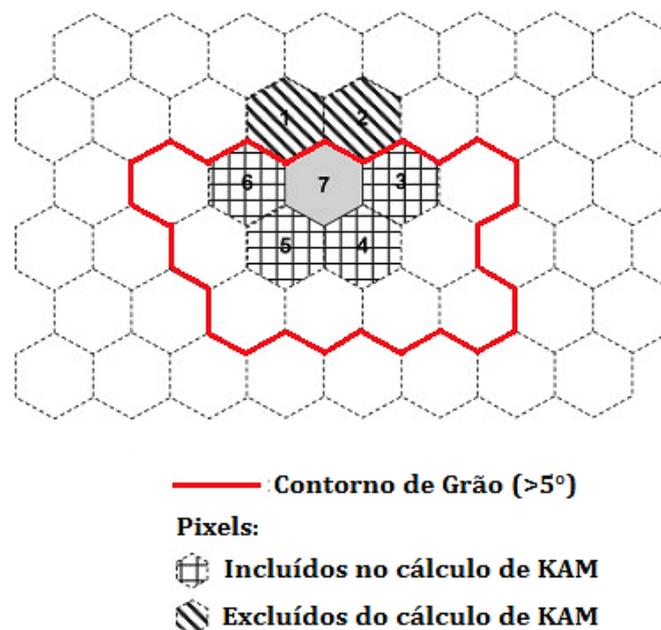


Figura 3.9 - Seleção de pixels para o cálculo de KAM [48].

Com base na suposição de que a desorientação de cada pixel é proporcional à quantidade de defeitos cristalinos contidos no mesmo, pode-se considerar que o parâmetro KAM é, portanto, uma medida da energia armazenada em termos da densidade de deslocamentos e permite caracterizar quantitativamente a distribuição destes defeitos [52].

Paralelamente a esta suposição, o gradiente de orientação local segue de maneira inversa os processos de recristalização e crescimento de grão, de modo que quando o valor de KAM é elevado, a fração recristalizada (X_v) e o tamanho de grão são baixos.

Isso porque à medida que um novo grão livre de deformação se desenvolve, tanto a desorientação média de seus pixels quanto à densidade de deslocamentos são minimizadas [44, 51, 53].

Um exemplo da aplicação deste parâmetro para a determinação da fração recristalizada é apresentado na figura 3.10, na qual adotou-se valores de KAM inferiores a $0,5^\circ$ para grãos completamente recristalizados (coloração azul) [44].

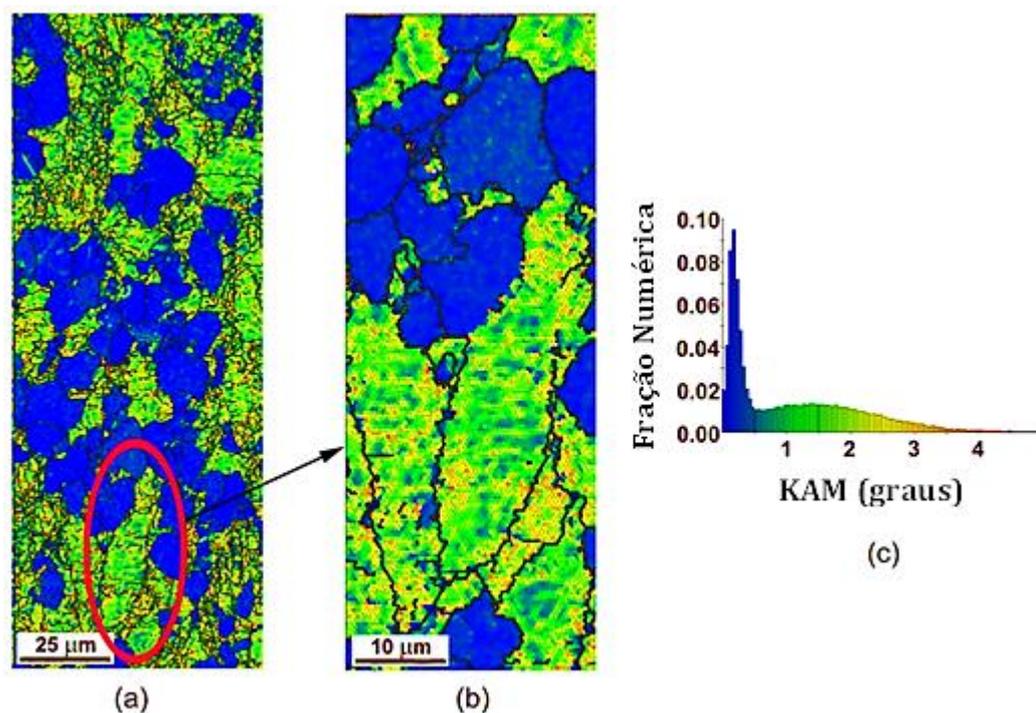


Figura 3.10 - (a) Mapa de distribuição do parâmetro KAM de um aço bifásico; (b) Ampliação da área definida no mapa; (c) Gráfico de distribuição do parâmetro KAM [44].

Com base na análise da imagem ampliada observa-se a existência de áreas azuis no interior dos grãos deformados, onde contornos de baixo ângulo estão presentes. A presença destas áreas está relacionada aos processos de restauração da estrutura e formação de subgrãos, devendo ser, portanto, desconsideradas no cálculo de X_V [44].

3.6.4 Espalhamento de Orientação dos Grãos (GOS)

O parâmetro GOS é uma ferramenta largamente utilizada no estudo da evolução da microestrutura durante o processo de recristalização, uma vez que permite distinguir

regiões deformadas e recristalizadas através da desorientação média de todos os pontos de análise para um determinado grão [54, 55]. O cálculo do espalhamento de orientação dos grãos pode ser feito mediante as seguintes avaliações:

- desorientação média entre cada dois pixels de um grão;
- desorientação média de um determinado pixel em relação a todos os pixels do grão;
- desorientação média de uma orientação do grão em relação a todos os pixels do mesmo [56].

O espalhamento de orientação é mais acentuado em grãos deformados plasticamente, uma vez que regiões com maior densidade de defeitos cristalinos apresentam uma variação de orientação superior às regiões livres de deformação. Visto isso, alguns autores definiram que os grãos recristalizados caracterizam-se, geralmente, por um diferencial angular (GOS) inferior a $1,5^\circ$ [44, 51, 55]. Por outro lado, Alvi e colaboradores consideram que valores de GOS abaixo de 3° são referentes a grãos livres de deformação [24].

Um exemplo de mapa GOS obtido através do software OIMTM é apresentado na figura 3.11 em referência ao gráfico de distribuição correspondente [44].

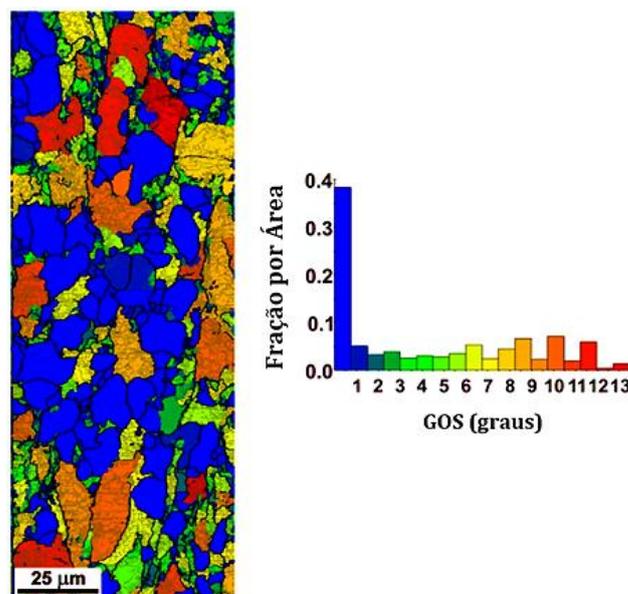


Figura 3.11 - Mapa do parâmetro GOS de um aço bifásico em referência ao gráfico de distribuição [44].

A partir da observação do mapa GOS presume-se que a recristalização da amostra se encontra em um estágio intermediário devido à predominância de regiões recristalizadas ($GOS \leq 1,5^\circ$), além da presença de áreas parcialmente e altamente deformadas ($GOS=4-7^\circ$ e $GOS=8-13^\circ$, respectivamente) [44].

3.6.5 Figura de Polo Inversa (IPF)

As figuras de polo inversas consistem na representação dos índices $\langle uvw \rangle$ em relação a um padrão de referência, de modo a definir a direção de laminação em termos das principais direções do cristal [38].

Os mapas IPF são utilizados, principalmente, para o estudo de materiais que apresentam uma textura tipicamente de fibras, na qual há a presença de um alinhamento preferencial de um eixo cristalográfico. Nos casos em que a textura não exibe uma simetria de fibra duas ou mais IPF devem ser combinadas [42].

A figura de polo inversa descreve, basicamente, a densidade dos polos paralelos a uma dada superfície da amostra em relação a um sistema de referência do cristal. Os dados obtidos a partir desta análise são apresentados graficamente através de um padrão característico para cada estrutura cristalina avaliada [40, 57].

O padrão IPF é caracterizado por um triângulo estereográfico inserido no canto inferior direito da imagem, no qual cada orientação individual dos cristais é representada por um código de cores ou linhas de isofrequência (Fig. 3.12) [58].

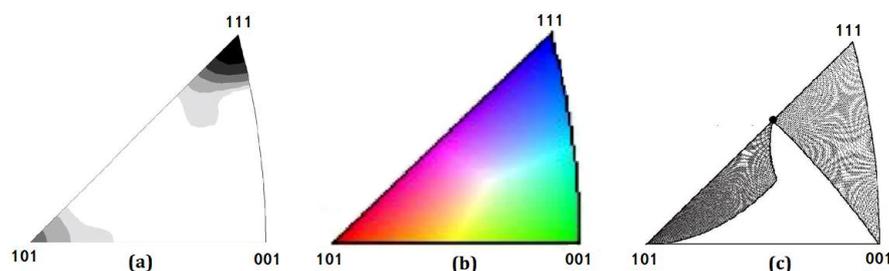


Figura 3.12 - Representação do triângulo estereográfico para um sistema cúbico: (a) escala de cinza; (b) cores RGB; (c) isolinhas. Adaptado de MITTEMEIJER, 2010 e LINS, 2006 [58, 59]

A construção do Triângulo Estereográfico Padrão (SST - *Standard Stereographic Triangle*) consiste em uma etapa da função geométrica de mapeamento estabelecida através da projeção de uma esfera sobre um plano, seguida da seleção de um

segmento desta esfera. Neste processo, conforme o grupo de Laue para materiais cúbicos, vinte e quatro triângulos são definidos de acordo com as interseções formadas pelas linhas de Kikuchi, devendo o segmento escolhido ser capaz de abranger todas as direções cristalográficas presentes na amostra. Em outras palavras, o triângulo padrão é aquele que possibilita a identificação de cada possível orientação do cristal, sendo este delimitado pelos pontos triplos incidentes nas direções $\langle 101 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ e $\langle 001 \rangle$ geralmente paralelas à direção normal (Fig. 3.13) [58].

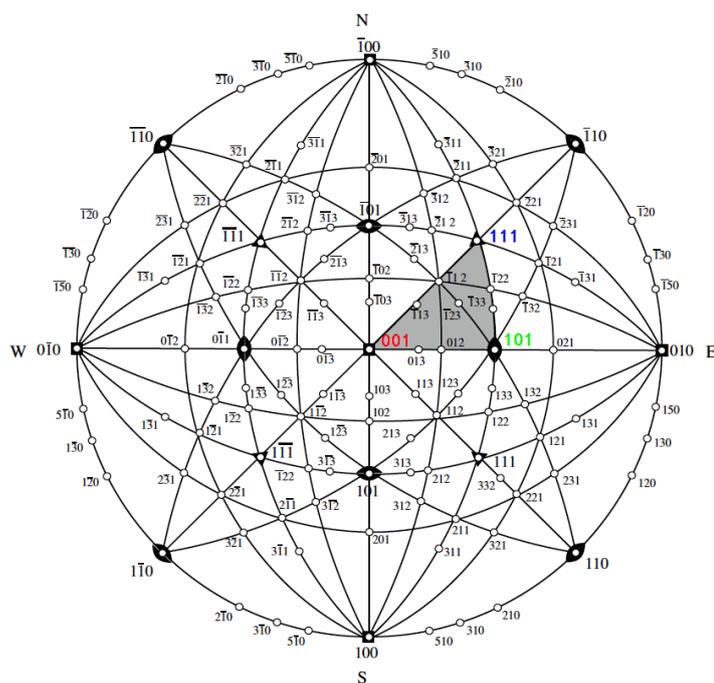


Figura 3.13 - Padrão de projeções estereográficas dos polos para um cristal cúbico com destaque para o triângulo estereográfico [58].

No software OIMTM, a figura de polo inversa é definida por um mapa de orientação codificado de acordo com as cores ou isolinhas ilustradas no triângulo IPF. Dessa forma, uma dada direção da amostra pode ser descrita através da posição desta coordenada em relação a um padrão de referência do cristal [59].

A figura 3.14 apresenta o mapa de orientação de um aço IF estabilizado com titânio e laminado a frio, assim como o respectivo triângulo padronizado para as figuras de polo inversas [59].

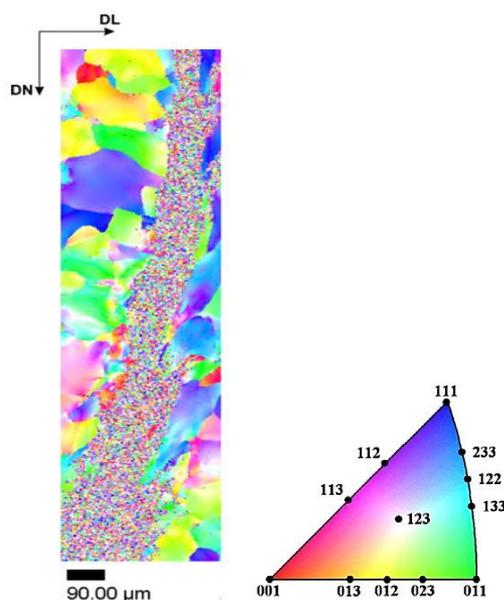


Figura 3.14 - Mapa IPF para um aço IF estabilizado ao titânio e laminado a frio [59, 60].

Por meio da análise da figura de polo inversa observa-se um número significativo de grãos caracterizados pelas cores verde e azul, sendo estas definidas através dos direções $\langle 011 \rangle // ND$ e $\langle 111 \rangle // ND$, respectivamente. Considerando sistemas cristalinos cúbicos, como no caso estudado, tais orientações são típicas da componente Goss e da fibra γ (ver Tab. 3.2), evidenciando que tais mapas são ferramentas analíticas importantes para o estudo da textura dos materiais.

As figuras de polo diretas e inversas são largamente utilizadas na descrição da textura cristalográfica dos materiais. No entanto, as informações contidas nestes tipos de mapas são incompletas e semiquantitativas, uma vez que representam apenas as direções difratadas pelo material. Visto isso, uma descrição mais detalhada acerca das orientações do cristal deve incluir informações a respeito da distribuição das mesmas de acordo com o plano e a direção do cristal. Neste âmbito, tais dados podem ser obtidos com auxílio da Função de Distribuição de Orientações Cristalinas [61].

3.6.6 Função de Distribuição de Orientações (ODF)

A Função de Distribuição de Orientações é representada por uma metodologia estatística que analisa e quantifica a textura dos materiais em termos dos três ângulos de Euler (Φ , φ_1 e φ_2), independentemente do tamanho, forma e localização dos grãos [42].

O conceito de ODF ou $f(g)$ é baseado em uma função de densidade e distribuição de textura que descreve a probabilidade de ocorrência de uma orientação cristalográfica, g , dentro de um determinado intervalo no espaço de orientação, dg [34, 57].

Dessa forma, os grãos com orientações similares (g) e pertencentes ao mesmo espaço angular (dg) são representados nas figuras de polo inversas por cores análogas (Fig. 3.15) [34].

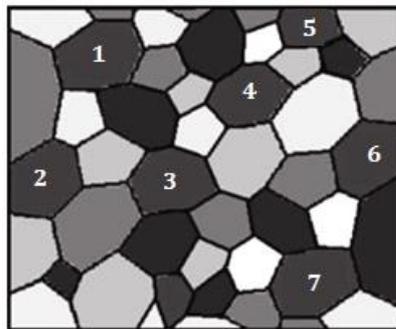


Figura 3.15 - Representação esquemática de IPF para uma microestrutura composta por grãos (1 a 7) com orientações similares coloridos de forma análoga. Adaptado de ENGLER, 2000 [34]

Em materiais que apresentam uma textura aleatória, a integral da ODF em todas as orientações possíveis assume valores constantes e equivalentes à unidade, enquanto que para amostras que exibem uma textura cristalográfica característica o parâmetro $f(g)$ apresenta máximos e mínimos em algumas orientações [62].

A função de distribuição de orientações estabelece uma relação entre os eixos cristalinos da amostra e o sistema de referência macroscópico do material, formado pelas direções DL, DT e DN. Além disso, as ODF são calculadas a partir de figuras de polo e não podem, portanto, ser calculadas diretamente. A obtenção destes tipos de mapas para um sistema cristalino CCC, por exemplo, é feita a partir de três figuras de polo diretas [62].

3.6.7 Contornos de Grãos CSL

Os contornos CSL são classificados de acordo com valor de sigma (Σ), sendo esta notação definida como a densidade volumétrica recíproca de sítios coincidentes [63, 64]. Quanto menor o valor de Σ , mais ordenado estará o contorno de grão [12].

Estes tipos de contornos são considerados especiais por possuírem melhores propriedades quando comparados aos contornos de alto ângulo (HAGB - *High Angle Grain Boundary*) e de baixo ângulo (LAGB - *Low Angle Grain Boundary*) [65].

A disposição geométrica dos CSL consiste na interpenetração de dois reticulados da mesma estrutura cristalina, na qual para certas desorientações ocorre a sobreposição de uma fração dos átomos, formando uma rede periódica em três dimensões. Deste modo, a razão $1/\Sigma$ representa a proporção de sítios que são comuns em ambas as redes, de modo que um contorno $\Sigma 5$ possui um a cada cinco átomos localizados em sítios coincidentes (Fig. 3.16) [66].

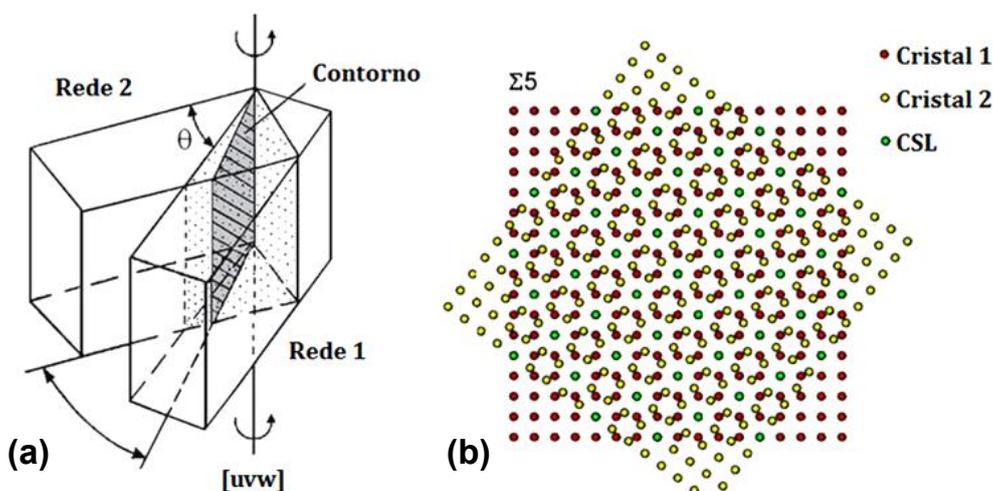


Figura 3.16 - Formação de um contorno de sítios coincidentes (CSL): (a) representação de dois reticulados vizinhos com desorientação dada por $\theta/[uvw]$, onde θ e $[uvw]$ são o ângulo e eixo de desorientação, respectivamente; (b) representação 2D da interpenetração dos reticulados, mostrando como uma desorientação de $36.9^\circ \langle 100 \rangle$ leva a criação de CSL $\Sigma 5$ [34, 66].

Assim como no caso dos demais parâmetros analisados, as informações, tanto estatísticas quanto espaciais, a respeito dos contornos CSL são de grande importância para uma análise completa dos aspectos da microtextura, uma vez que a formação de alguns valores de sigma está associada à recristalização do material [37, 64].

3.7 Textura de Metais CCC

A orientação cristalográfica refere-se ao modo como os planos atômicos de um cristal estão posicionados em relação a uma referência fixa. Esta característica aplica-se a

todos os sólidos cuja estrutura é cristalina, incluindo minerais, cerâmicas, semicondutores, supercondutores e metais [34].

Em geral, há uma propensão para a ocorrência de certas orientações nos cristais, sendo estas conhecidas como orientações preferenciais ou simplesmente textura cristalográfica [34]. Alguns materiais apresentam uma textura dominada pelo alinhamento de uma direção particular do cristal, sendo estas orientações características conhecidas como textura de fibra [42]. No caso de materiais metálicos, tais orientações diferem de metal para metal, dependendo, principalmente, da estrutura cristalina do mesmo [67].

Nas seções subsequentes será feita referência à textura cristalográfica de metais CCC com destaque para os aços inoxidáveis ferríticos, objeto de estudo do presente trabalho, de modo a avaliar as orientações preferenciais características do material deformado e recristalizado.

3.7.1 Textura de Deformação de Metais CCC

A textura cristalográfica dos metais é representada por componentes que apresentam uma orientação cristalina ideal, sobre a qual as orientações de certa quantidade de grãos se agrupam [68].

A textura de deformação de metais CCC pode ser adequadamente representada por índices de Miller com o plano (hkl) paralelo ao plano da superfície da chapa laminada e a direção <uvw> paralela à direção de laminação (DL) [34, 69]. As principais componentes de textura presentes nos aços CCC são apresentadas na tabela 3.2.

Tabela 3.2 - Principais componentes de textura de deformação presentes nos metais CCC

$\{hkl\}\langle uvw \rangle$	Componente	Φ	Φ_1	Φ_2
{001}<100>	Cubo	0°	45°	45°
{001}<110>	Cubo Girado	0°	0°	45°
{112}<110>	Fibra α	27°	0°	45°
{011}<100>	Goss	90°	90°	45°
{110}<110>	Goss Girado	90°	0°	45°
{111}<112>	Fibra γ	55°	45°	45°
{4 4 11}<11 11 8>	Taylor	27°	90°	45°

Adaptado de SIQUEIRA, 2010 [21]

A natureza da textura de deformação de metais CCC é geralmente mais complexa do que a textura apresentada por metais CFC. Dessa forma, os dados obtidos por meio da função de distribuição de orientação (ODF) são geralmente melhor visualizados através de seções com valores constantes de φ_1 , ao contrário dos metais CFC que utilizam a notação φ_2 constante. No entanto, em muitos casos, dados importantes podem ser interpretados por uma única seção em $\varphi_2=45^\circ$ (Tab. 3.2), sendo esta discutida pela maioria dos autores [14].

A figura 3.17(a) representa uma ODF com seção em $\varphi_2=45^\circ$ para um aço livre de intersticiais (IF - Interstitial Free) laminado a frio, sendo a localização das principais componentes de textura mostradas na figura 3.17(b).

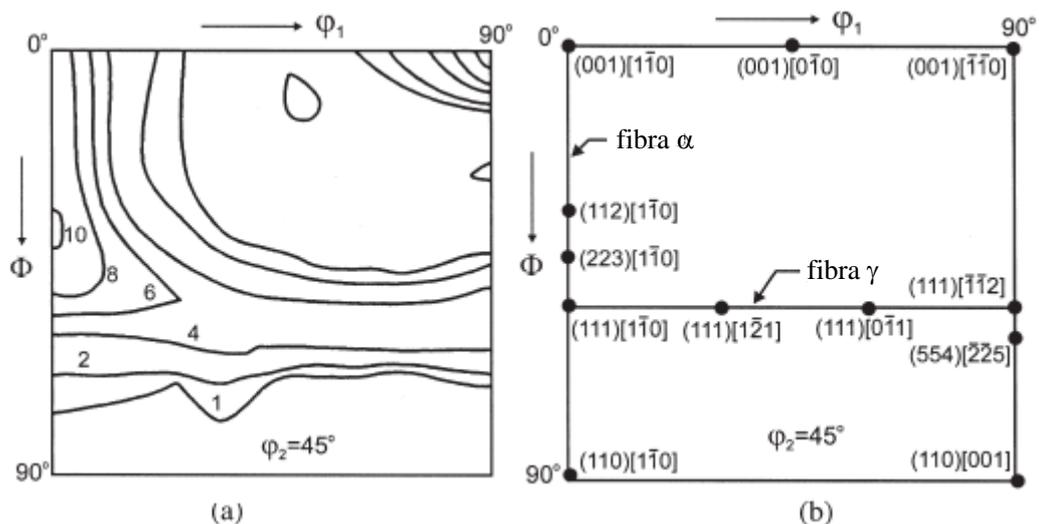


Figura 3.17 - Mapa ODF com seção em $\varphi_2=45^\circ$ para um aço IF laminado a frio (a) dados experimentais (b) localização das principais componentes de textura. Adaptado de HUMPHREYS, 2004 [14].

A avaliação da figura evidencia que as principais componentes de textura de laminação a frio dos metais CCC pertencem às fibras α e γ . As componentes de textura pertencentes à fibra α possuem direção $\langle 110 \rangle$ paralela à direção de laminação (DL), enquanto que as componentes de textura referentes à fibra γ possuem a direção $\langle 111 \rangle$ paralela à direção normal à chapa (DN). Estão presentes ainda, a fibra η com a direção $\langle 001 \rangle$ paralela à DL e a fibra ε com a direção $\langle 011 \rangle$ paralela à direção transversal (DT).

As principais fibras e orientações presentes nos metais são representadas na figura 3.18 através do desenho esquemático do espaço de Euler reduzido [70].

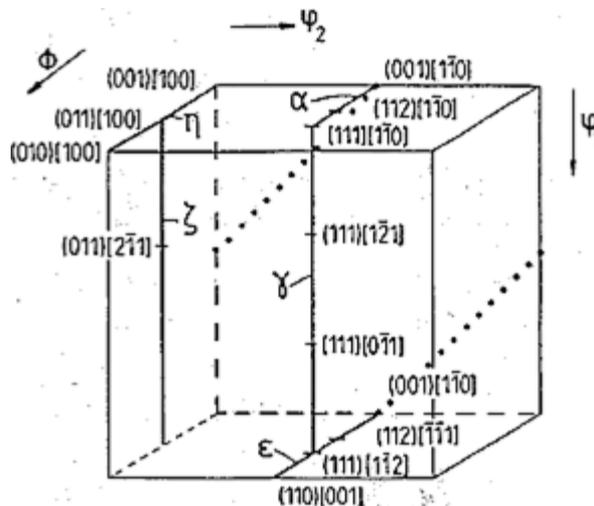


Figura 3.18 - Desenho esquemático do espaço de Euler reduzido com as principais fibras e orientações presentes nos metais. Adaptado de HÖLSCHER, 1991 [70].

Textura de Aços Inoxidáveis Ferríticos Laminados a Quente

No caso dos aços inoxidáveis ferríticos, o estudo da textura de deformação apresenta relevância considerável na otimização das propriedades de estampagem profunda e na minimização do fenômeno de enrugamento que frequentemente deteriora a superfície de tais ligas [71].

Hölscher e colaboradores investigaram os efeitos da laminação a quente na formação da textura de deformação de aços inoxidáveis ferríticos com 16% de cromo em peso. Em seu estudo, os autores observaram uma microestrutura heterogênea ao longo da espessura da amostra, com a presença de grãos alongados e fortemente deformados no centro e grãos recristalizados e equiaxiais na superfície do material. Além disso, uma análise da textura deste aço evidenciou uma distribuição irregular dos cristais, com a presença das fibras α e γ no centro e das componentes $\{011\}\langle 100 \rangle$ e $\{112\}\langle 111 \rangle$ na superfície [70].

Posteriormente, Raabe identificou que ao final da laminação a quente, devido à estabilidade da ferrita, os aços inoxidáveis ferríticos possuem uma textura típica de laminação a frio. Deste modo, estes aços exibiram uma forte fibra α e uma fraca fibra γ

no centro da chapa, enquanto que perto da superfície apresentaram forte fibra ζ e componente Goss e fibra ε mais fraca [72].

Textura de Aços Inoxidáveis Ferríticos Laminados a Frio

Ferreira Filho e coautores acompanharam a evolução da textura de um aço inoxidável ferrítico laminado a frio composto por 16% Cr em peso e estabilizado com nióbio, verificando por difração de raios X, a presença da fibra γ com componentes fortes nas direções $\langle 112 \rangle$ e $\langle 231 \rangle$, além da componente preferencial $\{001\}$ nas direções $\langle 110 \rangle$ e $\langle 120 \rangle$. Em contrapartida, apareceram em menor intensidade a componente do tipo Goss e a fibra parcial α com máximos nas componentes $(001)[1\bar{1}0]$ e $(112)[1\bar{1}0]$ (Fig. 3.19) [4].

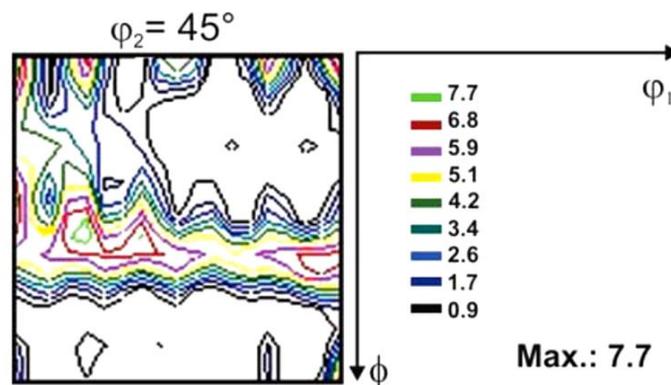


Figura 3.19 - ODF em $\varphi_2=45^\circ$ do aço inoxidável ferrítico laminado a 40% em espessura [4].

Em trabalho publicado, Raabe e Lücke definiram que para reduções acima de 75% há um fortalecimento da fibra α ao longo de toda a espessura da amostra, com maior intensidade das componentes $\{001\}\langle 110 \rangle$ e $\{112\}\langle 110 \rangle$, especialmente na região central. Os autores verificaram ainda que a variação de elementos de liga (Nb e Ti) não altera significativamente as texturas de laminação a frio. Por outro lado, o teor de cromo interfere diretamente na localização da fibra $\{112\}\langle 110 \rangle$, alternando da seção $\Phi=35^\circ$ para $\Phi=30^\circ$ quando altera-se a composição da liga de 17% Cr para 11% Cr em peso [73].

3.7.2 Textura de Recristalização de Metais CCC

Nos últimos anos, os mecanismos envolvidos na recristalização passaram a ser mais profundamente investigados através do estudo das alterações da textura cristalográfica de metais submetidos ao processo de recozimento. Por conseguinte, foram sugeridas duas teorias em relação à cinética de recristalização dos metais, sendo estas associadas à nucleação orientada (ON) e ao crescimento seletivo (SG) [54].

O modelo que sugere uma nucleação orientada assume que os núcleos de recristalização tendem a formar orientações preferenciais na microestrutura laminada a frio, o que determina a configuração final da textura de recristalização. Por outro lado, a teoria de crescimento seletivo baseia-se na mobilidade dos contornos de grão, de modo que as orientações dos grãos com maiores taxas de crescimento determinam a textura de recristalização final [54, 74].

As texturas de recristalização de aços de baixo carbono laminados a frio são muitas vezes explicadas em termos do modelo de ON, enquanto que SG tem uma influência menor na orientação final dos grãos [54].

Sendo assim, a presença da fibra γ típica da textura de recristalização dos materiais CCC é atribuída à formação preferencial dos núcleos nos limites pré-existentes entre os grãos deformados, onde condições ótimas para a nucleação prevalecem, fazendo com que os grãos recristalizados mantenham as orientações obtidas na laminação [34, 75].

Os metais CCC que apresentam boa capacidade de estampagem profunda geralmente caracterizam-se por uma alta intensidade de grãos orientados no plano $\{111\}$, além de possuírem uma distribuição uniforme desta intensidade ao longo da fibra γ [34].

Visto isso, a análise da textura de recristalização de metais CCC é de grande importância industrial devido à influência direta que a orientação cristalográfica dos grãos estabelece na maleabilidade da liga [34]. Deste modo, após tratamento térmico observa-se um aumento da fibra γ em detrimento da fibra α , o que confere ao material uma alta anisotropia planar e uma consequente melhoria da conformabilidade [70, 76].

A figura 3.20 estabelece uma comparação entre as texturas de recristalização inicial e final de um aço IF convencional. A análise dos dados fornecidos pela ODF comprova, então, que a textura final foi determinada na fase de nucleação da recristalização, visto

que orientações mais intensas dos grãos recristalizados para $X_v=0,11$ e $X_v=1,0$ são semelhantes e há uma substituição da fibra α pela fibra γ [77].

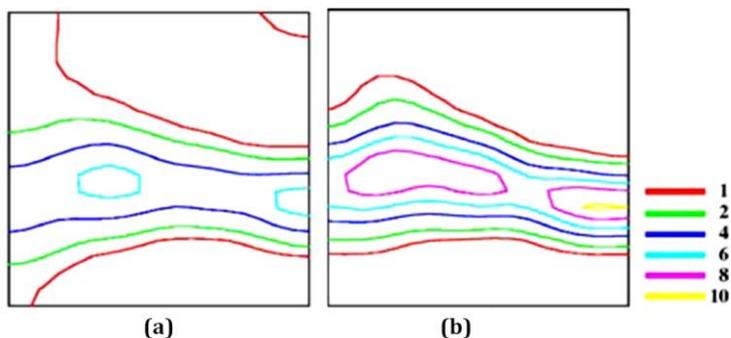


Figura 3.20 - ODF em $\varphi_2=45^\circ$ de um aço IF convencional: (a) estágio inicial de recristalização ($X_v=0,11$); (b) estágio final de recristalização ($X_v=1$). Adaptado de HALDAR, 2008 [77].

Textura de Recristalização de Aços Inoxidáveis Ferríticos

Siqueira e colaboradores investigaram o desenvolvimento da textura de recristalização de aços inoxidáveis ferríticos compostos por 16%Cr e 0,31%Nb em peso, submetidos previamente a 80% de laminação a frio e posterior recozimento a 800°C durante 900 s. Após o tratamento térmico, os autores notaram que as principais orientações presentes na camada superficial da tira estavam associadas às componentes Goss e cubo girado e à fibra $\{001\}\langle uv0 \rangle$, referente à fibra η (Fig. 3.21(a)). Em contrapartida, na camada central observou-se que as componentes de textura da fibra α desapareceram, enquanto que as componentes da fibra γ se tornaram mais fortes com um máximo em $\{111\}\langle 112 \rangle$ (Fig. 3.21(b)) [5].

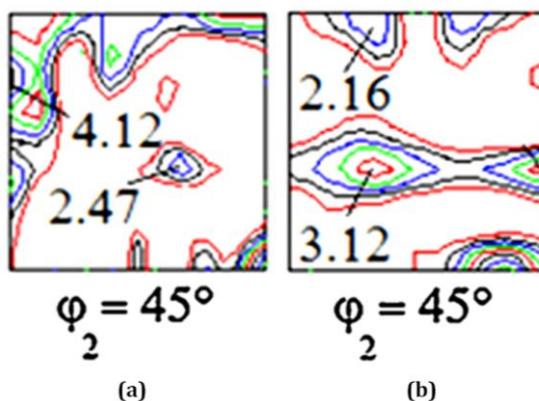


Figura 3.21 - ODF em $\varphi_2=45^\circ$ do aço inoxidável ferrítico 80% laminado a frio contendo Nb após recozimento a 800°C por 900 s: (a) camada superficial; (b) camada central [5].

Lewis e Pickering investigaram a influência do grau de laminação no desenvolvimento da textura de recozimento do aço em questão, constatando que à medida que a redução a frio do material aumenta, a componente $\{100\}\langle 011\rangle$ perde importância, enquanto que a componente $\{111\}\langle 112\rangle$ se fortalece [78].

Por outro lado, Raabe e Lücke estudaram a influência de partículas na evolução da textura de aços inoxidáveis ferríticos recristalizados e observaram que a adição de elementos de liga, como nióbio, provoca um enfraquecimento da componente $\{011\}\langle 110\rangle$ e um fortalecimento da fibra $\{111\}\langle 112\rangle$, devido à precipitação dos carbonitreto de nióbio que retardam a recristalização durante a etapa de laminação a quente [73].

Portanto, visto que a textura ótima para estampagem, nos materiais cúbicos de corpo centrado, é caracterizada por uma forte fibra γ constata-se que o aumento da redução a frio e modificações na composição química são fatores predominantes na melhoria da conformabilidade dos aços inoxidáveis ferríticos.

4. METODOLOGIA

O material analisado no presente trabalho consiste de um aço inoxidável ferrítico tipo AISI 430 estabilizado com nióbio. A análise química da liga em questão é apresentada na tabela 4.1, sendo o teor de cada elemento definido em porcentagem em peso.

Tabela 4.1 - Composição química do aço ferrítico estabilizado com Nb (% em peso)

C	Mn	P	Nb	Cr	Ni	Al	S	N
0,02	0,20	0,03	0,32	16,07	0,18	0,002	0,0005	0,024

As amostras fornecidas foram subdivididas em duas séries distintas, sendo a primeira (430-R) submetida a um processo termomecânico seguido de tratamento térmico e a segunda (430-NR) submetida apenas ao tratamento termomecânico (Tab. 4.2).

Tabela 4.2 - Classificação das amostras

Amostragem	Tratamento Termomecânico (800°C a 1000°)	Tratamento Térmico (1030°C a 1050°C)	Espessura Final
430-R	Laminação a Quente	Recozimento	4,3 mm
430-NR	Laminação a Quente	-	4,5 mm

Ambos os processos de laminação a quente e recozimento foram realizados pela empresa Aperam South America, sendo que para o tratamento termomecânico utilizou-se um laminador do tipo Steckel.

Com o intuito de avaliar os efeitos de tais procedimentos na microestrutura do aço, reservou-se um corpo de prova de cada uma das séries definidas, sendo estes devidamente identificados como amostras em condição de fornecimento.

4.1 Tratamento Mecânico

O processo de laminação a frio foi realizado por meio de múltiplos passes em um laminador laboratorial da marca Fröhling instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG. O equipamento em questão possui capacidade de 40 toneladas, é composto por cilindros de 200 mm de diâmetro e 300 mm de comprimento, além de ser instrumentado com células de cargas de compressão e interface A/D.

A etapa de conformação a frio foi interrompida após a obtenção da espessura final desejada (1,0 mm), sendo necessários para tal 14 e 12 passes de laminação para as amostras não recozidas (430-NR) e recozidas (430-R), respectivamente (Tab. 4.3 e 4.4).

Tabela 4.3 - Sequência de passes da laminação a frio para a série de amostras laminadas a quente e não recozidas (430-NR)

Passe	Espessura Inicial (mm)	Espessura Final (mm)	Redução por passe (%)
1	4,7	4,3	8,51
2	4,3	4,1	4,65
3	4,1	3,8	7,31
4	3,8	3,5	7,89
5	3,5	3,2	8,57
6	3,2	2,9	9,38
7	2,9	2,5	13,79
8	2,5	2,2	12,00
9	2,2	2,0	9,09
10	2,0	1,7	15,00
11	1,7	1,5	11,76
12	1,5	1,3	13,33
13	1,3	1,1	15,38
14	1,1	1,0	9,09

Tabela 4.4 - Sequência de passes da laminação a frio para a série de amostras laminadas a quente e recozidas (430-R)

Passe	Espessura Inicial (mm)	Espessura Final (mm)	Redução por passe (%)
1	4,4	4,0	9,09
2	4,0	3,5	12,50
3	3,5	3,1	11,43
4	3,1	2,8	9,68
5	2,8	2,5	10,71
6	2,5	2,2	12,00
7	2,2	1,9	13,64
8	1,9	1,7	10,53
9	1,7	1,5	11,76
10	1,5	1,3	13,33
11	1,3	1,2	7,69
12	1,2	1,0	16,67

Deste modo, as amostras que não passaram pelo tratamento térmico (430-NR) obtiveram uma redução total de 78,7%, enquanto que a série de amostras submetidas aos processos anteriores de laminação a quente e recozimento (430-R) teve sua espessura reduzida em 77,3%.

As tiras obtidas após a laminação a frio foram cortadas ao meio, de modo a facilitar o manuseio das mesmas nas etapas subsequentes (Fig. 4.1).

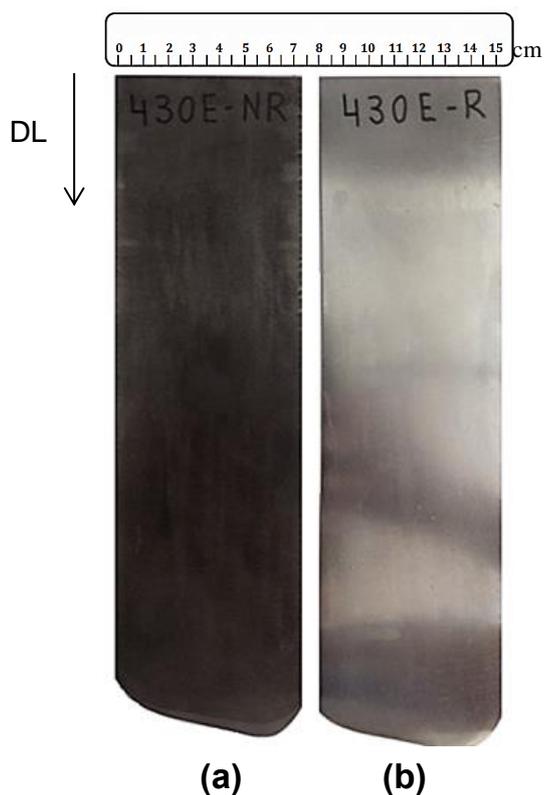


Figura 4.1 - Chapas obtidas após a laminação a frio das amostras: (a) laminadas a quente e não recozidas (430-NR); (b) laminadas a quente e recozidas (430-R).

Os corpos-de-prova laminados a frio, até 1,0 mm de espessura, foram cortados com o auxílio de uma guilhotina rotativa a fim de obterem-se tiras com 10 mm de largura (Fig. 4.2(a)). Em seguida, outro processo de corte foi estabelecido por meio de uma serra de precisão de modo a atingir um comprimento final de 10 mm (Fig. 4.2(b)).

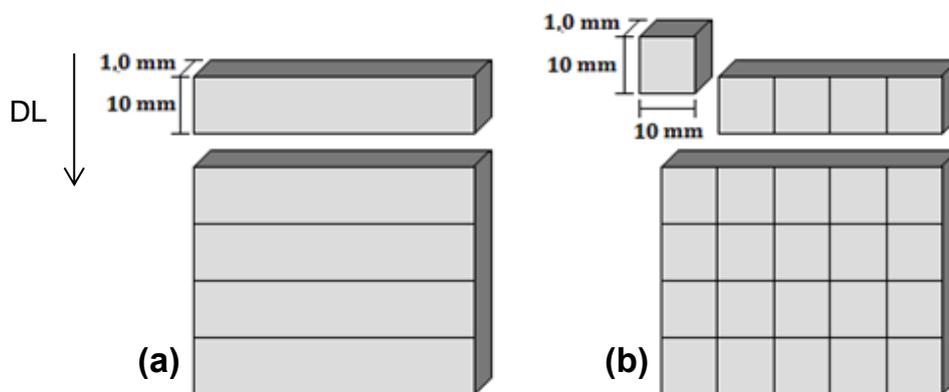


Figura 4.2 - (a) Corte da amostra laminada em tiras de 10 mm de largura; (b) Corte das tiras em 10 mm de comprimento.

Após o término da etapa de corte, as amostras submetidas à redução a frio foram separadas e identificadas a fim de se analisar as particularidades estruturais do material encruado.

4.2 Tratamento Térmico Final

O tratamento térmico da liga em questão foi realizado em condições isotérmicas por meio de um forno do tipo mufla instalado no Laboratório de Metalografia do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG.

Com o intuito de avaliar a evolução microestrutural do aço foram estabelecidos diferentes tempos de recozimento para cada amostra, de modo a obter as condições iniciais, parciais e completas de recristalização para três temperaturas fixas (Fig. 4.3).

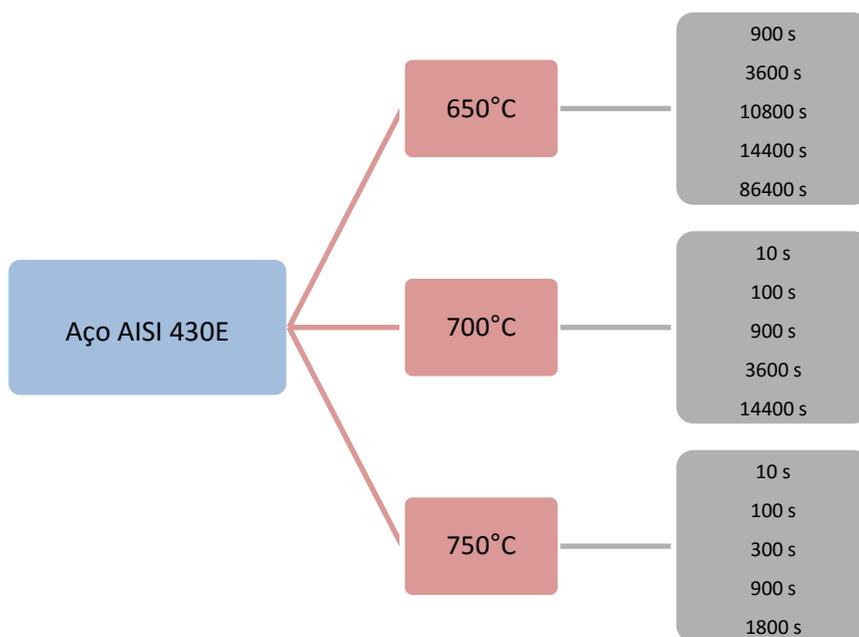


Figura 4.3 – Fluxograma do tratamento térmico das amostras 430-NR e 430-R

Posteriormente, realizou-se o resfriamento de tais amostras de forma espontânea ao ar natural até a temperatura ambiente.

4.3 Análise Microestrutural

A caracterização microestrutural das amostras na condição de fornecimento, laminadas a frio e recozidas foi realizada por meio de micrografias ópticas e eletrônicas de varredura e de transmissão, posteriormente à preparação adequada das mesmas.

Microscopias Ópticas e Eletrônicas de Varredura

A etapa de preparação iniciou-se com o embutimento a quente dos corpos-de-prova em uma resina termofixa à base de cobre e baquelite, de modo a possibilitar a análise da seção longitudinal referente à direção em que a laminação a frio foi realizada. Em seguida, as amostras foram cuidadosamente lixadas e polidas por meio de equipamentos localizados no Laboratório de Metalografia - DEMET da UFMG.

Por fim, as amostras foram quimicamente atacadas com reativo de Vilella (95,0 mL álcool etílico / 1,0 g ácido pícrico / 3,0 mL HCl) por um tempo de imersão de 90 s, a fim de tornar a microestrutura do material microscopicamente passível de interpretação.

Microscopia Eletrônica de Transmissão

Com o intuito de estabelecer uma análise da microestrutura por meio de um microscópio eletrônico de transmissão realizou-se uma preparação diferenciada e minuciosa das amostras.

Pequenas chapas com espessura inicial de 1,0 mm foram desbastadas em lixas de 100 a 1000 mesh por tempos variados até obterem-se folhas finas de aproximadamente 100 µm de espessura.

Em seguida, foram retirados, destas folhas, pequenos discos com cerca de 3 mm de diâmetro, sendo os mesmos lixados em lixas de 1200 mesh e polidos com pasta de diamante, com a finalidade de alcançar uma espessura final abaixo de 70 µm.

Os discos obtidos passaram, posteriormente, por um polimento químico com auxílio do equipamento Tenupol-5 da marca Struers localizado no Centro de Microscopia da UFMG. A partir deste procedimento ambos os lados das amostras foram polidos, simultaneamente, a fim de se perfurar pequenas áreas do material, sendo utilizada para tal uma solução contendo 5% de ácido perclórico e 95% de etanol.

O desbaste é controlado por uma fonte de luz infravermelha, sendo interrompido quando o primeiro feixe de luz atravessa um dos orifícios, estando a amostra, então, pronta para as devidas análises.

4.4 Cinética de Recristalização

O estudo da cinética de recristalização do aço inoxidável ferrítico estabilizado ao nióbio foi efetuado através da medição da microdureza Vickers e por meio das técnicas de metalografia quantitativa e análise de imagens via EBSD. Ao final deste estudo, realizou-se uma comparação das frações recristalizadas e dos parâmetros do modelo JMAK e MPM obtidos para cada um dos três métodos.

Os procedimentos utilizados serão descritos detalhadamente em seguida, de modo que a quantificação dos resultados se deu a partir de um erro absoluto abaixo de 5%.

4.4.1 Microdureza Vickers

A microdureza Vickers foi aferida com o auxílio de um microdurômetro da marca Future Tech, através do qual aplicou-se uma carga de 2,29 N (0,3 kgf) por um tempo médio de penetração de 10 s.

Com o intuito de se estimar com maior exatidão os valores da microdureza das amostras foram realizadas cerca de vinte medições aleatórias ao longo da seção longitudinal do material. A partir do cálculo da média destas aferições estabeleceu-se a cinética de amaciamento característica para cada temperatura de recozimento, bem como para as amostras laminadas a frio e na condição de fornecimento.

Além disso, os valores médios da microdureza Vickers foram utilizados para o cálculo da fração amaciada a partir da Eq. 3.1, de modo a avaliar a fração volumétrica recristalizada correspondente.

4.4.2 Metalografia Quantitativa

A análise metalográfica quantitativa foi efetuada, de maneira direta, através do procedimento sistemático de contagem manual de pontos, sendo este baseado na norma internacional ASTM E562-08 [79].

A fração recristalizada de cada amostra foi estimada a partir de tal norma por meio de malhas quadriculadas de 16, 25, 49 e 100 pontos.

Para este procedimento utilizou-se um microscópio óptico acoplado a uma câmera de alta precisão, através da qual foram projetadas imagens de diversas regiões da amostra em uma tela de monitor.

A avaliação de tais micrografias foi efetuada com o auxílio do software de análise de imagens *Image-Pro Plus* sob distintas ampliações, de modo a garantir maior conforto e precisão no processo estatístico de contagem de pontos.

4.4.3 Análise via Difração de Elétrons Retroespalhados

Com base na técnica EBSD realizou-se aquisição de imagens através de Microscópio Eletrônico de Varredura instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG.

Para isso, as amostras foram previamente preparadas segundo procedimento próprio estabelecido para análises por EBSD. Esta preparação envolve os processos de lixamento e polimento convencionais citados na seção 4.3 para amostras avaliadas por microscopia óptica, sendo excluída, no presente método, a etapa de ataque químico com reativo de Vilella.

A indexação das imagens obtidas por EBSD demanda um preparo minucioso das amostras anteriormente à varredura das mesmas. Deste modo, é necessária uma etapa adicional de polimento de modo a garantir a ausência de imperfeições na superfície das amostras.

O polimento final foi realizado com o auxílio de uma politriz automática da marca Struers por um tempo médio de sessenta minutos. Para tal, o material foi devidamente fixado e posicionado no centro de um pano Op-Chem (marca Strüers), sob o qual a amostra foi imersa em uma solução contendo 30,0 mL de sílica coloidal e 5,0 mL de lubrificante metalográfico azul (marca Strüers).

Após finalizada a etapa de preparação das amostras, prosseguiu-se com a indexação das mesmas via EBSD, de acordo com o processo descrito na seção 3.5.1.

As digitalizações obtidas foram avaliadas por meio de distintas ferramentas analíticas disponíveis no software OIM™ versão 7.0, sendo aquelas utilizadas no presente trabalho discutidas em seguida.

As temperaturas de recozimento foram definidas a partir de análise prévia da evolução da microdureza do aço 430 estabilizado com nióbio após recozimentos isócronos entre 400°C e 1000°C por 900 s [80]. Nesse sentido, devido a um acentuado amaciamento do material a 700°C, definiu-se esta temperatura central, sendo selecionadas, ainda, as respectivas temperaturas 50°C abaixo e acima de 700°C.

Uma vez que os procedimentos e resultados obtidos, pelos mapas gerados no software OIMTM, são semelhantes para determinada condição de processamento, foram selecionados quatro tempos distintos para cada temperatura avaliada, de modo a englobar os estágios de início, meio e término da recristalização (Tab. 4.5).

Tabela 4.5 - Tempos selecionados para análise de imagens das amostras 430-NR e 430-R

650°C	700°C	750°C
900 s	10 s	10 s
10800 s	900 s	100 s
14400 s	3600 s	300 s
86400 s	14400 s	900 s

Qualidade de Imagem

Os mapas IQ obtidos através do software de análise de imagem foram definidos em relação ao grau de indexação de cada grão, a fim de se avaliar a cinética de recristalização do aço.

Além disso, estes mapas serão utilizados para fins de identificação de possíveis heterogeneidades de deformação, bem como dos processos de nucleação e crescimento dos grãos.

Tamanho de Grão Recristalizado

De modo a complementar o estudo da cinética de recristalização, avaliou-se a evolução dimensional da microestrutura através do diâmetro médio dos grãos recristalizados. Esta análise foi feita por meio do software OIMTM, sendo os parâmetros ângulo de tolerância e tamanho mínimo de grão definidos como 5° e 5 pixels, respectivamente.

Desorientação Média de Núcleo

A fração recristalizada definida através do parâmetro KAM foi, inicialmente, determinada com base em diferentes ângulos de desorientação. Por meio de uma análise aprofundada dos valores obtidos estabeleceu-se que os grãos recristalizados, para o presente trabalho, caracterizam-se por valores de KAM inferiores a 1°.

Espalhamento de Orientação dos Grãos

Assim como no caso do parâmetro KAM, a avaliação do fator GOS foi realizada após a otimização das variáveis envolvidas. Deste modo, definiram-se valores abaixo de 3° referentes ao espalhamento de orientação dos grãos livres de deformação.

4.5 Textura Cristalográfica

A avaliação da textura cristalográfica via EBSD foi realizada conforme os tempos de recozimento pré-selecionados no estudo da cinética de recristalização (ver Tab. 4.5), sendo incluídas, na presente análise, as amostras na condição de fornecimento e encruadas.

A densidade e a distribuição das orientações cristalográficas dos corpos-de-prova foram obtidas através do software OIM™ por meio de mapas de Função de Distribuição de Orientação e Figuras de Polo Inversas.

Por meio do software de análise de imagens coletaram-se, também, os dados acerca das principais fibras presentes no aço estudado, a partir dos quais foram gerados mapas de orientação destas componentes, bem como gráficos referentes à distribuição e intensidade das mesmas em função das seções Φ , ϕ_1 e ϕ_2 contidas nas ODF.

4.6 Natureza dos Contornos de Grão

O comportamento dos contornos de grão foi investigado ao longo do tratamento térmico, para as temperaturas de 600°C, 700°C e 750°C, através da ferramenta analítica de Distribuição Característica dos Contornos de Grão (*Grain Boundary Character Distribution - GBCD*) contida no software OIM™. Por meio deste parâmetro

determinou-se a fração numérica dos contornos de alto ângulo, baixo ângulo, bem como dos contornos do tipo CSL para diferentes tempos de recozimento.

Em seguida, os contornos CSL foram calculados separadamente, de modo a permitir a avaliação individual de cada valor de sigma. Para esta análise foram levados em conta somente os dados dos contornos $CSL \leq \Sigma 29$, uma vez que se considera que os contornos CSL acima deste número são irrelevantes em policristais [81].

5. RESULTADOS

O presente capítulo apresenta os resultados obtidos a partir das micrografias ópticas e de varredura, medição de dureza, metalografia quantitativa e análise por EBSD das amostras em condição de fornecimento, laminadas a frio e recozidas.

5.1 Avaliação da Microestrutura via Microscopia Óptica

A avaliação das amostras via microscopia óptica foi efetuada sob magnificações que permitissem uma visualização completa e detalhada da microestrutura do aço em diferentes condições de processamento.

5.1.1 Amostras em condição de fornecimento

A figura 5.1 apresenta a microestrutura do aço AISI 430E nas condições de fornecimento. As micrografias ópticas são referentes à série de amostras laminadas a quente e não recozidas (430-NR) e laminadas a quente e recozidas (430-R), respectivamente.

A partir da observação das imagens nota-se que o material laminado a quente e não recozido é caracterizado por grãos alongados na direção de laminação, enquanto que a microestrutura da amostra recozida se encontra totalmente recrystalizada.

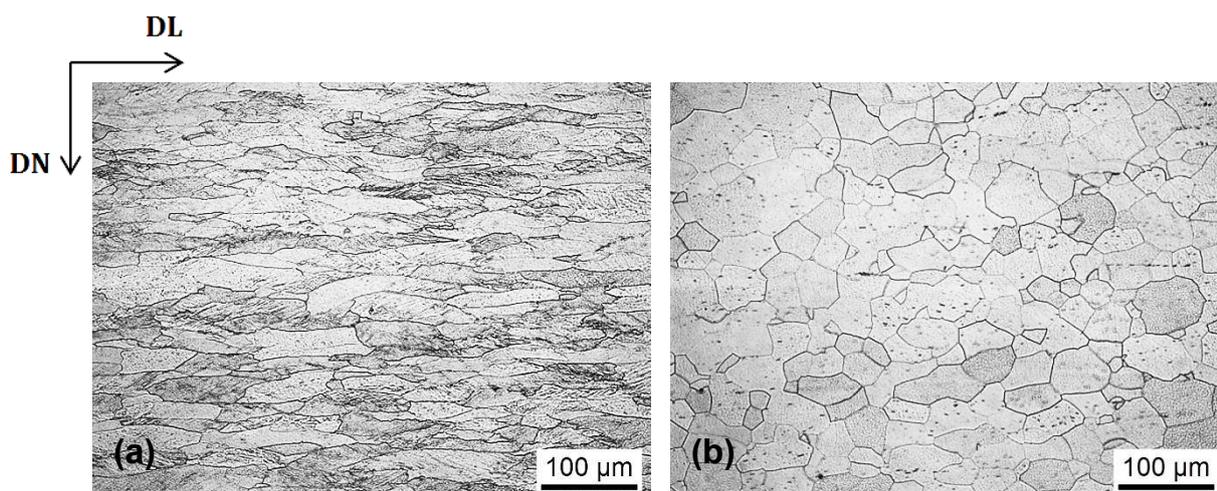


Figura 5.1 - Micrografias ópticas das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) em condição de fornecimento.

5.1.2 Amostras laminadas a frio

As micrografias ópticas apresentadas na figura 5.2 referem-se às amostras 430-NR e 430-R, respectivamente, após redução a frio de cerca de 80% em espessura.

A microestrutura de ambas as séries de amostras encontra-se fortemente encruada, uma vez que o ataque com reativo de Vilella revelou grãos altamente deformados e alongados na direção de laminação.

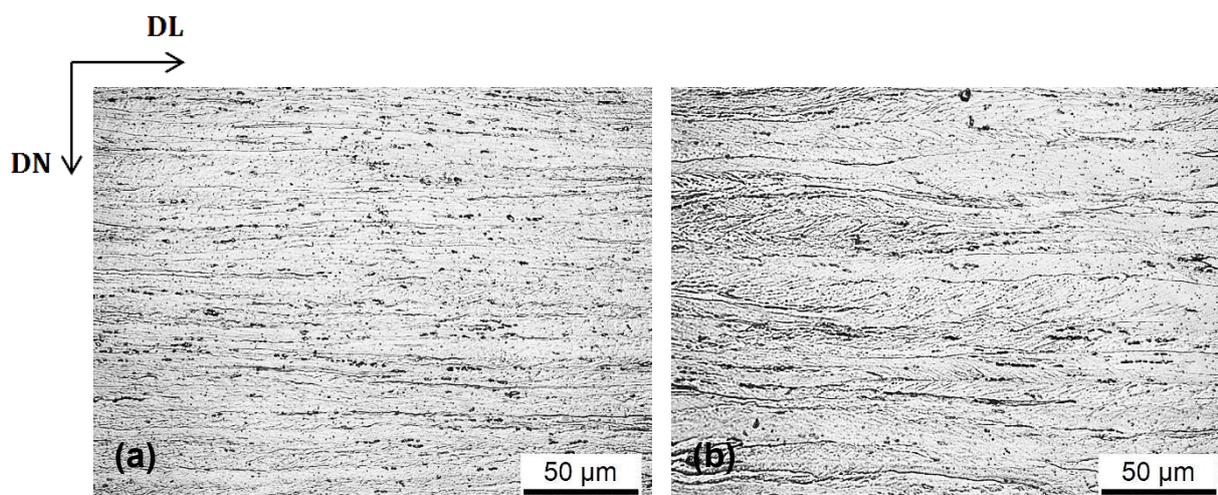


Figura 5.2 - Micrografias ópticas das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) laminadas a frio.

5.1.3 Amostras recozidas

Nesta seção são apresentadas as micrografias ópticas das amostras 430-NR e 430-R submetidas a tratamentos térmicos distintos, a fim de evidenciar a evolução da microestrutura das mesmas durante o recozimento.

O processo de recristalização das amostras não recozidas (Fig. 5.3) estabelece-se de forma mais rápida em comparação com as amostras recozidas após a laminação a quente (Fig. 5.4). Este aspecto fica evidente nas micrografias referentes ao recozimento a 650°C por 900 s, uma vez que na série de amostras 430-NR é possível notar a formação de núcleos a partir das bandas de deformação, enquanto que nos corpos-de-prova 430-R tal comportamento ainda não é observado.

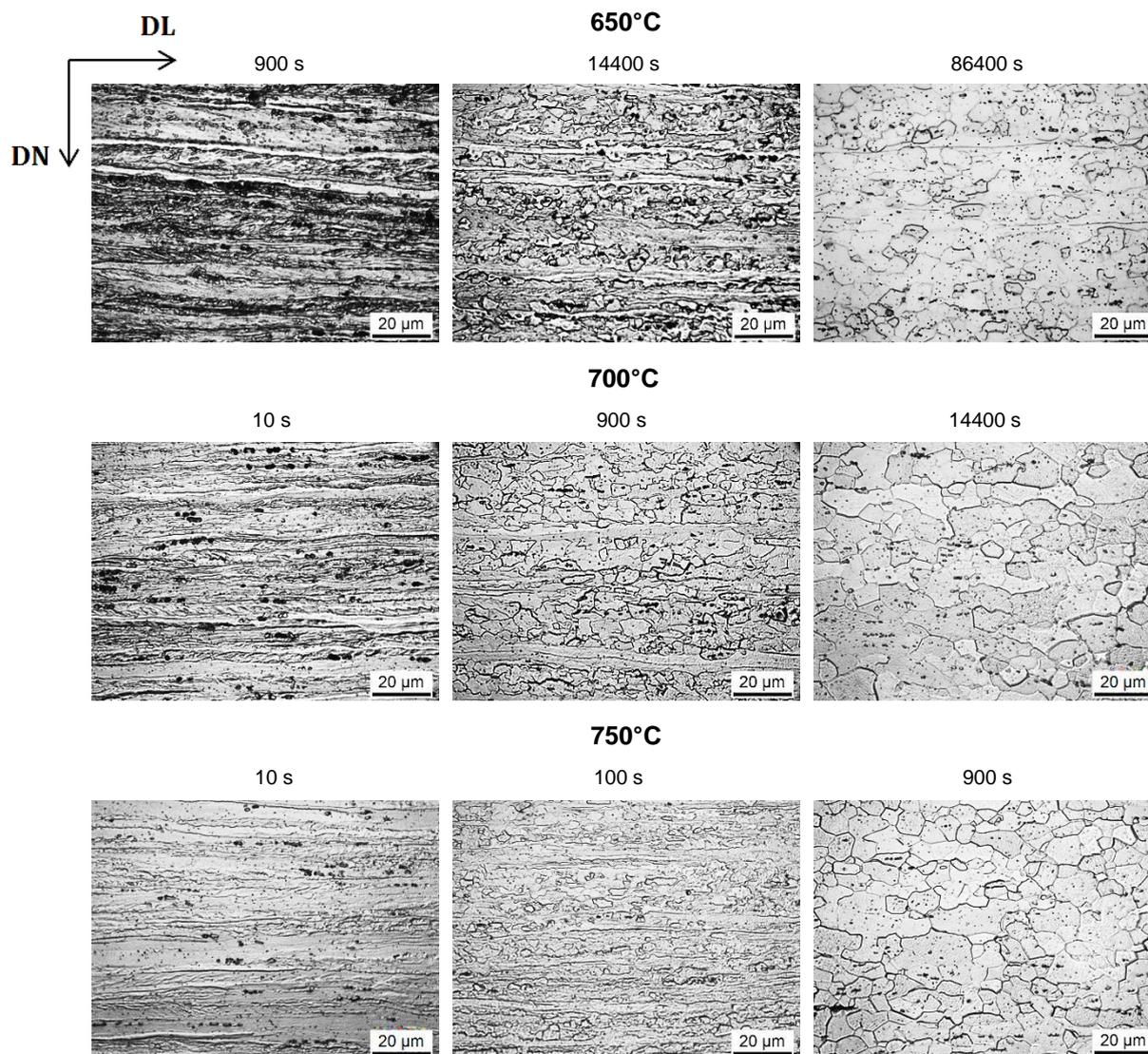


Figura 5.3 - Micrografias ópticas das amostras 430-NR submetidas a diferentes tratamentos térmicos.

A avaliação das micrografias evidencia, ainda, que a temperatura do tratamento térmico exerce uma influência mais significativa em relação ao tempo de recozimento.

Isso porque, as amostras de ambas as séries avaliadas para um tempo de 900 s encontram-se nas etapas de início, meio e término da recristalização para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C, respectivamente.

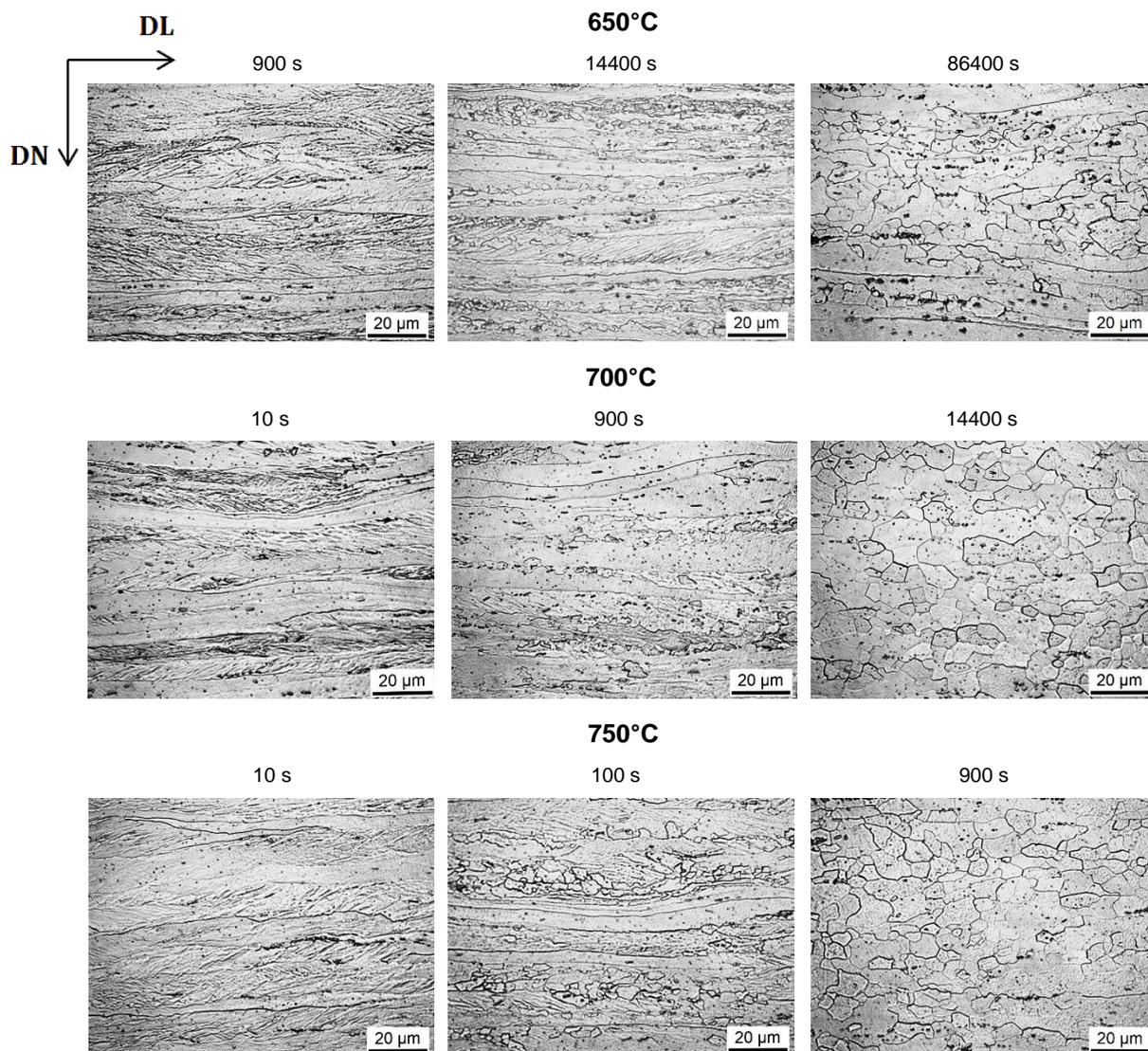


Figura 5.4 - Micrografias ópticas das amostras 430-R submetidas a diferentes tratamentos térmicos.

5.2 Avaliação da Microestrutura via Microscopia Eletrônica de Varredura

A avaliação das amostras via microscopia eletrônica de varredura foi efetuada sob magnificações que permitissem uma visualização completa e detalhada da microestrutura do aço em diferentes condições de processamento.

5.2.1 Amostras em condição de fornecimento

As imagens apresentadas na figura 5.5 foram obtidas a partir de um microscópio eletrônico de varredura do aço AISI 430E em condição de fornecimento.

As microestruturas são referentes à série de amostras laminadas a quente e não recozidas (430-NR) e laminadas a quentes e recozidas (430-R), respectivamente.

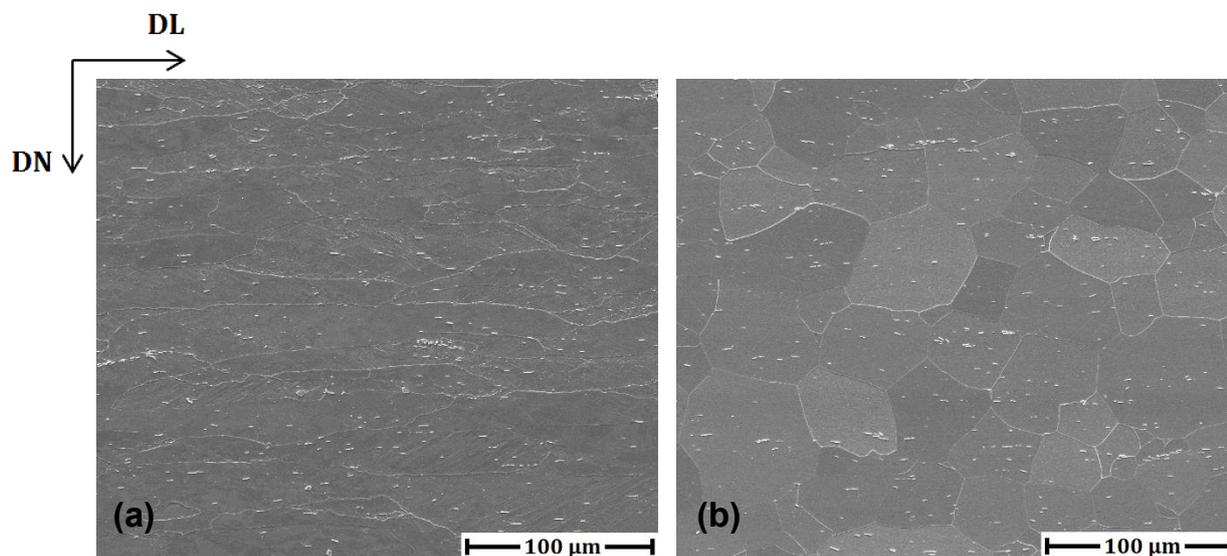


Figura 5.5 - Micrografias eletrônicas de varreduras das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) em condição de fornecimento.

As micrografias permitem a observação de uma distribuição homogênea dos precipitados de nióbio ao longo da matriz ferrítica, estando estes localizados, principalmente, no interior dos grãos de ambas as séries de amostras.

Heterogeneidades de deformação são observadas nas amostras submetidas apenas à laminação a quente, enquanto que no material posteriormente recozido, a microestrutura dos grãos ferríticos se encontra em um estágio de completa recristalização.

5.2.2 Amostras laminadas a frio

A figura 5.6 refere-se às micrografias eletrônicas de varredura das amostras laminadas a quente e não recozidas (430-NR) e laminadas a quente e recozidas (430-R), respectivamente, após o processo de conformação a frio.

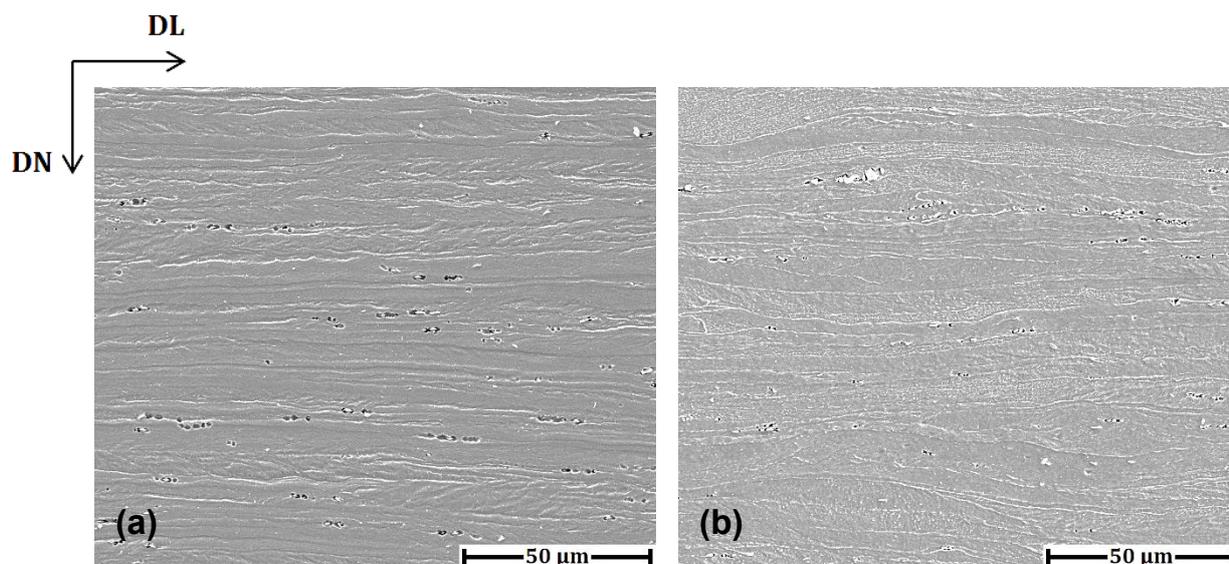


Figura 5.6 - Micrografias eletrônicas de varreduras das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) laminadas a frio.

O processo de laminação pelo qual o material em questão foi submetido promoveu o encruamento da microestrutura do aço.

5.2.3 Amostras recozidas

Com o intuito de avaliar a influência da temperatura de recozimento no processo de recristalização do aço inoxidável ferrítico foram selecionadas as micrografias eletrônicas de varredura de ambas as séries recozidas por 900 s nas temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C (Fig. 5.7).

A partir da observação das imagens nota-se que os precipitados se encontram nas regiões próximas aos contornos de grão. Neste sentido, a evolução da microestrutura é definida de acordo com a distribuição do microconstituente ao longo da matriz ferrítica, de modo que os núcleos de recristalização se formam, predominantemente, a partir dos carbonitretos de nióbio. Além disso, o tamanho dos grãos recristalizados é influenciado pela distância planar entre estas partículas, devido ao fenômeno de ancoramento dos contornos de grão.

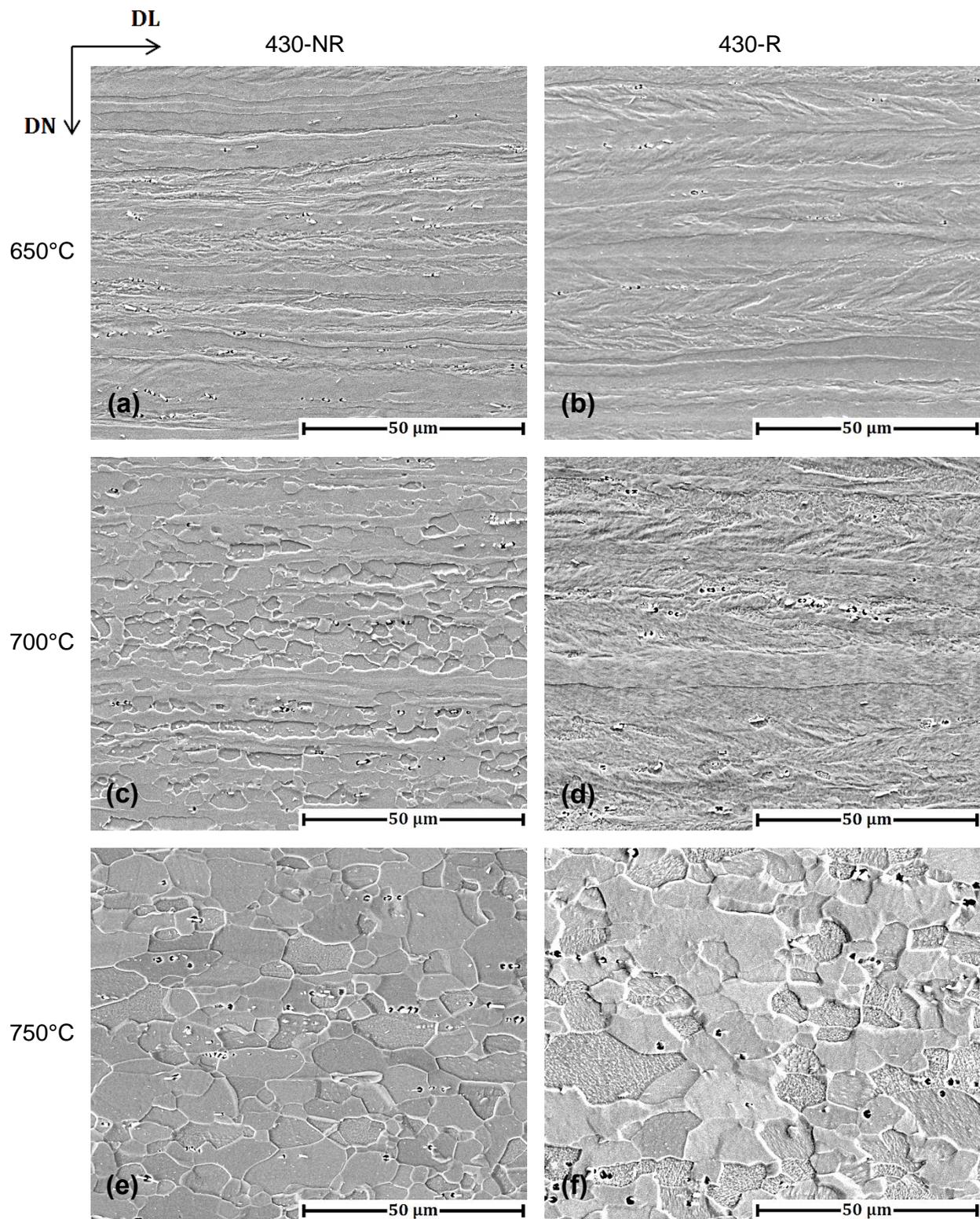


Figura 5.7 - Micrografias eletrônicas de varredura das amostras 430-NR (a,c,e) e 430-R (b,d,f) recozidas por 900 s a 650°C (a,b), 700°C (c,d) e 750°C (e,f).

5.3 Avaliação da Microestrutura via Microscopia Eletrônica de Transmissão

As figuras 5.8 e 5.9 referem-se às análises realizadas a partir do microscópio eletrônico de transmissão (MET), de modo a investigar, detalhadamente, a morfologia dos grãos e precipitados, respectivamente, das amostras recozidas a 700°C por 900 s.

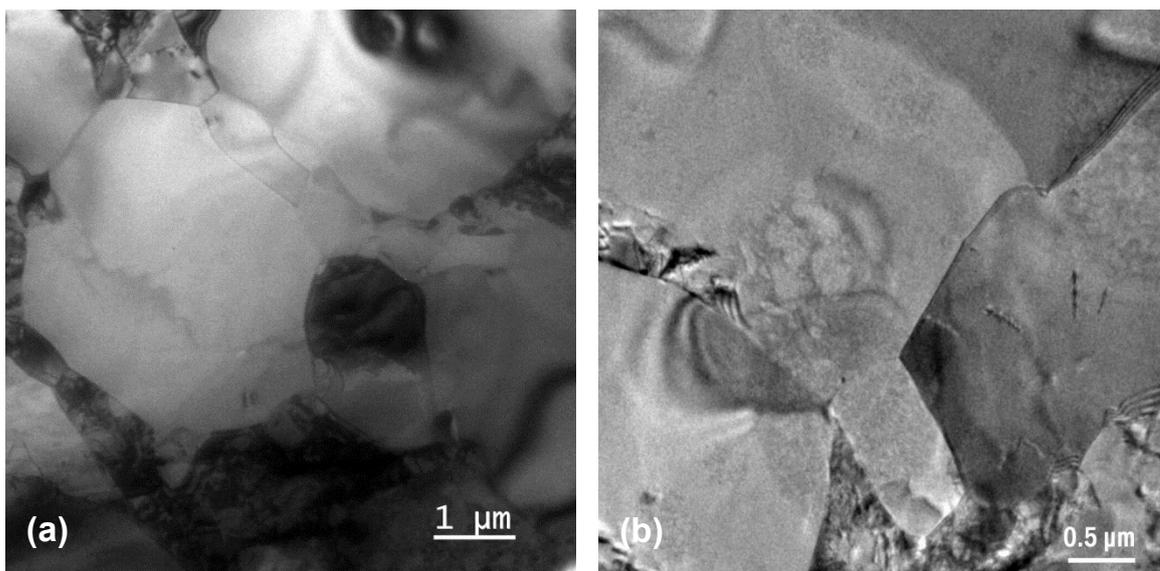


Figura 5.8 - Micrografias eletrônicas de transmissão das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) recozidas a 700°C por 900 s.

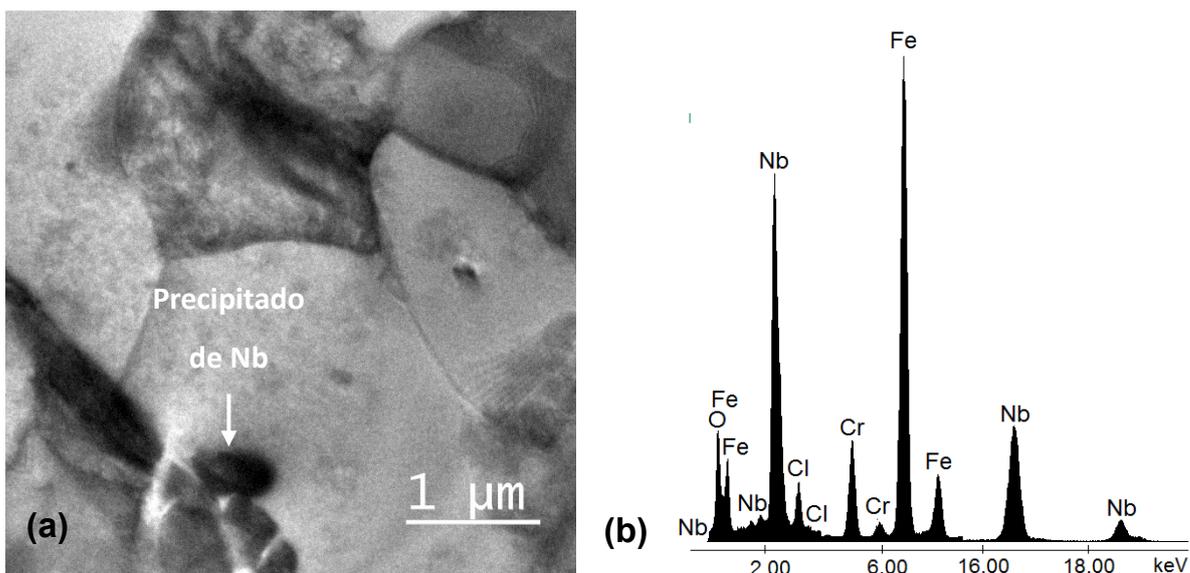


Figura 5.9 - Micrografia eletrônica de transmissão (a) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) (b) da amostra 430-R recozida a 700°C por 900 s.

5.4 Cinética de Amaciamento

As tabelas 5.1 e 5.2 apresentam os resultados referentes à cinética de amaciamento do aço inoxidável ferrítico, sendo esta avaliada através da medição da microdureza Vickers para as duas séries de amostras submetidas a diferentes tratamentos térmicos.

Os dados em questão foram aferidos em trabalho anterior apresentado ao Programa de Pós-Graduação da UFMG [82]. Para o presente estudo estabeleceu-se uma reavaliação destes resultados, sendo destacados nas tabelas seguintes aqueles que sofreram alguma alteração.

Tabela 5.1 - Microdureza das amostras 430-NR

650°C		700°C		750°C	
Tempo (s)	Microdureza (HV)	Tempo (s)	Microdureza (HV)	Tempo (s)	Microdureza (HV)
300	294	10	290	10	246
900	290	100	289	100	227
10800	254	900	198	300	170
14400	226	3600	179	900	144
86400	175	14400	161	1800	157

Adaptado de GONÇALVES, 2015 [82].

Tabela 5.2 - Microdureza das amostras 430-R

650°C		700°C		750°C	
Tempo (s)	Microdureza (HV)	Tempo (s)	Microdureza (HV)	Tempo (s)	Microdureza (HV)
300	293	10	279	10	261
900	291	100	276	100	223
10800	260	900	250	300	215
14400	229	3600	172	900	166
86400	172	14400	153	1800	154

Adaptado de GONÇALVES, 2015 [82].

A análise dos dados apresentados evidencia que o processo de amaciamento do material avança conforme o tempo e a temperatura de recozimento. Visto isso, foram estabelecidas curvas de amaciamento em relação a cada um destes parâmetros, de modo a avaliar a influência dos mesmos na evolução da microdureza do aço (Fig. 5.10 a 5.12).

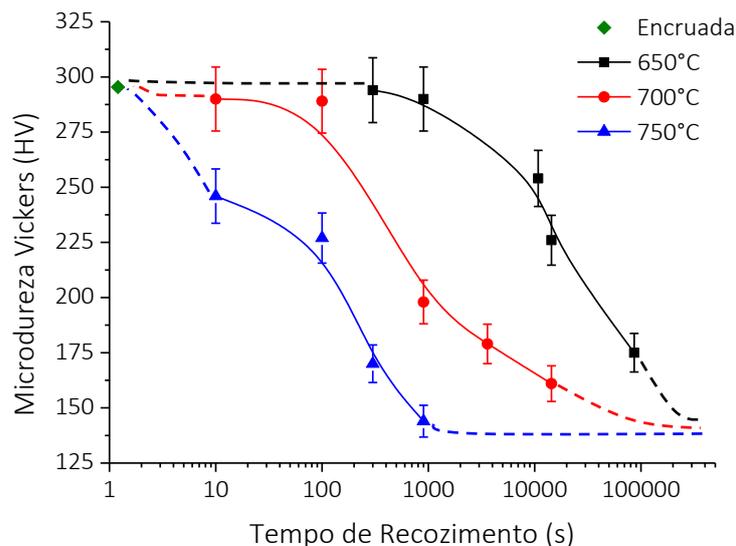


Figura 5.10 - Curvas de microdureza das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C.

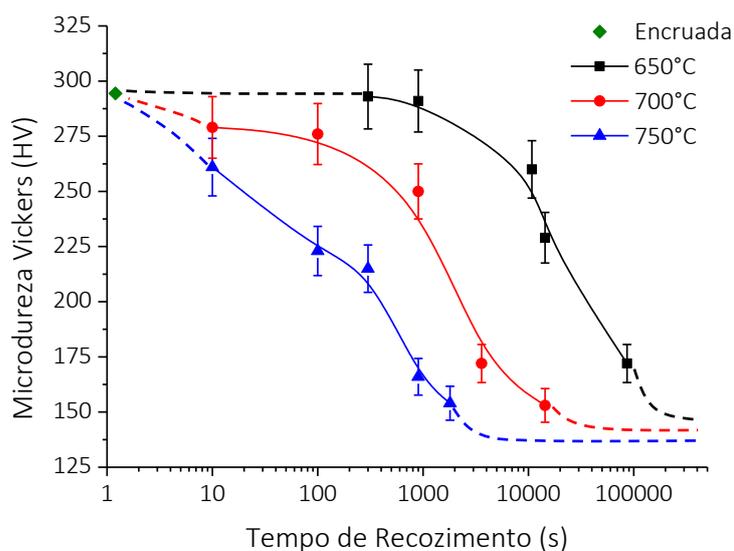


Figura 5.11 - Curvas de microdureza das amostras 430-R em função do tempo de recozimento para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C.

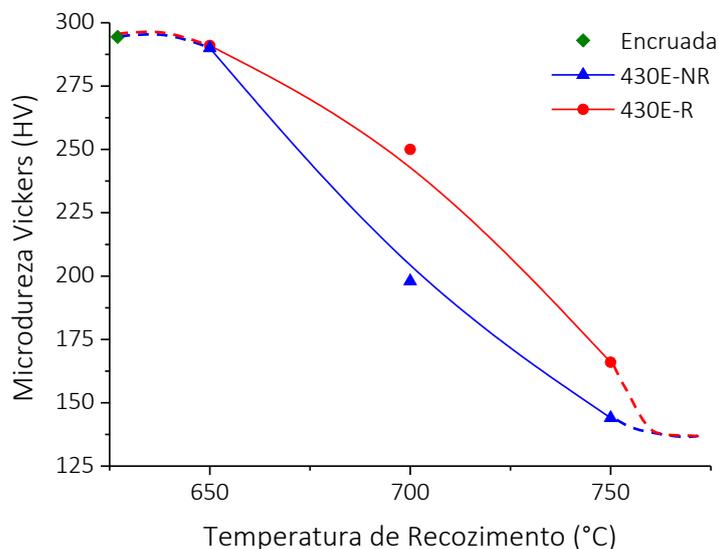


Figura 5.12 - Curva de microdureza das amostras 430-NR e 430-R em função da temperatura de recozimento para um tempo de 900 s.

5.5 Cinética de Recristalização

Na presente seção serão avaliados a fração recristalizada e o tamanho médio do grão recristalizado, com o intuito de estabelecer a evolução da cinética de recristalização do aço inoxidável ferrítico estabilizado ao nióbio.

5.5.1 Fração Volumétrica Recristalizada

O estudo do comportamento da fração recristalizada foi realizado apenas nas amostras submetidas ao recozimento final, a fim de avaliar os efeitos do tratamento térmico na cinética de recristalização do material.

Microdureza Vickers

Com o auxílio da equação 3.1 avaliou-se a cinética de recristalização através das medições da microdureza do material deformado e recristalizado em relação ao amaciamento do aço ao longo do recozimento. Para o presente trabalho, os valores relativos à microdureza do material encruado correspondem a 295 HV para as amostras 430-NR e 294 HV para as amostras 430-R. Em relação ao material

recristalizado foi aferida uma microdureza de 165 HV para ambas as séries de amostras.

As tabelas 5.3 e 5.4 apresentam os resultados relativos à fração amaciada das amostras 430-NR e 430-R, respectivamente, em função dos diferentes tempos e temperaturas de recozimento.

Tabela 5.3 - Fração amaciada das amostras 430-NR

650°C		700°C		750°C	
Tempo (s)	Fração amaciada	Tempo (s)	Fração amaciada	Tempo (s)	Fração amaciada
300	0,008	10	0,038	10	0,377
900	0,038	100	0,046	100	0,523
10800	0,315	900	0,746	300	0,962
14400	0,531	3600	0,892	900	1,000
86400	0,923	14400	1,000	1800	1,000

Tabela 5.4 - Fração amaciada das amostras 430-R

650°C		700°C		750°C	
Tempo (s)	Fração amaciada	Tempo (s)	Fração amaciada	Tempo (s)	Fração amaciada
300	0,008	10	0,116	10	0,256
900	0,023	100	0,140	100	0,550
10800	0,264	900	0,341	300	0,612
14400	0,504	3600	0,946	900	0,992
86400	0,946	14400	1,000	1800	1,000

A partir destes dados é possível obter, portanto, as curvas sigmóides referentes à evolução do processo de recristalização com o tempo de recozimento (Fig. 5.13 e 5.14).

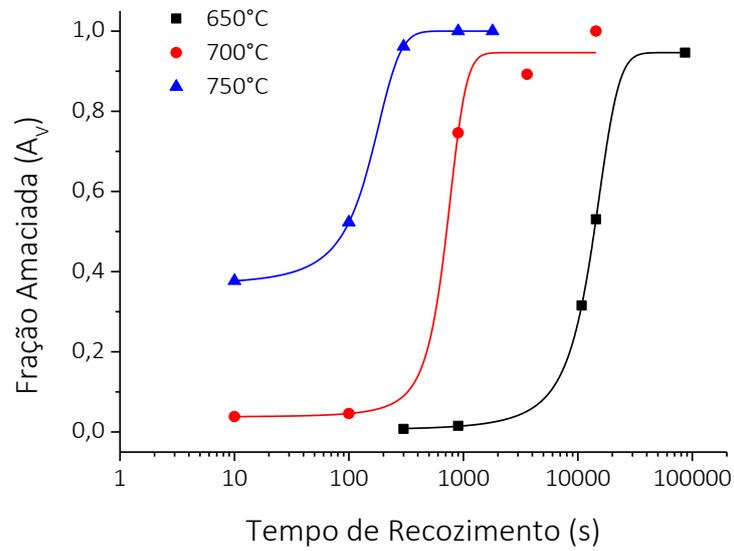


Figura 5.13 - Fração amaciada das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C.

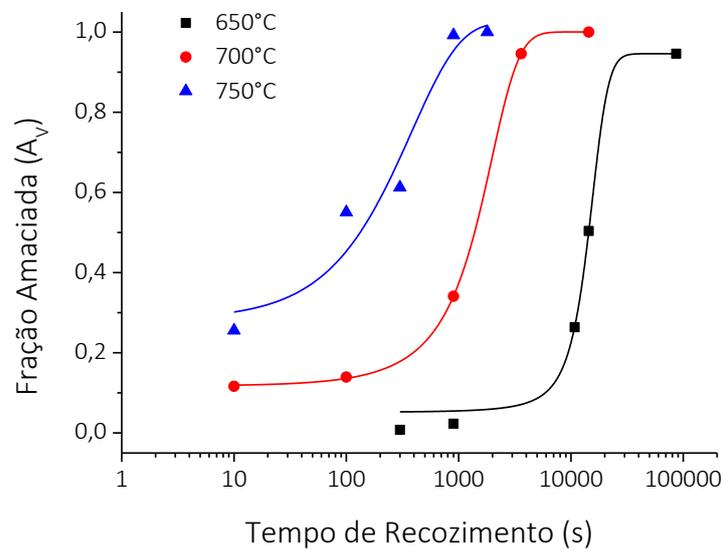


Figura 5.14 - Fração amaciada das amostras 430-R em função do tempo de recozimento para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C.

Metalografia Quantitativa

Com o auxílio do método de contagem por pontos determinou-se quantitativamente a fração recristalizada do aço inoxidável ferrítico recozido. Os dados contidos nas tabelas 5.5 e 5.6 foram aferidos em trabalho anterior apresentado ao Programa de Pós-Graduação da UFMG [82]. Para o presente estudo estabeleceu-se uma reavaliação destes resultados, sendo destacados aqueles que sofreram alguma alteração.

Tabela 5.5 - Fração recristalizada das amostras 430-NR via Metalografia Quantitativa

650°C		700°C		750°C	
Tempo (s)	Fração recristalizada	Tempo (s)	Fração recristalizada	Tempo (s)	Fração recristalizada
300	0,000	10	0,030	10	0,280
900	0,040	100	0,050	100	0,540
10800	0,440	900	0,510	300	0,950
14400	0,510	3600	0,650	900	1,000
86400	0,930	14400	0,990	1800	1,000

Adaptado de GONÇALVES, 2015 [82].

Tabela 5.6 - Fração recristalizada das amostras 430-R via Metalografia Quantitativa

650°C		700°C		750°C	
Tempo (s)	Fração recristalizada	Tempo (s)	Fração recristalizada	Tempo (s)	Fração recristalizada
300	0,006	10	0,020	10	0,310
900	0,040	100	0,150	100	0,460
10800	0,370	900	0,290	300	0,530
14400	0,460	3600	0,620	900	0,970
86400	0,950	14400	1,000	1800	1,000

Adaptado de GONÇALVES, 2015 [82].

As figuras 5.15 e 5.16 referem-se à evolução da cinética de recristalização avaliada via metalografia quantitativa, para as três temperaturas de recozimento, indicando um

comportamento característico de processos que envolvem a nucleação e crescimento de grão.

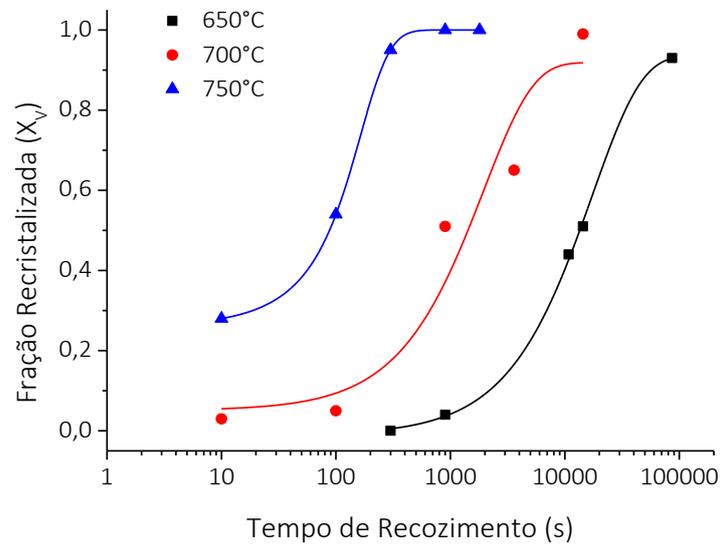


Figura 5.15 - Fração recristalizada das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento via metalografia quantitativa.

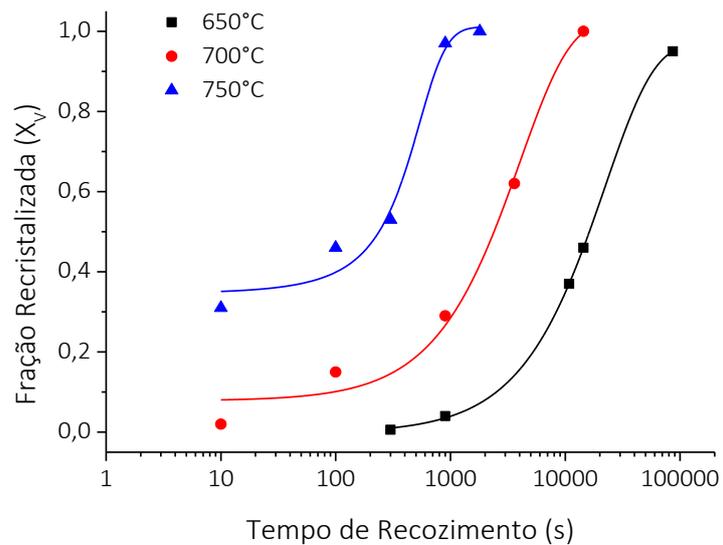


Figura 5.16 - Fração recristalizada das amostras 430-R em função do tempo de recozimento via metalografia quantitativa.

Análise de Imagem Via EBSD

A fração recristalizada obtida através dos mapeamentos EBSD foi avaliada segundo os parâmetros relativos ao espalhamento de orientação dos grãos (GOS) e à desorientação média dos núcleos (KAM) (Tab. 5.7 e 5.8).

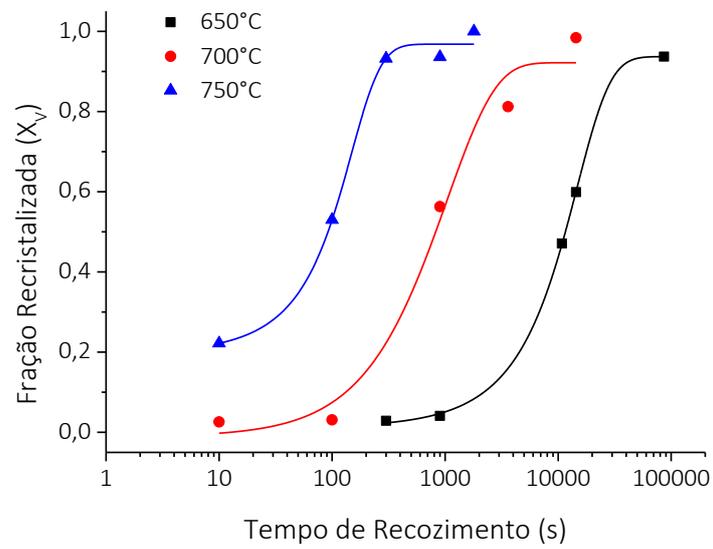
Tabela 5.7 - Fração recristalizada das amostras 430-NR via EBSD

650°C			700°C			750°C		
Tempo	X_v	X_v	Tempo	X_v	X_v	Tempo	X_v	X_v
(s)	(GOS)	(KAM)	(s)	(GOS)	(KAM)	(s)	(GOS)	(KAM)
300	0,021	0,029	10	0,034	0,026	10	0,258	0,222
900	0,031	0,041	100	0,040	0,028	100	0,512	0,530
10800	0,455	0,471	900	0,536	0,563	300	0,928	0,932
14400	0,530	0,599	3600	0,830	0,812	900	0,974	0,936
86400	0,942	0,937	14400	0,989	0,984	1800	1,000	1,000

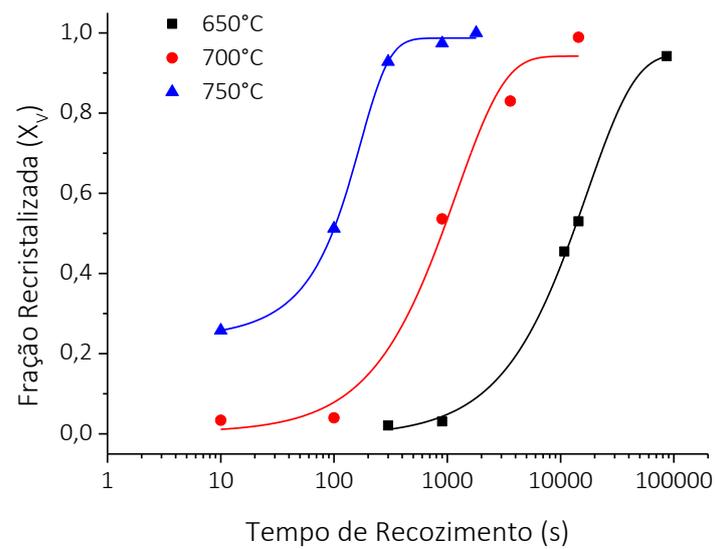
Tabela 5.8 - Fração recristalizada das amostras 430-R via EBSD

650°C			700°C			750°C		
Tempo	X_v	X_v	Tempo	X_v	X_v	Tempo	X_v	X_v
(s)	(GOS)	(KAM)	(s)	(GOS)	(KAM)	(s)	(GOS)	(KAM)
300	0,007	0,009	10	0,074	0,077	10	0,321	0,313
900	0,083	0,081	100	0,140	0,157	100	0,390	0,408
10800	0,418	0,366	900	0,315	0,353	300	0,505	0,579
14400	0,423	0,402	3600	0,915	0,923	900	0,942	0,920
86400	0,952	0,944	14400	1,000	1,000	1800	1,000	1,000

Analogamente aos métodos de medição de microdureza e metalografia quantitativa, foram estabelecidas as curvas da fração recristalizada em relação ao tempo de recozimento para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C (Fig. 5.17 e 5.18).

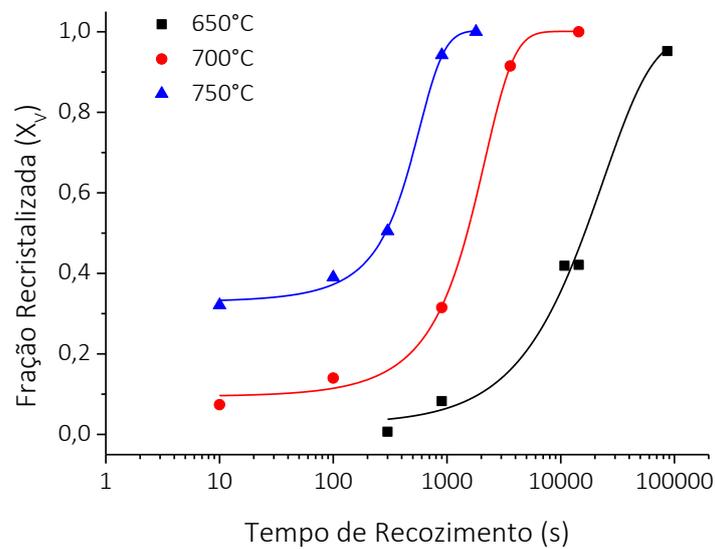


(a)

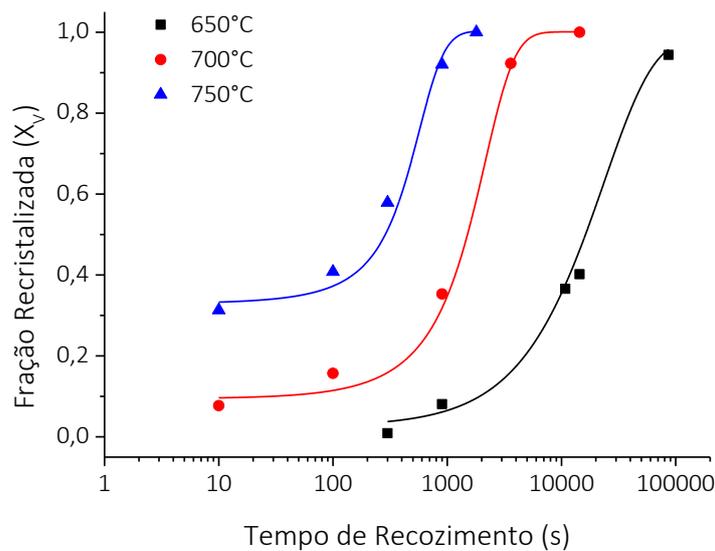


(b)

Figura 5.17 - Fração recristalizada das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento obtida através dos parâmetros GOS (a) e KAM (b).



(a)



(b)

Figura 5.18 - Fração recristalizada das amostras 430-R em função do tempo de recozimento obtida através dos parâmetros GOS (a) e KAM (b).

A seguir são apresentados os mapas GOS e KAM obtidos a partir do software OIMTM, nos quais as cores vermelha, verde e azul referem-se aos grãos deformados, parcialmente recristalizados e completamente recristalizados, respectivamente (Fig. 5.19 a 5.22).

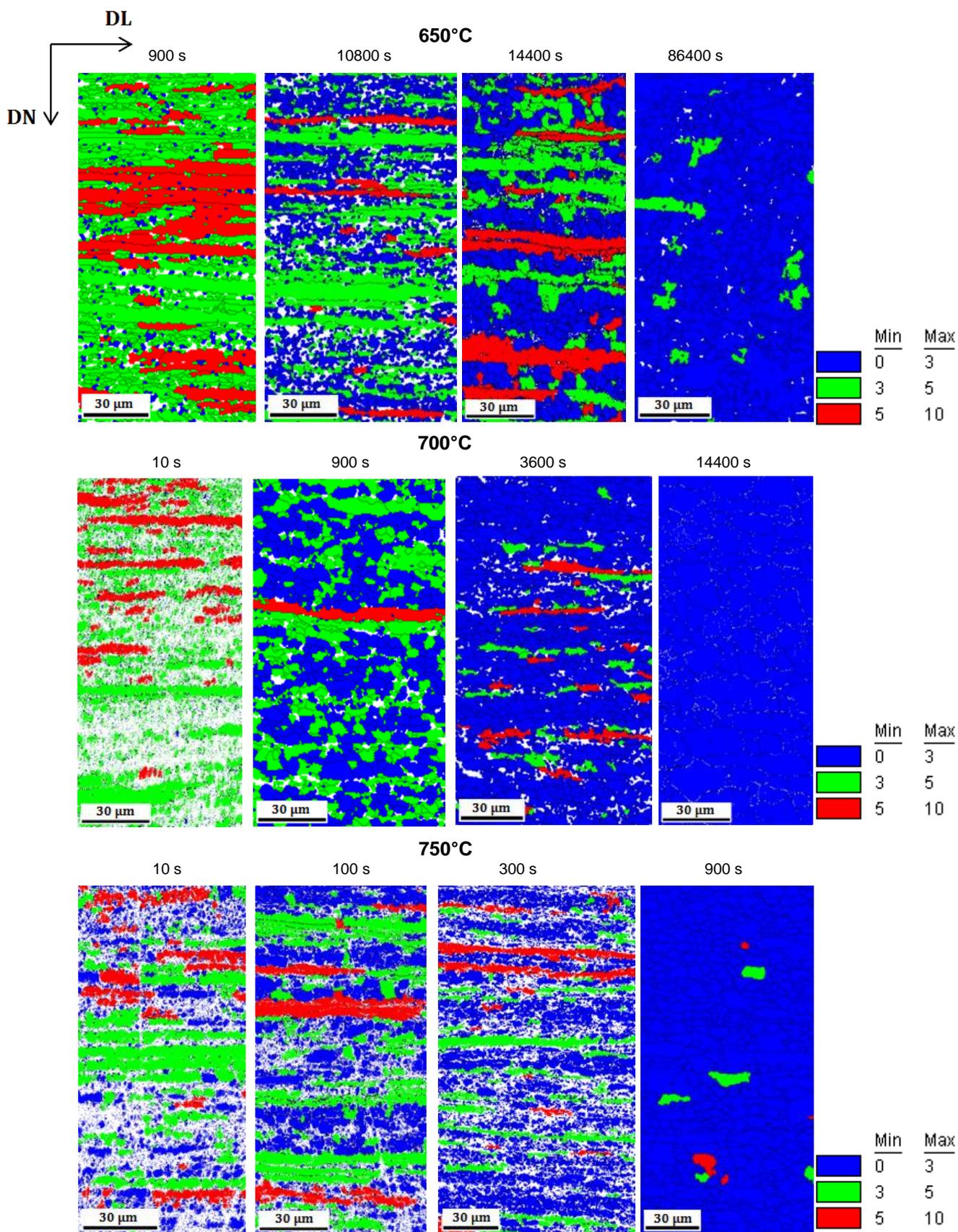


Figura 5.19 - Mapas GOS das amostras 430-NR.

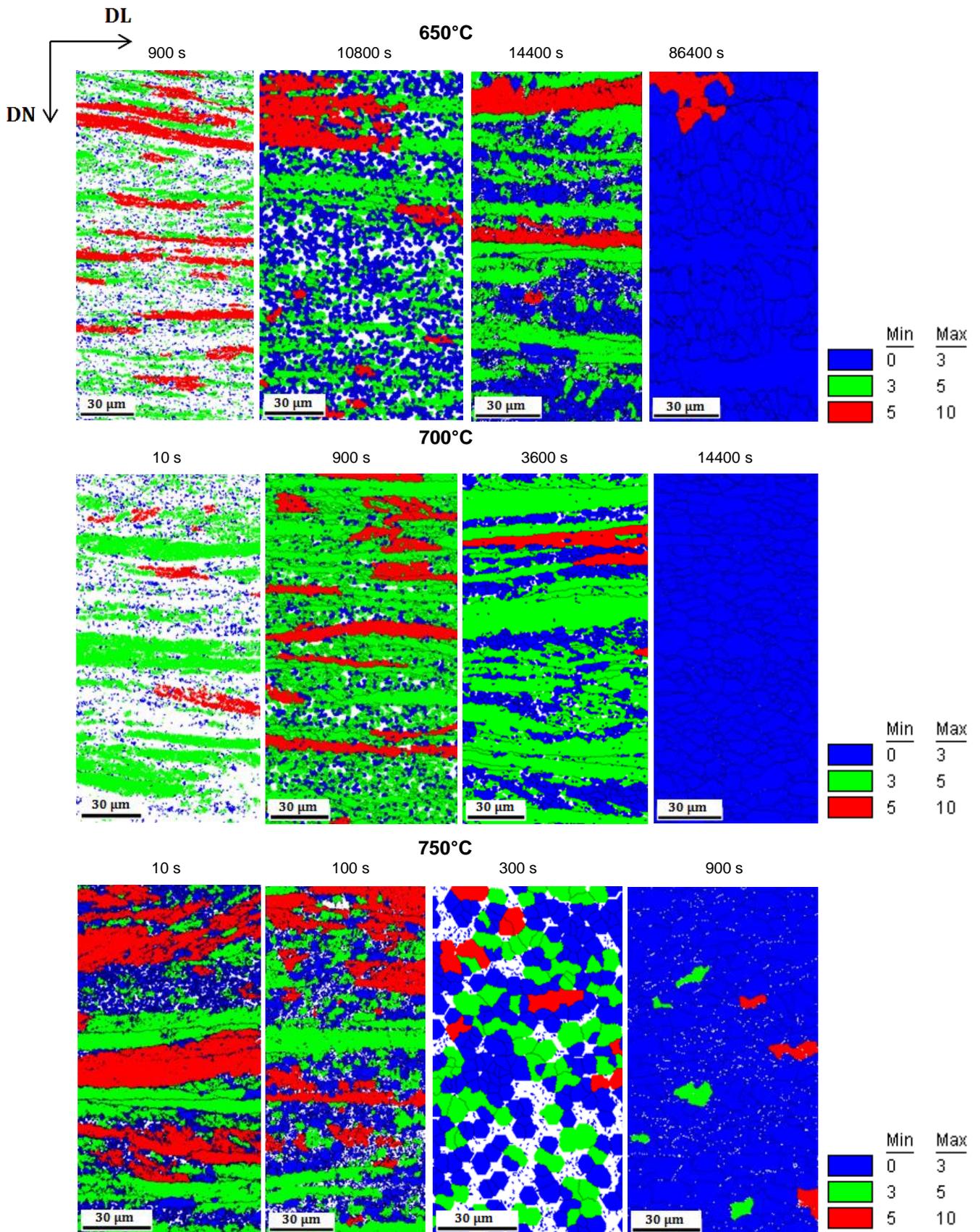


Figura 5.20 - Mapas GOS das amostras 430-R.

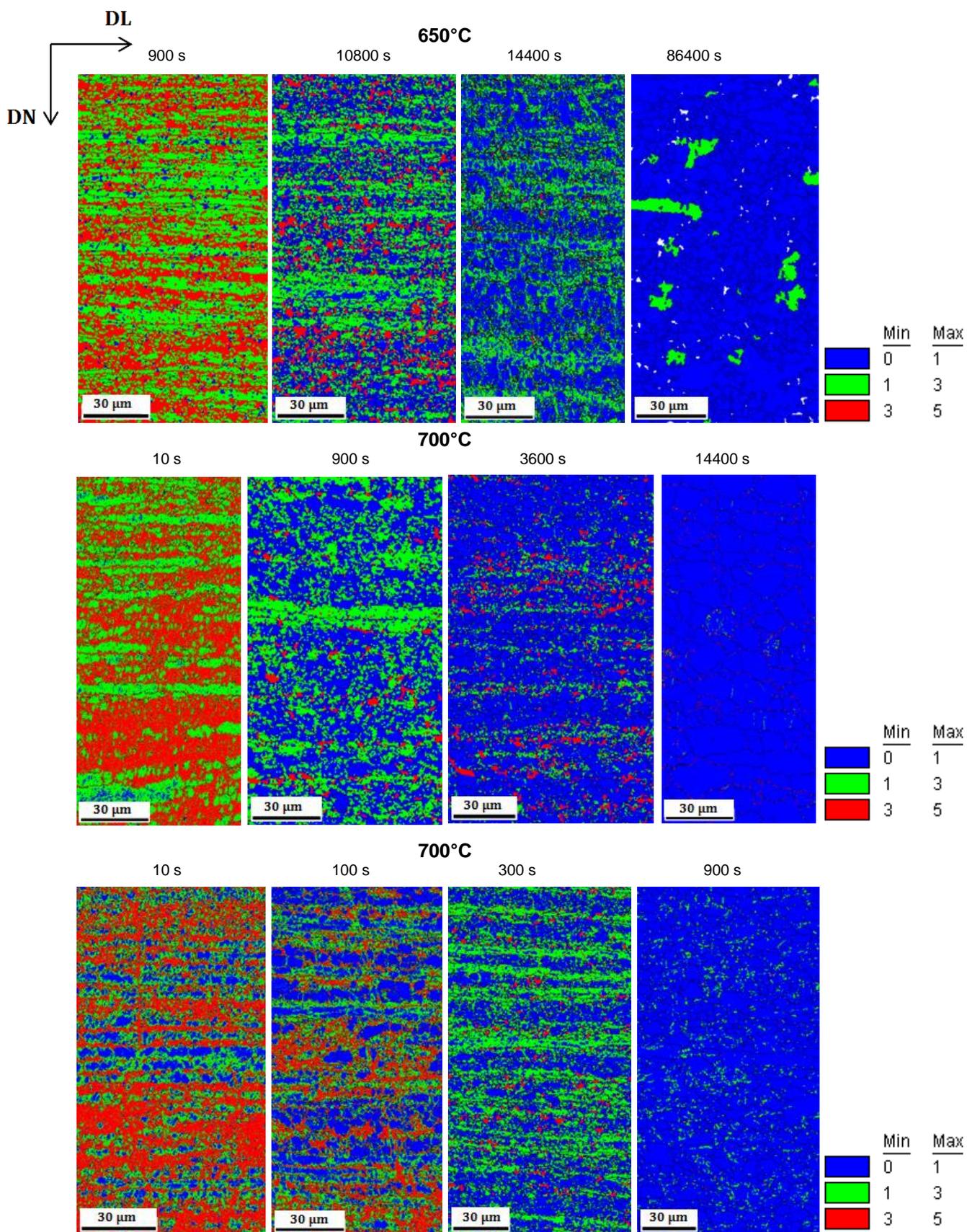


Figura 5.21 - Mapas KAM das amostras 430-NR.

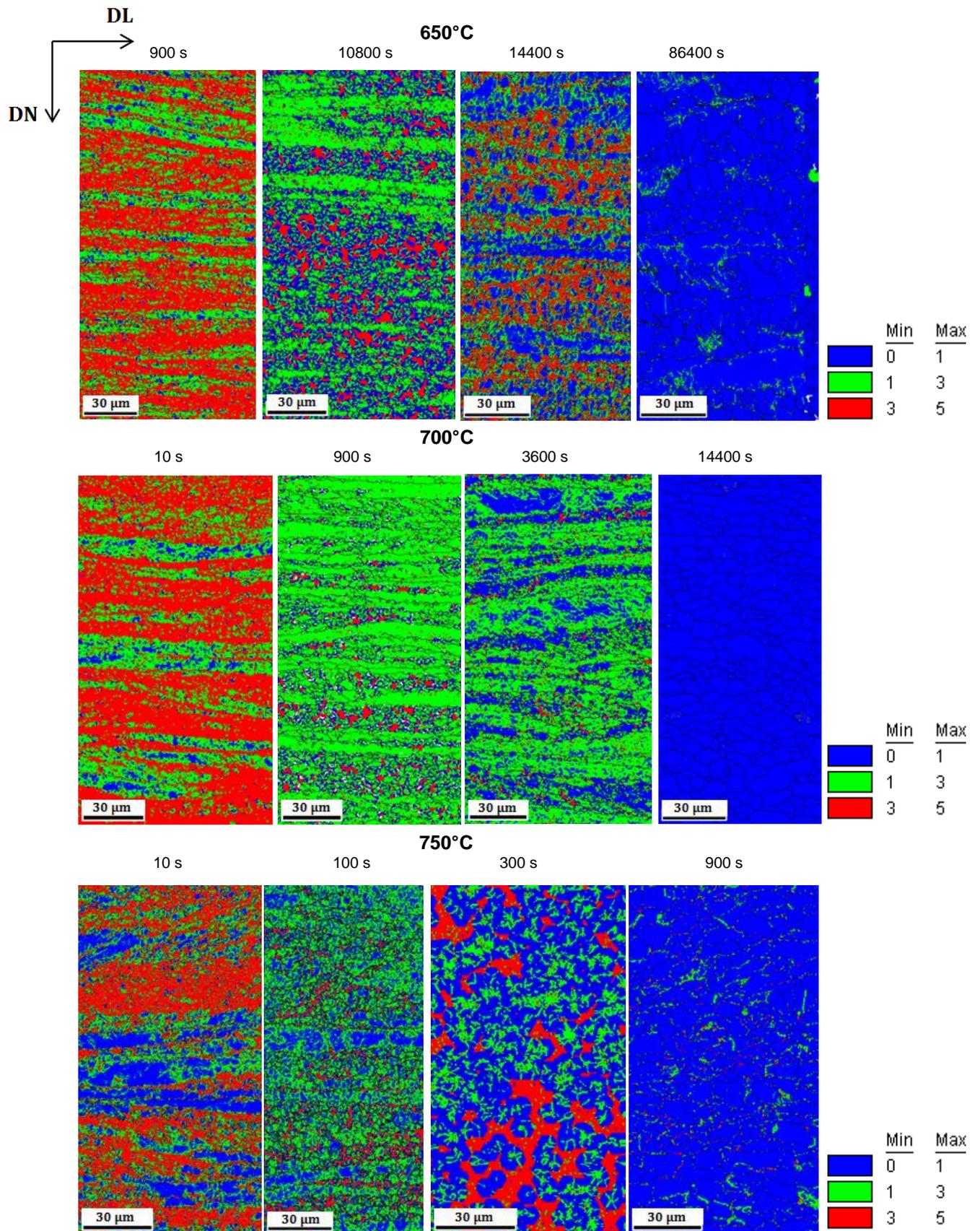


Figura 5.22 - Mapas KAM das amostras 430-R.

5.5.2 Tamanho Médio do Grão Recristalizado

As tabelas 5.9 e 5.10 apresentam os resultados relativos ao tamanho médio dos grãos recristalizados, sendo tal comportamento dimensional plotado nas figuras 5.23 e 5.24 em função do tempo de recozimento.

O diâmetro médio dos grãos recristalizados apresentou valores superiores para as amostras 430-NR em relação às amostras 430-R, para uma mesma condição de recozimento, indicando que a etapa de recozimento após a laminação a quente exerce influência direta na evolução dimensional dos grãos.

Tabela 5.9 - Tamanho de grão recristalizado médio das amostras 430-NR

650°C		700°C		750°C	
Tempo (s)	Tamanho de grão (μm)	Tempo (s)	Tamanho de grão (μm)	Tempo (s)	Tamanho de grão (μm)
300	0,45	10	0,54	10	1,12
900	1,09	100	1,37	100	2,33
10800	1,95	900	3,33	300	5,91
14400	2,05	3600	4,02	900	6,67
86400	2,55	14400	6,29	1800	9,86

Tabela 5.10 - Tamanho de grão recristalizado médio das amostras 430-R

650°C		700°C		750°C	
Tempo (s)	Tamanho de grão (μm)	Tempo (s)	Tamanho de grão (μm)	Tempo (s)	Tamanho de grão (μm)
300	0,26	10	1,04	10	2,28
900	0,62	100	1,06	100	2,98
10800	1,99	900	2,31	300	3,06
14400	2,07	3600	4,72	900	5,73
86400	2,93	14400	6,13	1800	8,63

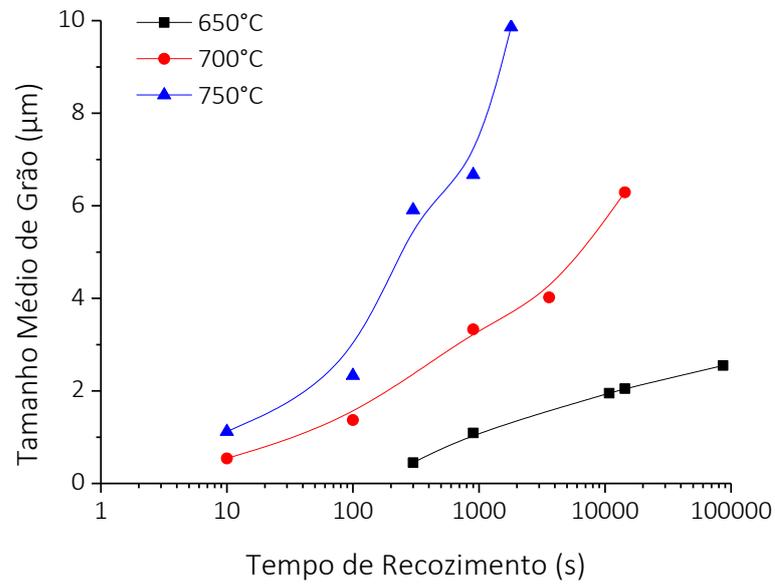


Figura 5.23 - Tamanho médio do grão recristalizado das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento.

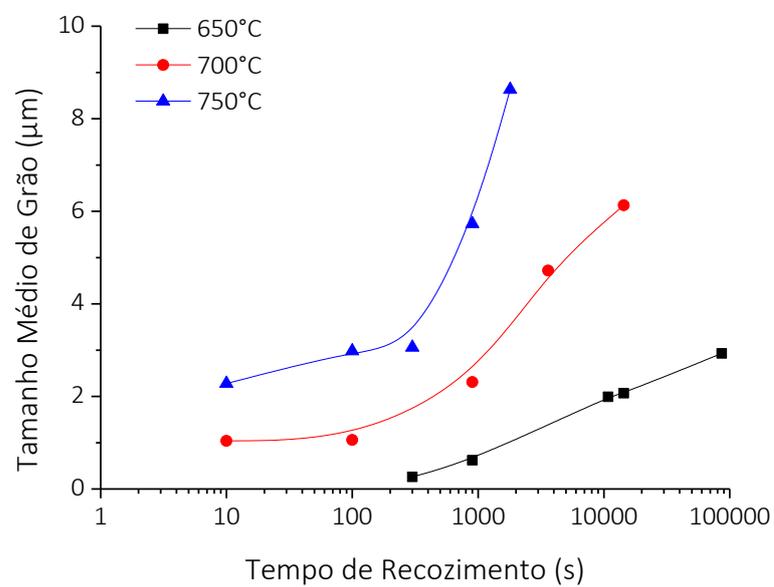


Figura 5.24 - Tamanho médio do grão recristalizado das amostras 430-R em função do tempo de recozimento.

5.5.3 Modelo JMAK e MPM

Os gráficos logarítmicos referentes à linearização dos valores de X_V em função do tempo de recozimento para as amostras 430-NR e 430-R são apresentados nas figuras 5.25 e 5.26, respectivamente.

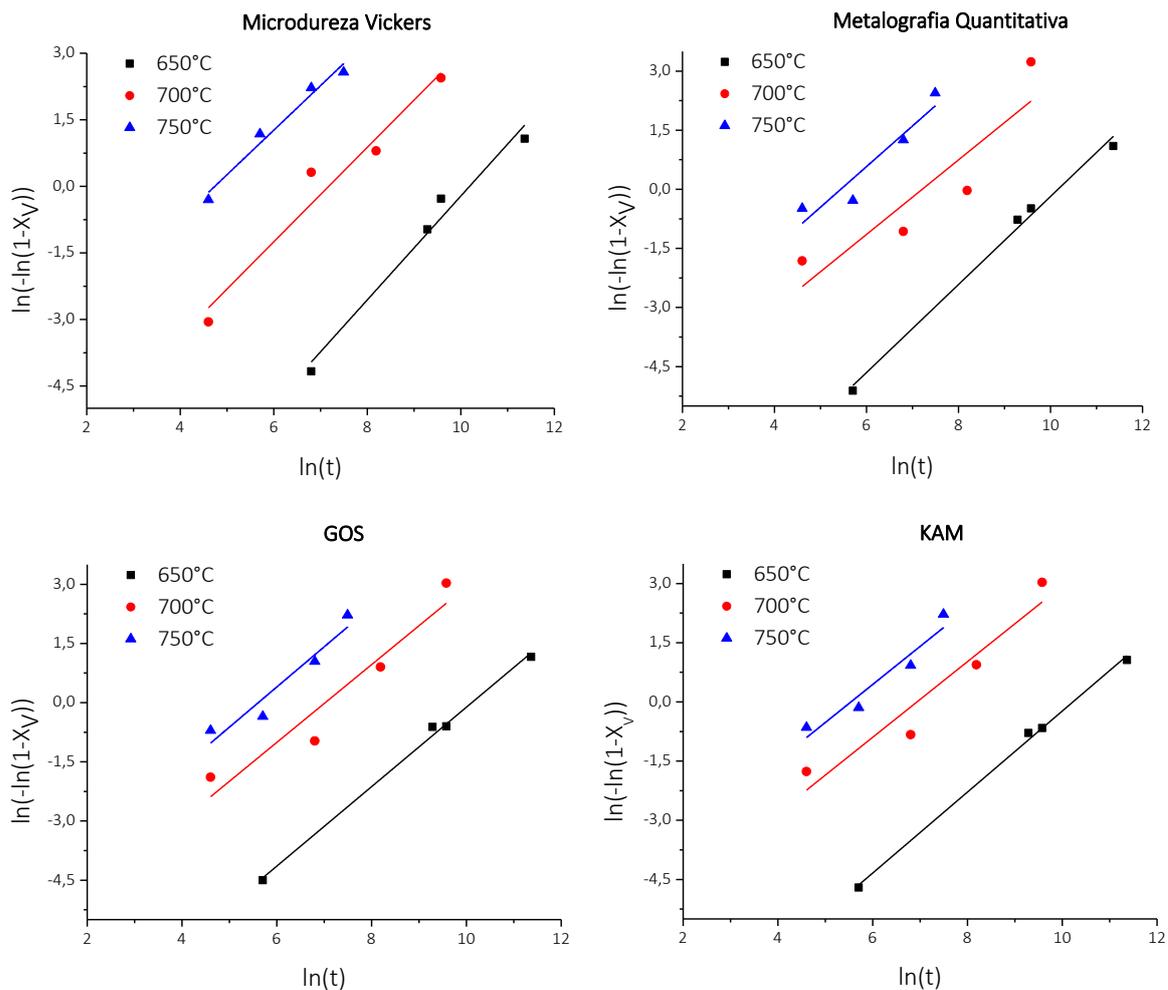


Figura 5.25 - Gráfico JMAK das amostras 430-NR

Para fins de comparação, os valores do expoente de Avrami e do parâmetro k foram obtidos por meio da equação 3.3 de acordo com a fração recristalizada aferida por meio da medição da microdureza Vickers (MV), da metalografia quantitativa (MQ) e dos parâmetros GOS e KAM (Tab. 5.11 e 5.12).

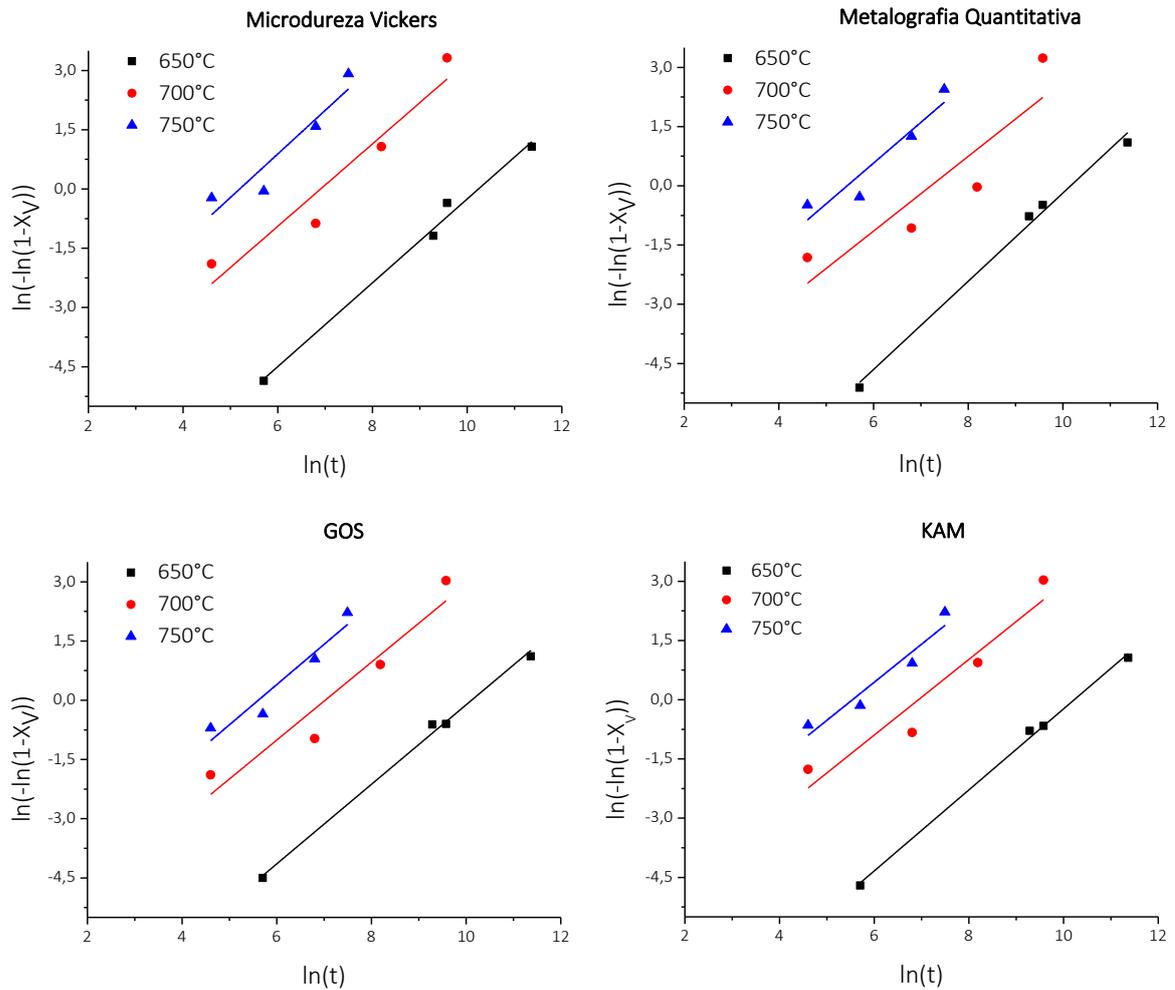


Figura 5.26 - Gráfico JMAK das amostras 430-R

Tabela 5.11 - Expoente de Avrami, n, e parâmetro k das amostras 430-NR

	650°C				700°C				750°C			
	MV	MQ	GOS	KAM	MV	MQ	GOS	KAM	MV	MQ	GOS	KAM
n	0,928	0,926	1,002	0,935	1,027	0,935	0,941	0,992	1,004	1,054	1,036	1,009
k	$7,6 \times 10^{-5}$	$8,7 \times 10^{-5}$	$4,2 \times 10^{-5}$	$8,8 \times 10^{-5}$	8×10^{-4}	$7,8 \times 10^{-4}$	$7,4 \times 10^{-4}$	$5,5 \times 10^{-4}$	$8,6 \times 10^{-3}$	$6,6 \times 10^{-3}$	$5,9 \times 10^{-3}$	$6,8 \times 10^{-3}$

Tabela 5.12 - Expoente de Avrami, n , e parâmetro k das amostras 430-R

	650°C				700°C				750°C			
	MV	MQ	GOS	KAM	MV	MQ	GOS	KAM	MV	MQ	GOS	KAM
n	1,061	1,117	1,088	1,049	1,043	0,947	0,986	0,959	1,102	1,032	1,019	0,964
k	$1,9 \times 10^{-5}$	$1,2 \times 10^{-5}$	$1,6 \times 10^{-5}$	$2,2 \times 10^{-5}$	$7,5 \times 10^{-4}$	$1,1 \times 10^{-3}$	$9,8 \times 10^{-4}$	$1,3 \times 10^{-3}$	$3,3 \times 10^{-3}$	$3,6 \times 10^{-3}$	$3,3 \times 10^{-3}$	$4,8 \times 10^{-3}$

Com o intuito de complementar o estudo da cinética de recristalização determinou-se o parâmetro S_{VEX} , a partir dos valores de S_V e X_V , para cada tempo de recozimento (Eq. 3.7 e 3.9). As figuras 5.27 e 5.28 correspondem à linearização dos dados realizada através da equação 3.9, de modo que o coeficiente angular e a interseção da reta equivalem aos parâmetros m e C , respectivamente (Tab. 5.13 e 5.14).

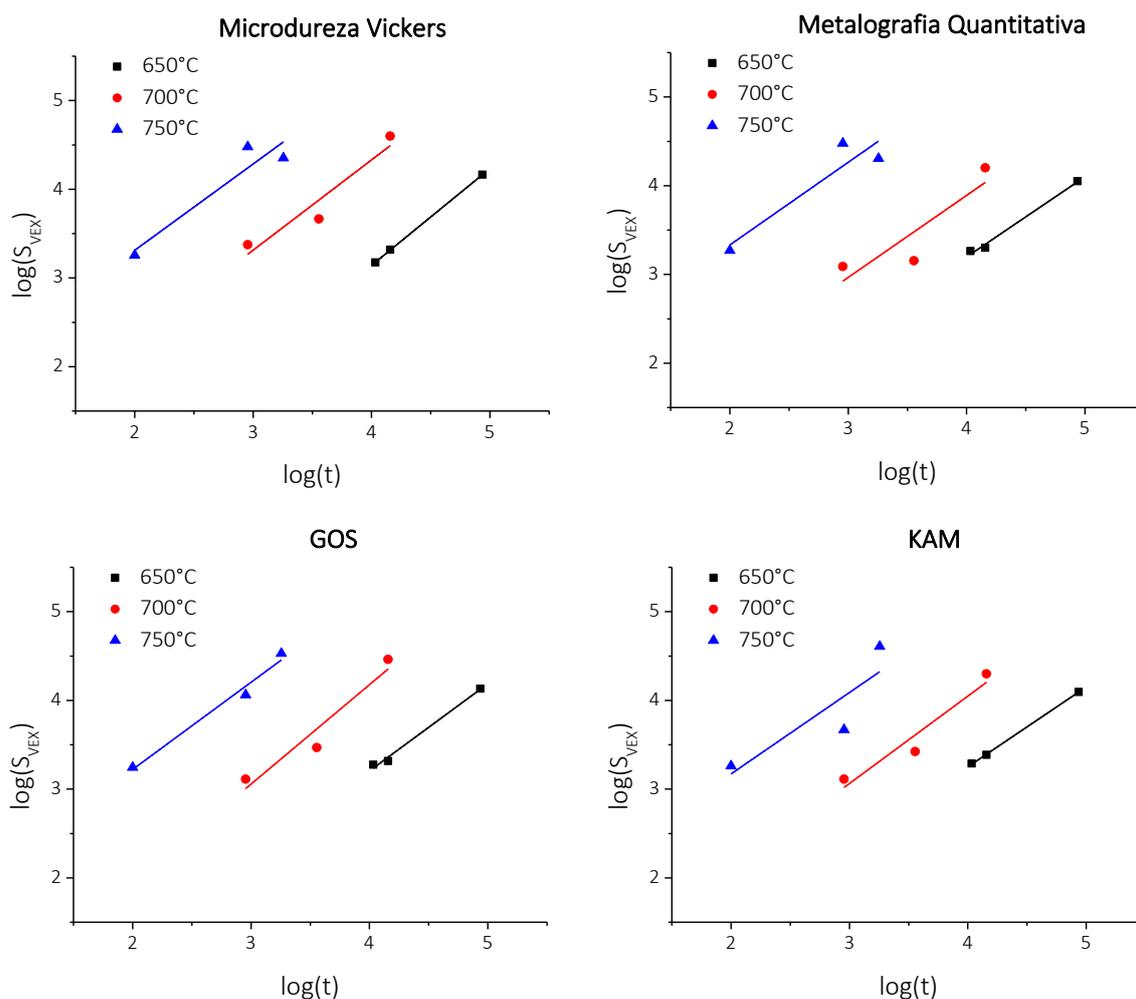


Figura 5.27 - Área interfacial estendida em função do tempo para as amostras 430-NR

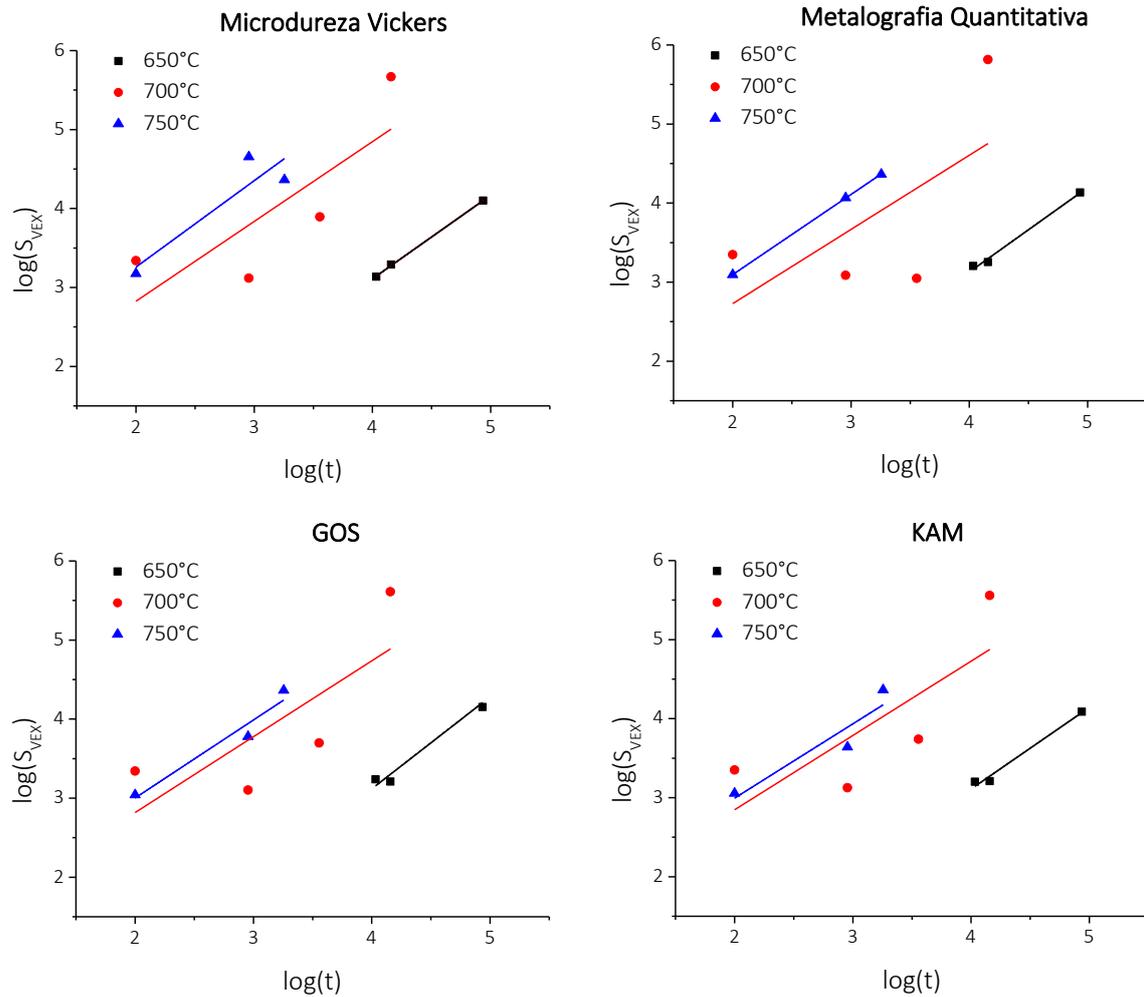


Figura 5.28 - Área interfacial estendida em função do tempo para as amostras 430-R

Tabela 5.13 - Parâmetros m e C das amostras 430-NR

	650°C				700°C				750°C			
	MV	MQ	GOS	KAM	MV	MQ	GOS	KAM	MV	MQ	GOS	KAM
m	0,910	0,904	0,983	0,900	1,018	0,924	0,940	0,943	1,004	1,053	1,030	0,976
C	0,424	0,381	0,188	0,447	7,822	8,562	8,132	9,745	19,920	15,014	14,216	16,204

Tabela 5.14 - Parâmetros m e C das amostras 430-R

	650°C				700°C				750°C			
	MV	MQ	GOS	KAM	MV	MQ	GOS	KAM	MV	MQ	GOS	KAM
m	1,059	1,068	1,085	1,005	1,011	0,939	0,960	0,952	1,094	1,014	0,986	0,940
C	0,075	0,072	0,061	0,124	6,366	7,093	7,916	8,647	11,734	11,696	10,699	13,018

Energia de Ativação para a Recristalização

As teorias modernas acerca da cinética de recristalização indicam que a energia de ativação correspondente não se mantém constante ao longo de todo o processo de renovação da microestrutura do material [2]. Visto isso, considera-se Q_R como uma constante empírica, podendo esta ser avaliada quantitativamente através da equação 3.4 (Tab. 5.15). Os valores médios relativos à energia de ativação das séries 430-NR e 430-R foram $359,2 \text{ kJ.mol}^{-1}$ e $428,1 \text{ kJ.mol}^{-1}$, respectivamente.

Tabela 5.15 - Energia de ativação para a recristalização (kJmol^{-1})

	MV	MQ	GOS	KAM
430-NR	369,89	339,43	388,20	339,12
430-R	405,63	454,90	425,76	426,24

Nucleação e Crescimento de Grão

A partir dos parâmetros da cinética de recristalização previamente definidos pode-se, portanto, determinar as taxas de nucleação e crescimento em função do tempo de recozimento.

Visto que, os dados obtidos, a partir das técnicas de microdureza Vickers e metalografia quantitativa e da análise de imagem via EBSD, exibiram semelhança significativa, optou-se por apresentar as variáveis \dot{N} e \dot{G} em relação apenas ao parâmetro KAM avaliado (Fig. 5.29 a 5.32).

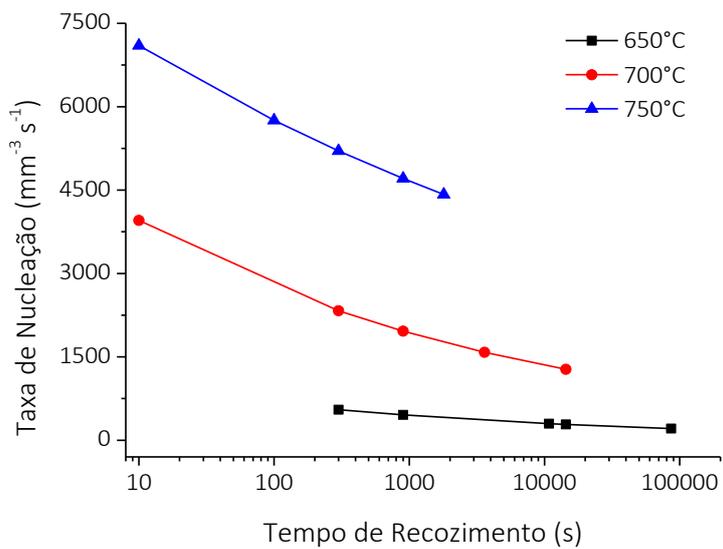


Figura 5.29 - Taxa de nucleação das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento.

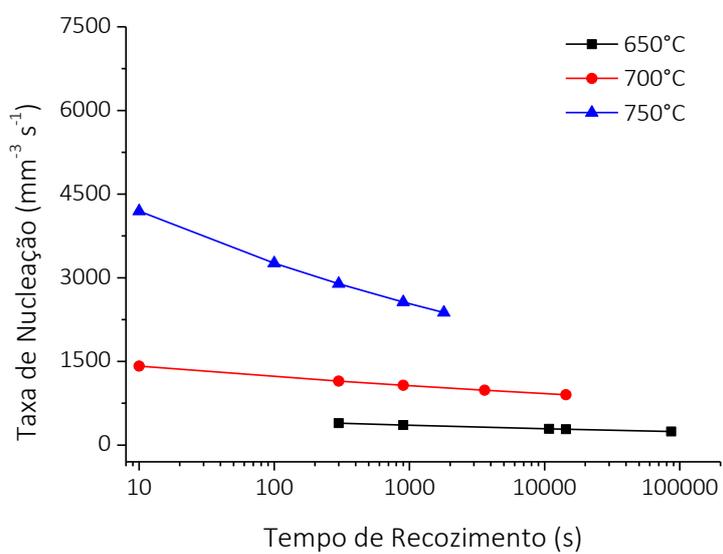


Figura 5.30 - Taxa de nucleação das amostras 430-R em função do tempo de recozimento.

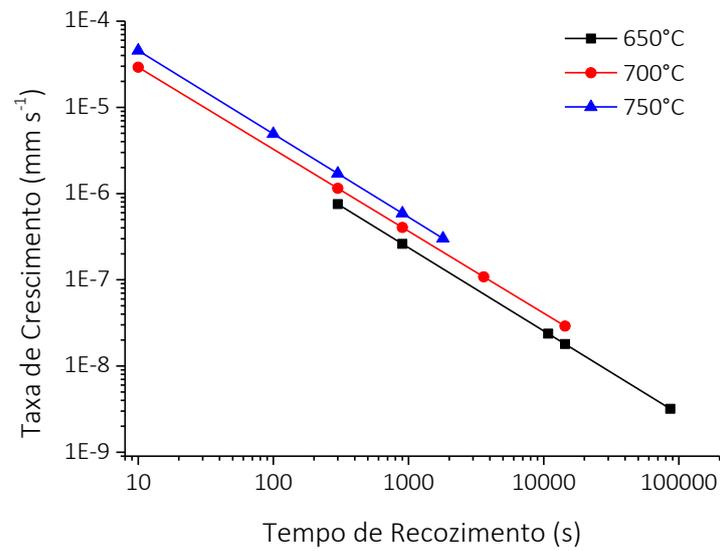


Figura 5.31 - Taxa de crescimento das amostras 430-NR em função do tempo de recozimento.

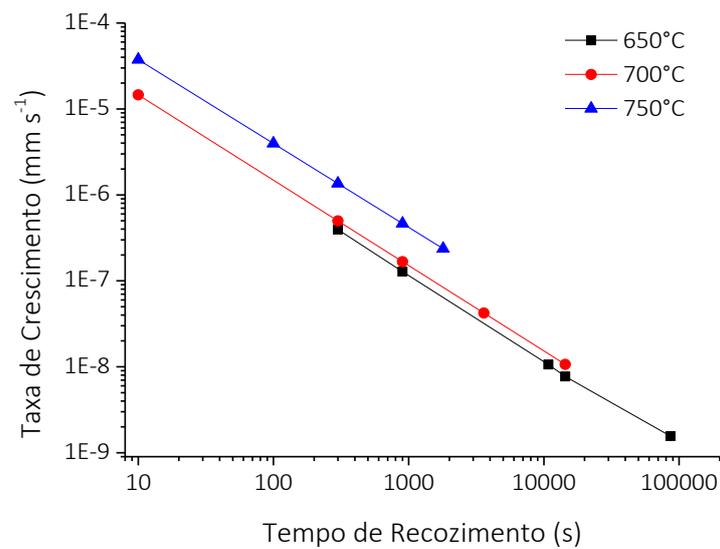


Figura 5.32 - Taxa de crescimento das amostras 430-R em função do tempo de recozimento.

As figuras 5.33 e 5.34 apresentam a taxa de nucleação para cada temperatura (linha sólida) em relação á taxa de nucleação real (linha tracejada) calculada através da equação 3.15.

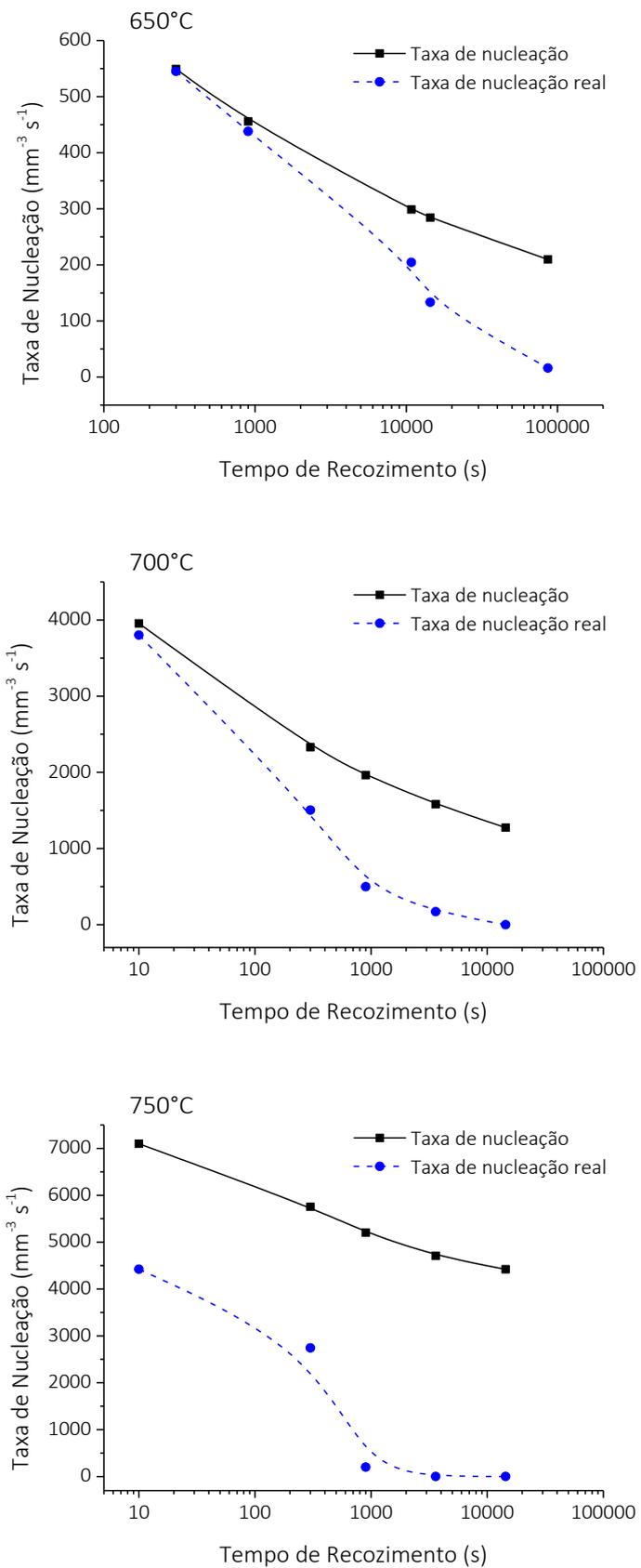


Figura 5.33 - Taxa de nucleação das amostras 430-NR em relação à taxa de nucleação real.

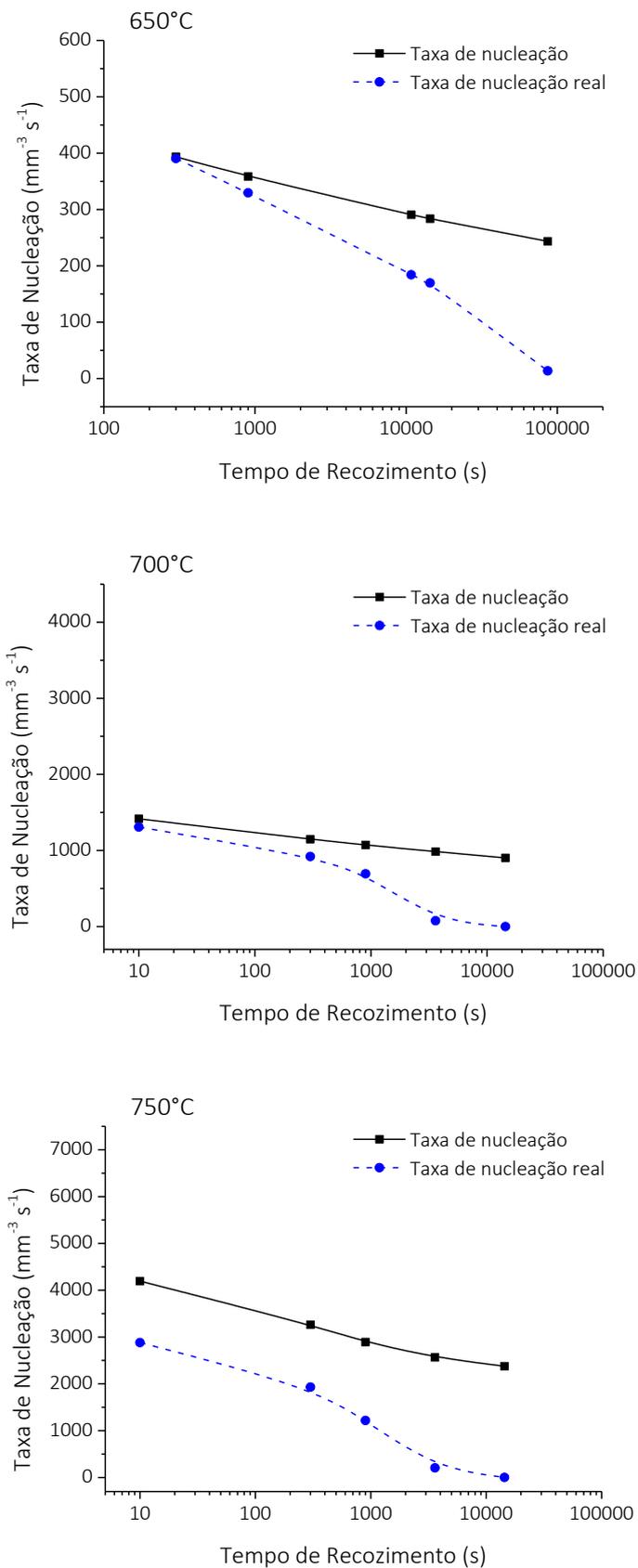


Figura 5.34 - Taxa de nucleação das amostras 430-R em relação à taxa de nucleação real.

Uma vez que os parâmetros associados à cinética de recristalização do aço inoxidável ferrítico AISI 430E foram determinados pode-se definir, portanto, as variáveis δ e r (Eq. 3.14 e 3.15), a fim de presumir as condições através das quais ocorreu a recristalização dos grãos. Além disso, pretende-se verificar se há uma dependência da taxa de nucleação em relação ao tempo de recozimento ou se a formação dos núcleos de recristalização ocorreu mediante a saturação dos sítios preferenciais de nucleação (Tab. 5.16 e 5.17).

Tabela 5.16 - Parâmetros δ e r das amostras 430-NR

	650°C				700°C				750°C			
	MV	MQ	GOS	KAM	MV	MQ	GOS	KAM	MV	MQ	GOS	KAM
δ	0,873	0,860	0,946	0,900	0,999	0,902	0,939	0,844	1,003	1,052	1,018	0,909
r	0,019	0,022	0,019	0,035	0,009	0,011	0,001	0,049	0,000	0,001	0,006	0,033

Tabela 5.17 - Parâmetros δ e r das amostras 430-R

	650°C				700°C				750°C			
	MV	MQ	GOS	KAM	MV	MQ	GOS	KAM	MV	MQ	GOS	KAM
δ	1,054	0,970	1,078	0,915	0,946	0,923	0,907	0,938	1,079	0,977	0,922	0,891
r	0,002	0,049	0,004	0,045	0,032	0,008	0,026	0,007	0,008	0,018	0,032	0,025

Esta abordagem finaliza, portanto, o estudo da cinética de recristalização do aço inoxidável ferrítico estabilizado com nióbio, através da qual serão discutidos, em seção posterior, os fatores influentes nos processos de nucleação e crescimento, bem como nas variáveis relativas ao modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov e ao Método do Caminho Microestrutural.

5.6 Avaliação da Textura Cristalográfica via EBSD

A avaliação da textura cristalográfica foi realizada no centro das amostras com uma área de análise de 180x90 μm , uma vez que se pretende analisar a densidade e a distribuição das orientações dos grãos ferríticos em relação à seção longitudinal de laminação.

As componentes da microtextura avaliadas a partir das ODF correspondem à seção $\varphi_2=45^\circ$.

5.6.1 Amostras em condição de fornecimento

Conforme a subdivisão das amostras em relação à condição de fornecimento avaliou-se a influência do processo de recozimento seguinte à laminação a quente.

A figura 5.35 representa os mapas de qualidade de imagem das amostras 430-NR e 430-R.

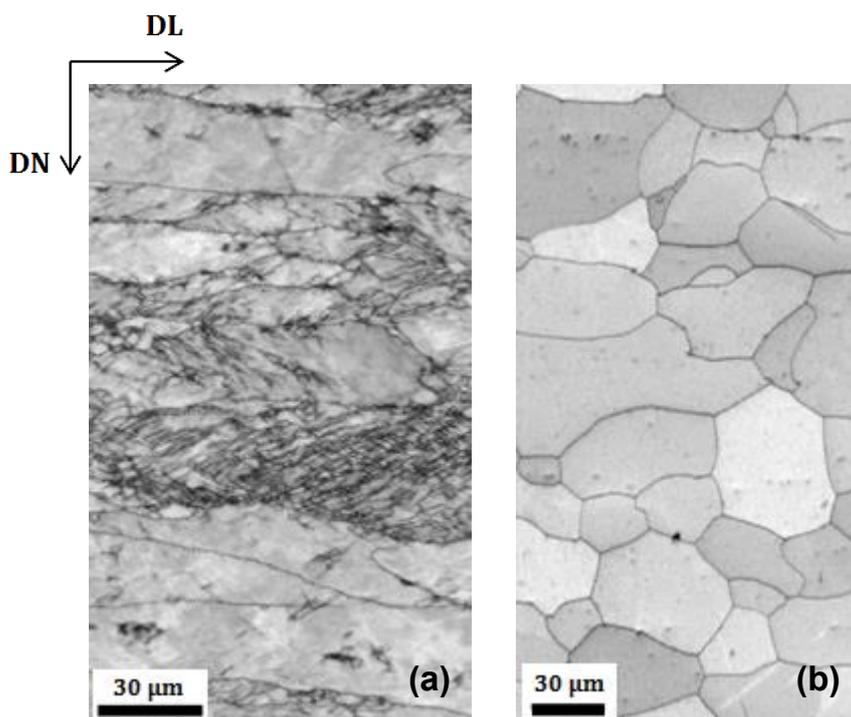


Figura 5.35 - IQ das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) em condição de fornecimento.

A partir dos mapas IQ obtidos avaliou-se as principais direções cristalográficas presentes no material fornecido por meio das figuras de polo inversas (Fig. 5.36).

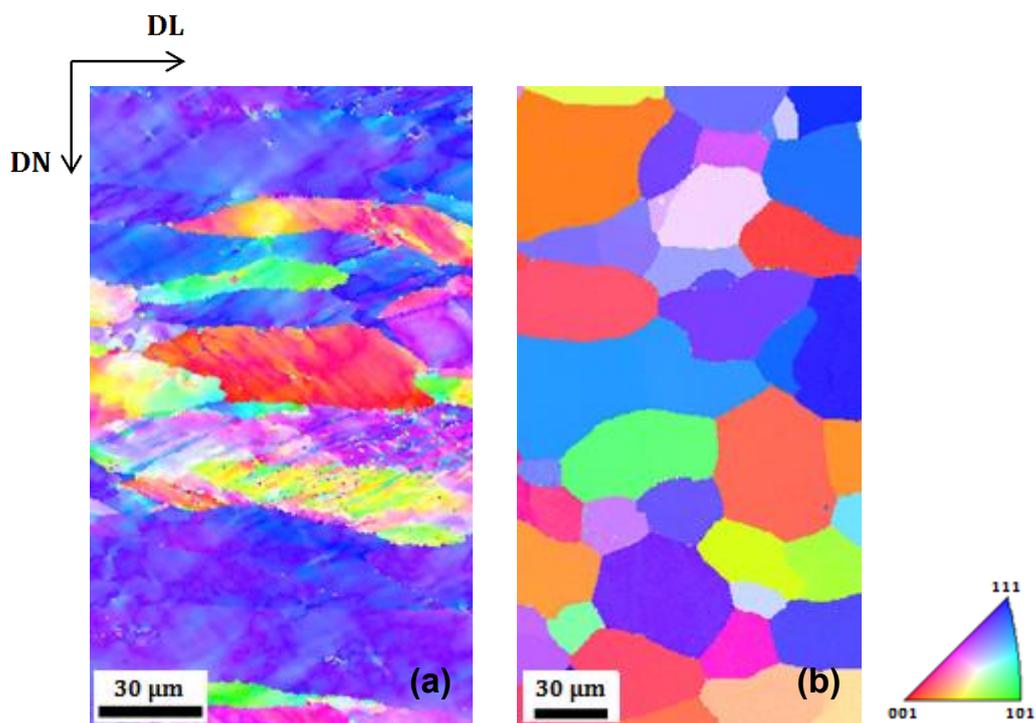


Figura 5.36 - IPF das amostras 430-NR e 430-R em condição de fornecimento.

A figura 5.37 refere-se às ODF das duas séries em condição de fornecimento, através das quais se pretende avaliar o comportamento das principais fibras ao longo de φ_1 e Φ . As principais componentes foram identificadas através de diferentes símbolos.

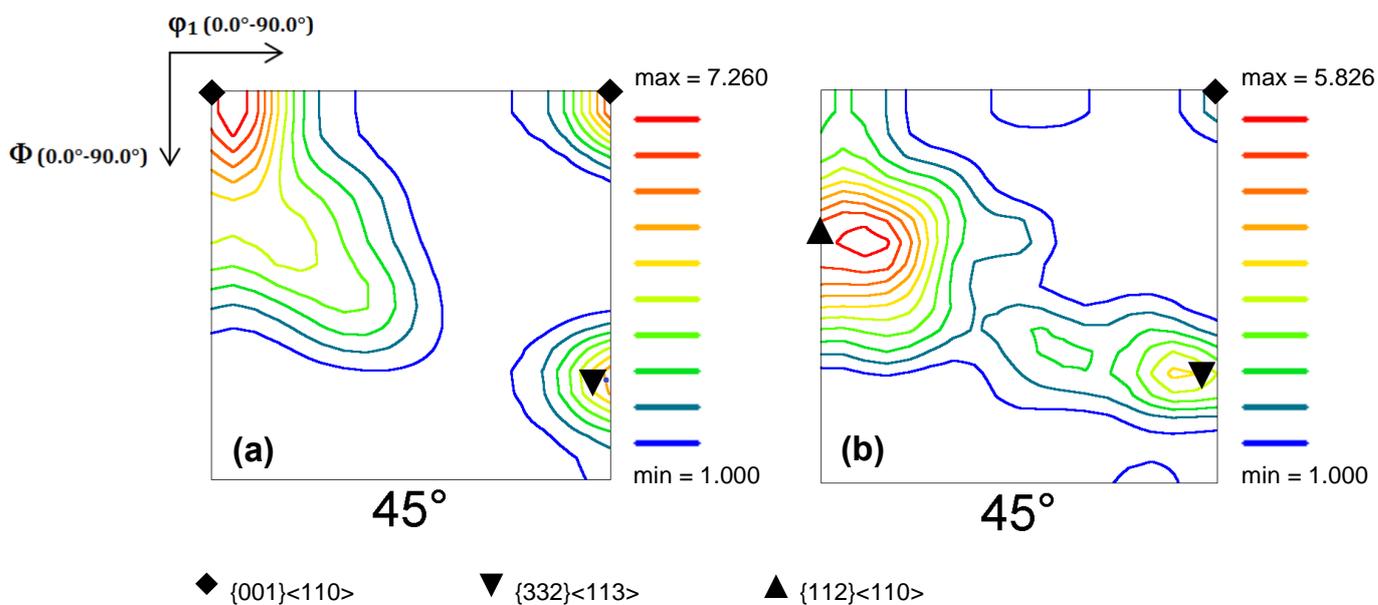


Figura 5.37 - ODF das amostras 430-NR e 430-R em condição de fornecimento.

5.6.2 Amostras laminadas a frio

A microestrutura das amostras laminadas a frio foi avaliada a partir dos mapas IQ e IPF, de modo a investigar as características cristalográficas do aço (Fig. 5.38 e 5.39).

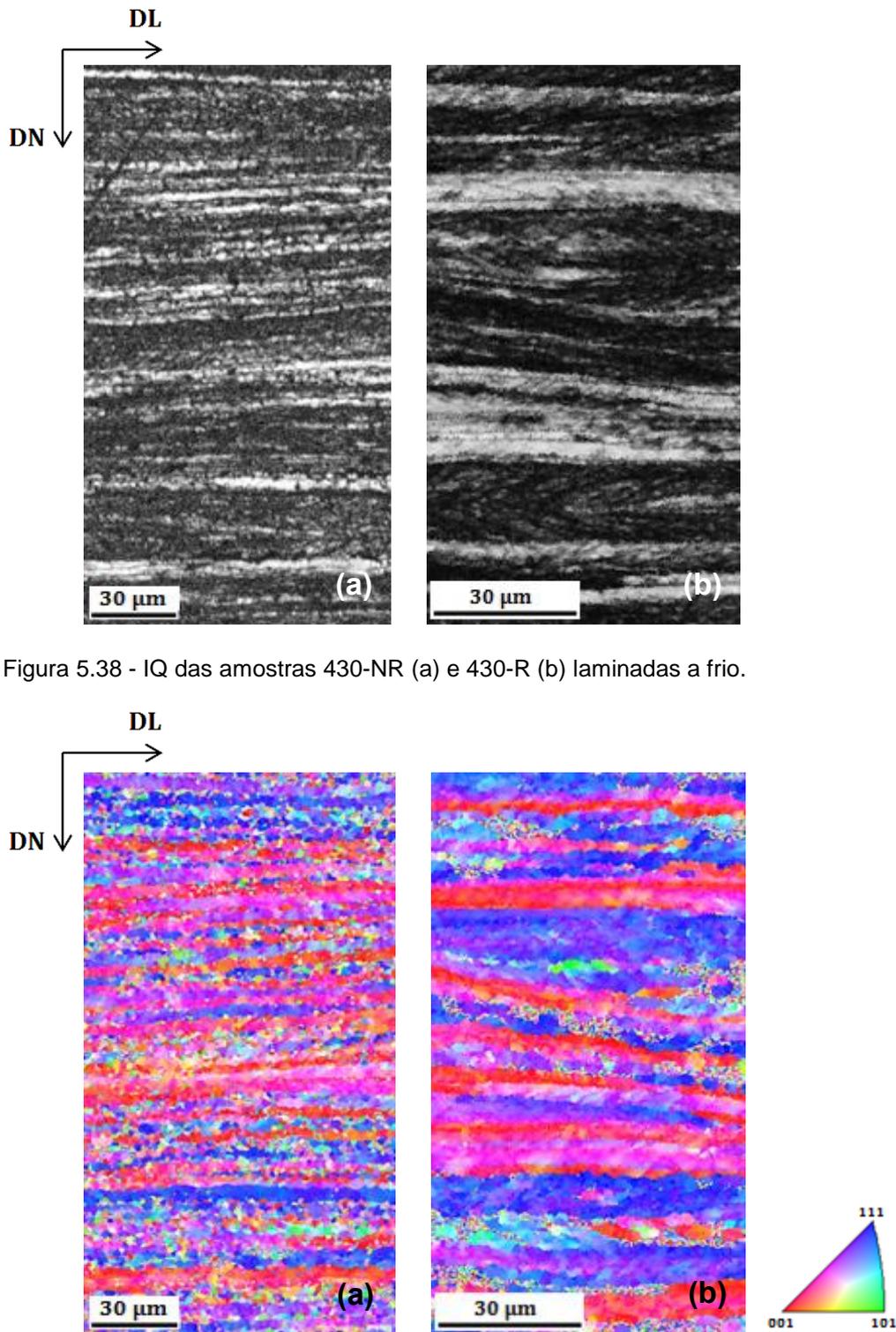


Figura 5.38 - IQ das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) laminadas a frio.

Figura 5.39 - IPF das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) laminadas a frio.

Os mapas de Função de Distribuição de Orientação relativos aos grãos ferríticos avaliados demonstram uma densidade e distribuição de orientação, predominantemente, associada às componentes cubo girado e fibra α para ambas as séries de amostras laminadas a frio (Fig. 5.40).

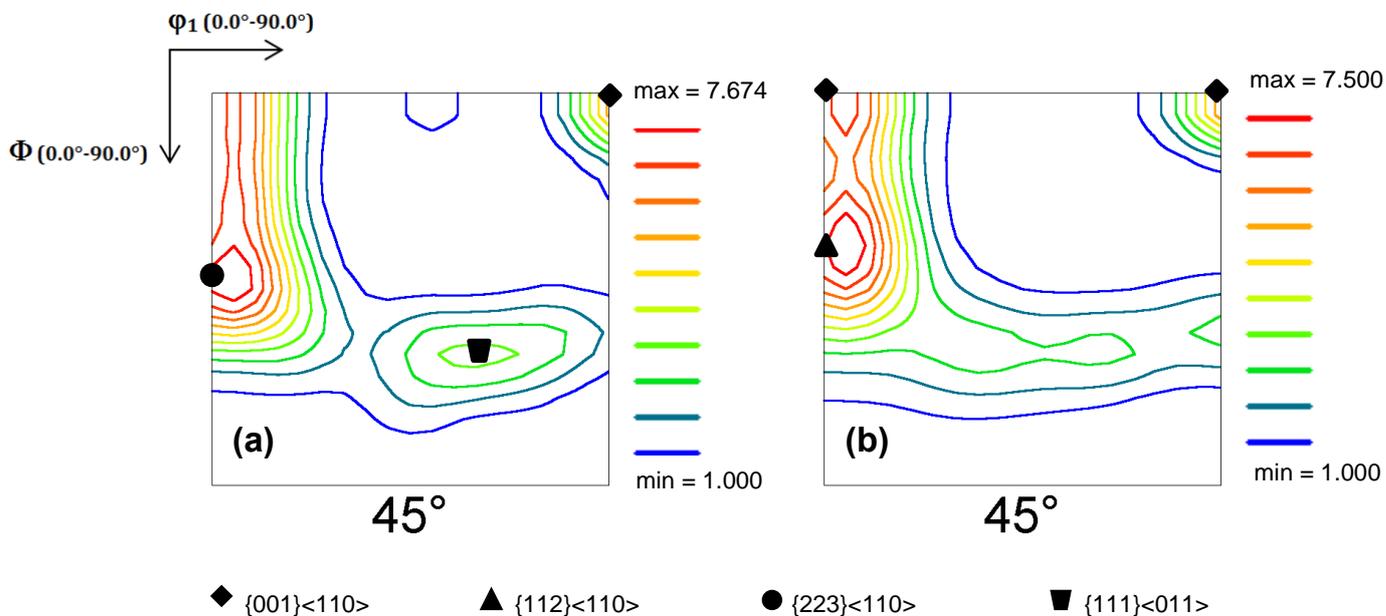


Figura 5.40 - ODF das amostras 430-NR e 430-R laminadas a frio.

5.6.3 Amostras recozidas

A influência da temperatura de recozimento, na evolução da textura cristalográfica das amostras 430-NR e 430-R, foi avaliada através das imagens de qualidade (IQ) para um tempo de encharque de 900 s (Fig. 5.41).

Em seguida são apresentadas as Figuras de Polo Inversas (Fig. 5.42 e 5.43) e as Funções de Distribuição de Orientações (Fig. 5.44 e 5.45) das amostras 430-NR e 430-R recozidas a 650°C, 700°C e 750°C por tempos distintos.

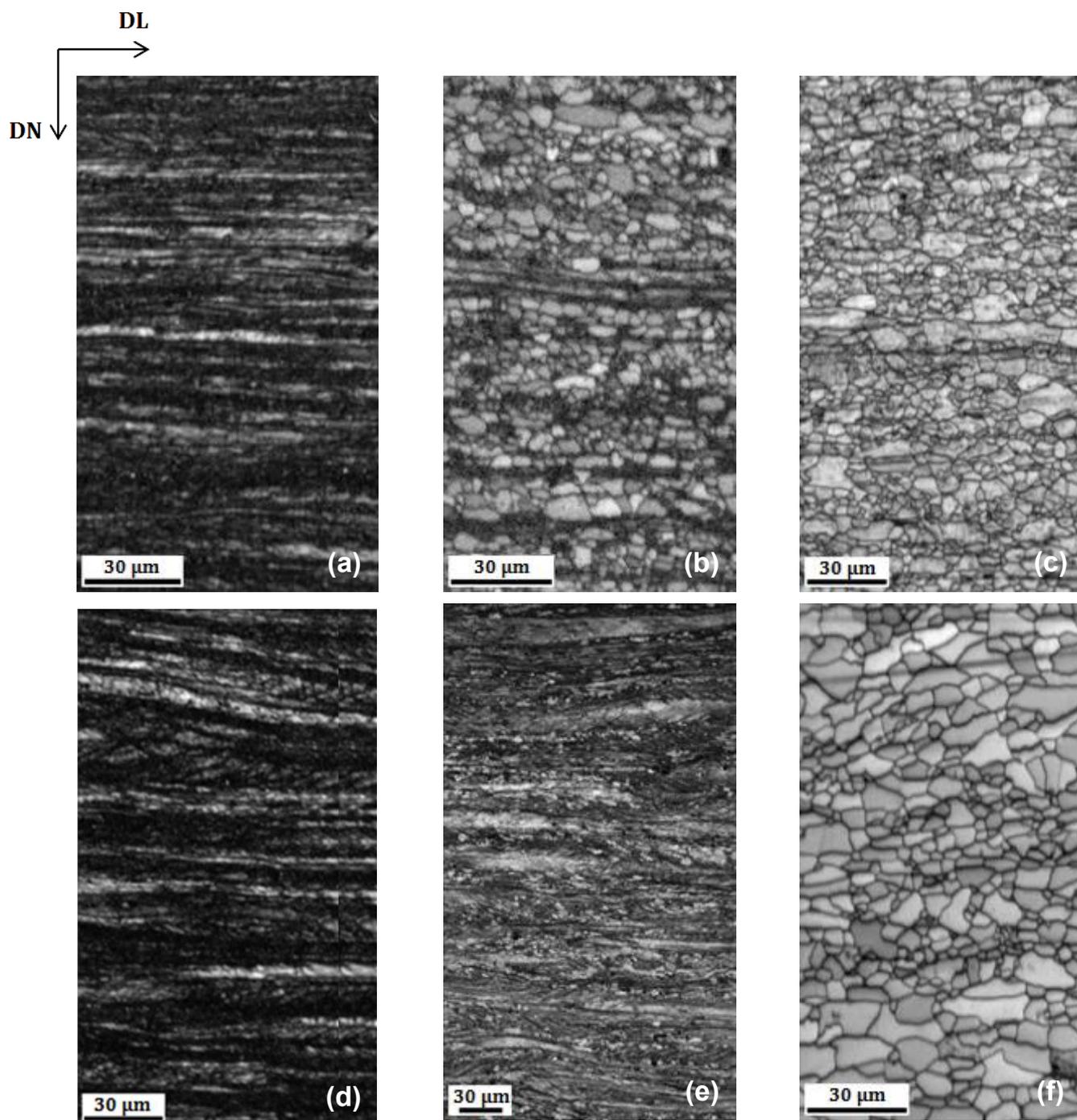


Figura 5.41 - IQ das amostras 430-NR (a,b,c) e 430-R (d,e,f) recozidas por 900 s a 650°C (a,d), 700°C (b,e) e 750°C (c,f).

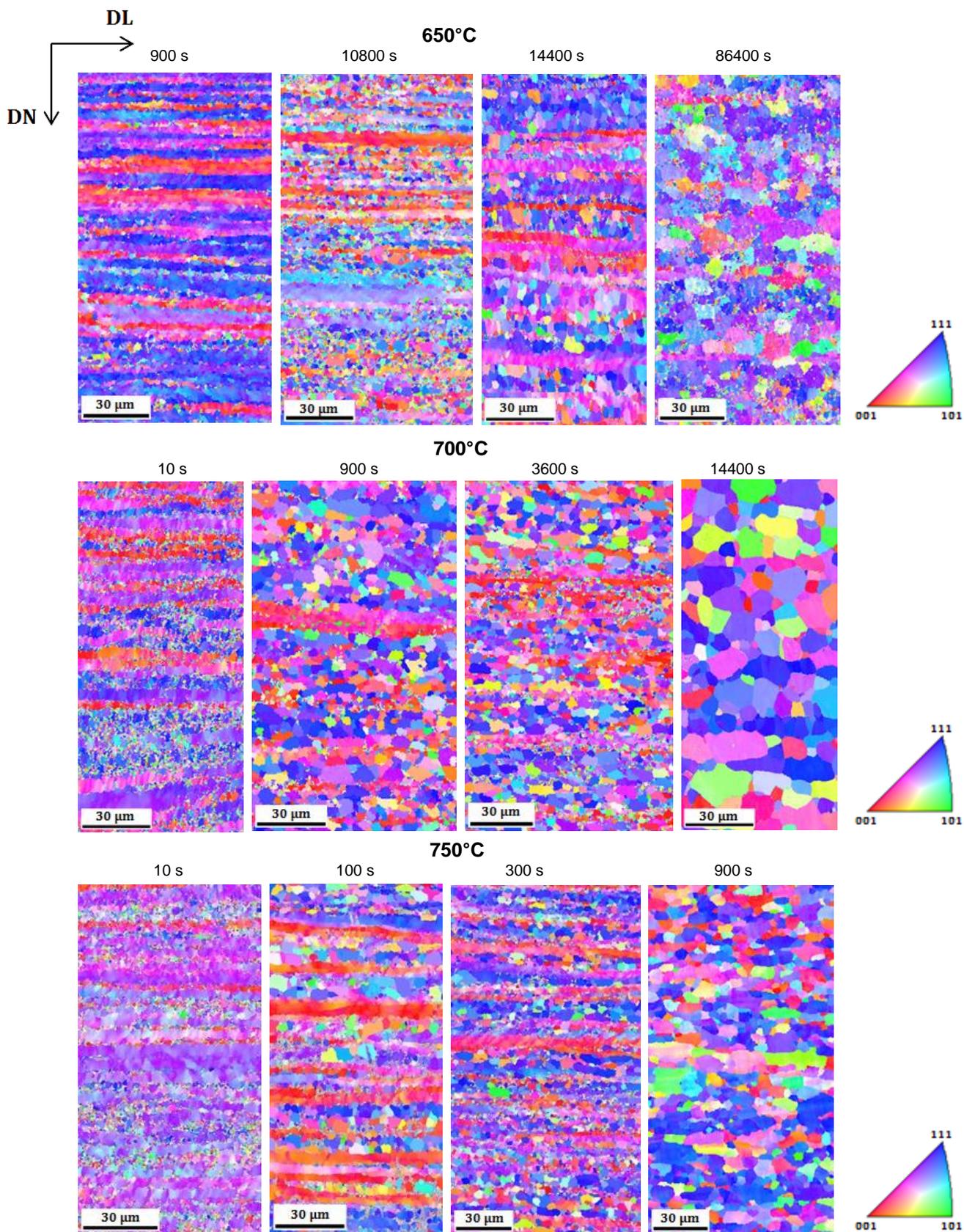


Figura 5.42 - IPF das amostras 430-NR.

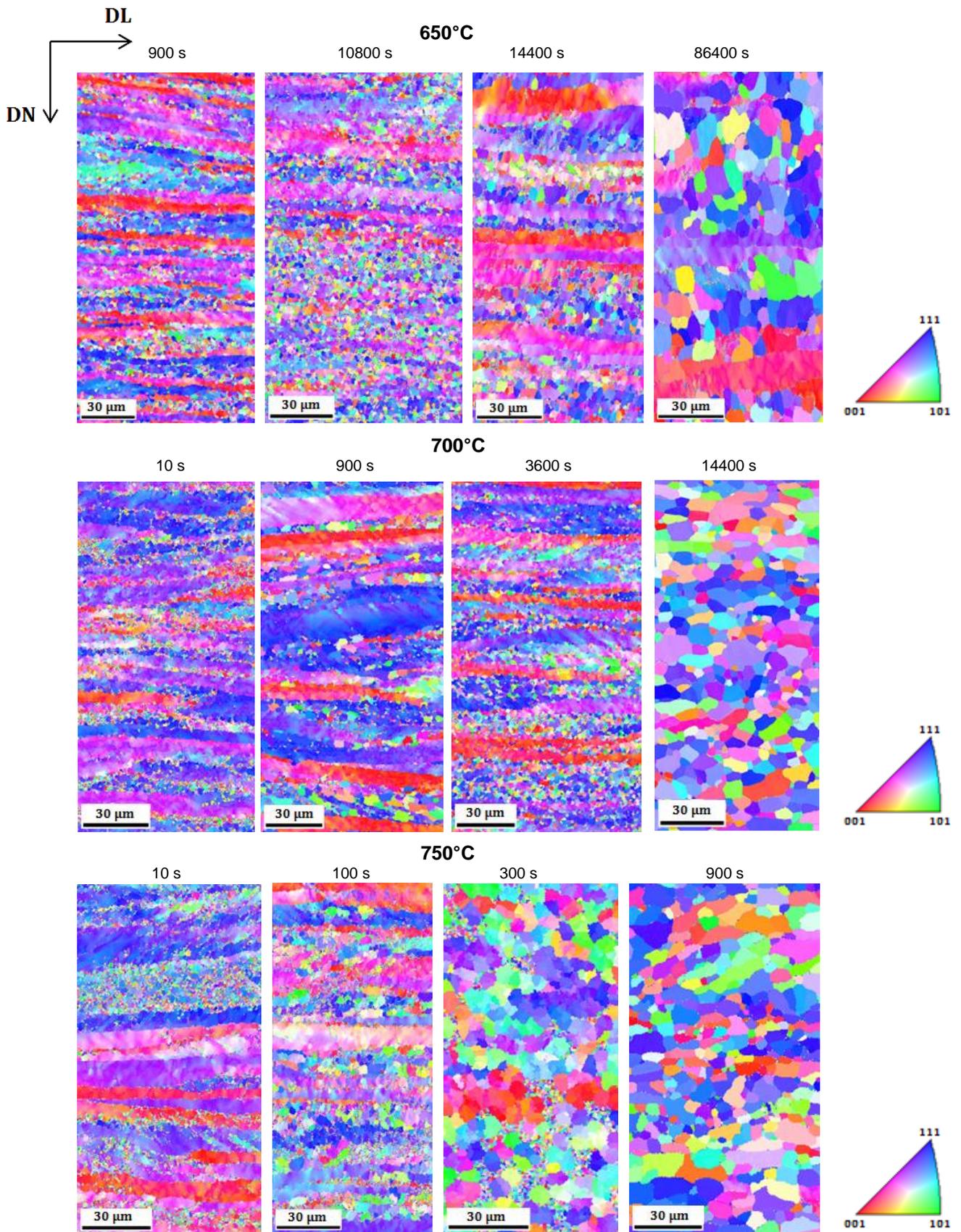


Figura 5.43 - IPF das amostras 430-R

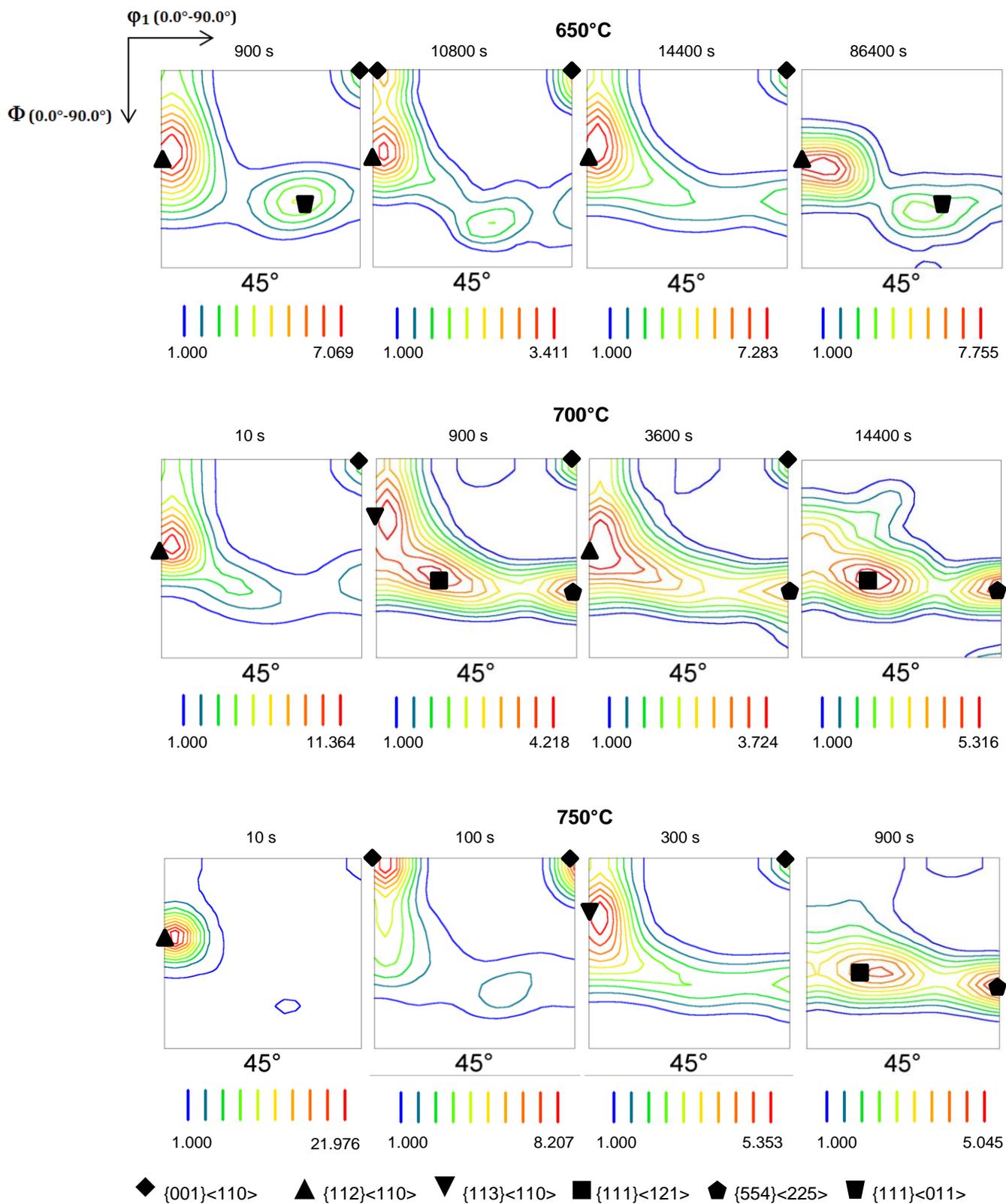


Figura 5.44 - ODF das amostras 430-NR.

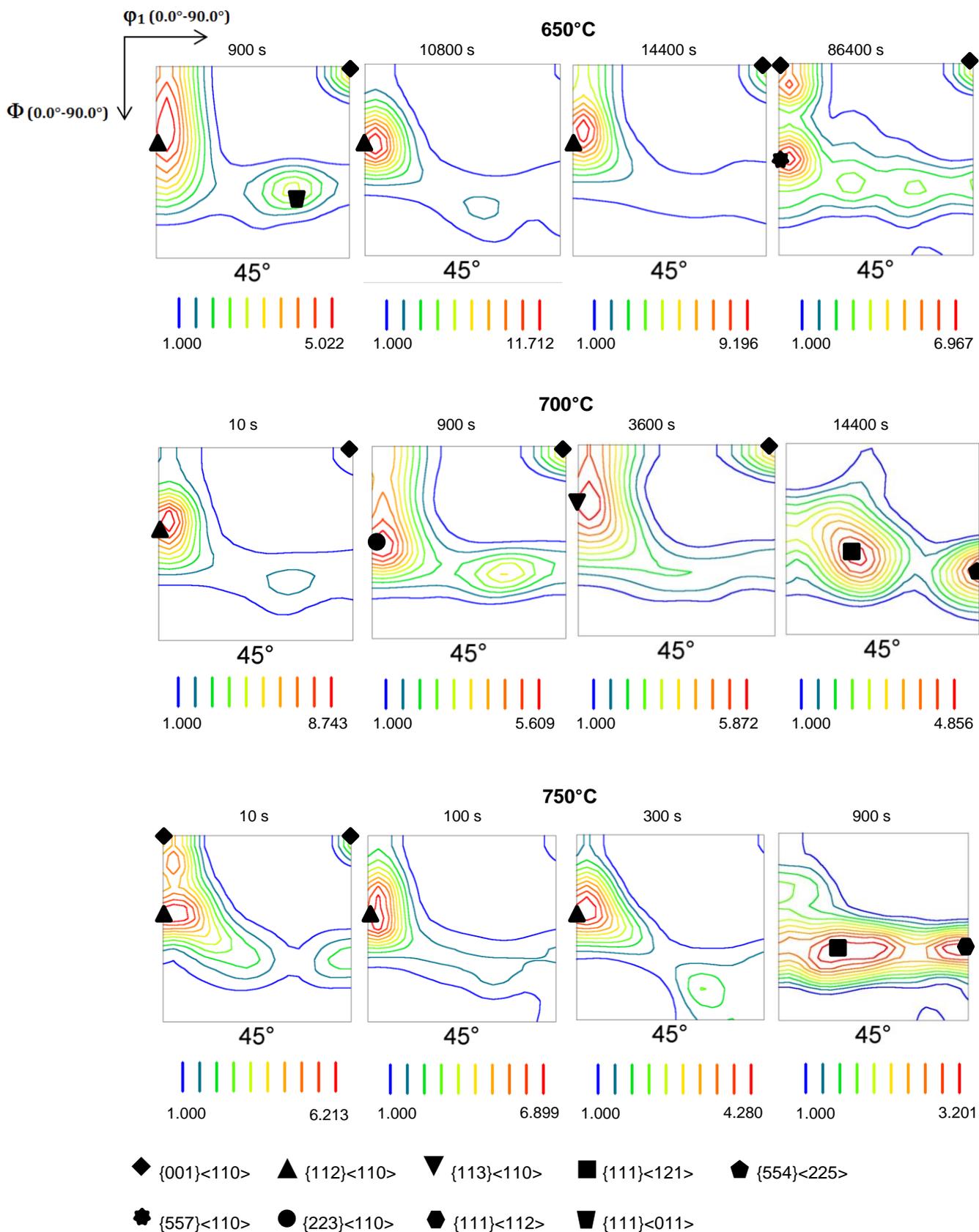


Figura 5.45 - ODF das amostras 430-R.

As figuras 5.46 e 5.47 apresentam os gráficos referentes à distribuição das fibras α e γ , respectivamente, para um tempo de 900 s e para as três temperaturas avaliadas.

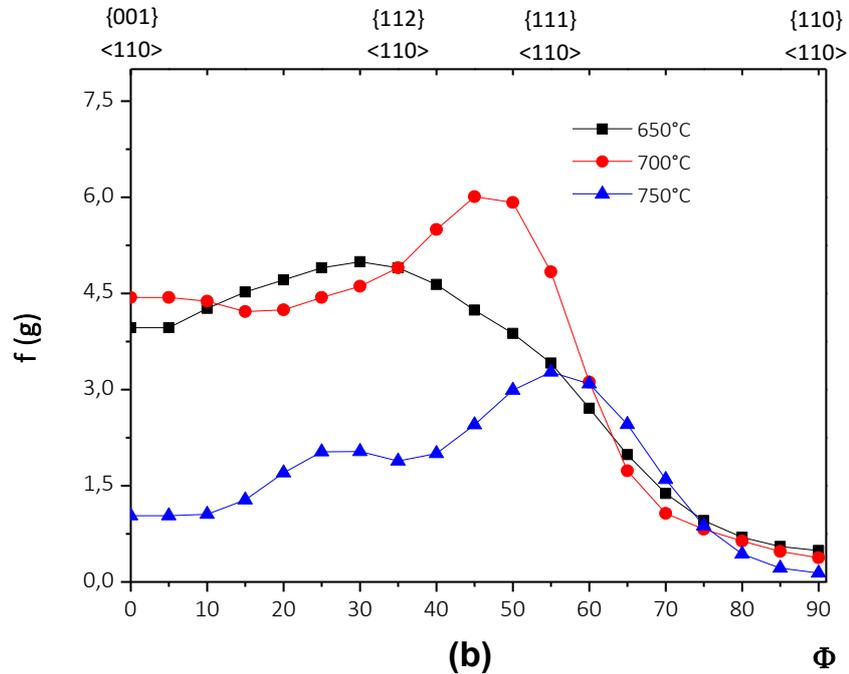
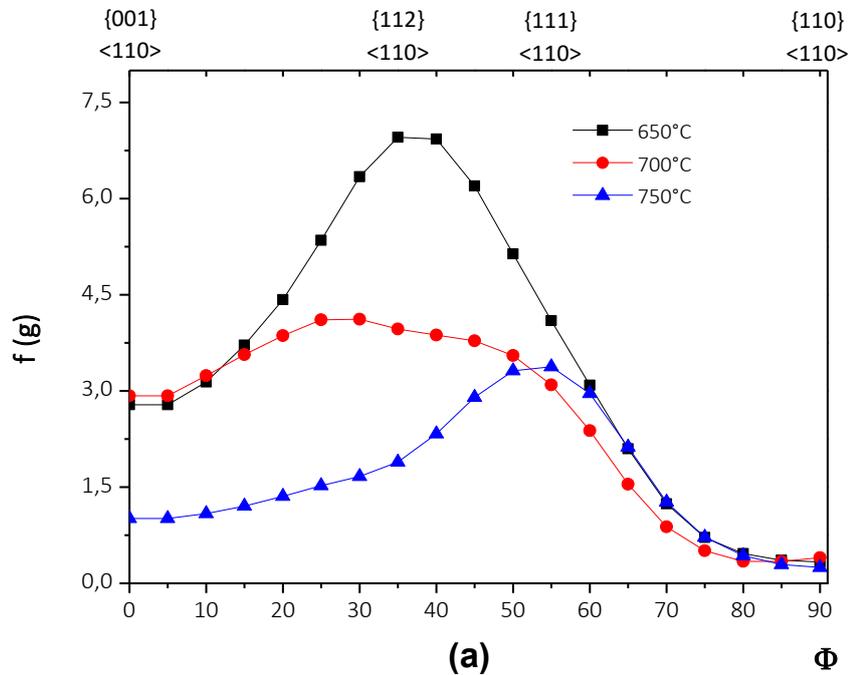


Figura 5.46 - Gráficos referentes à distribuição da fibra α das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) para um tempo de 900 s.

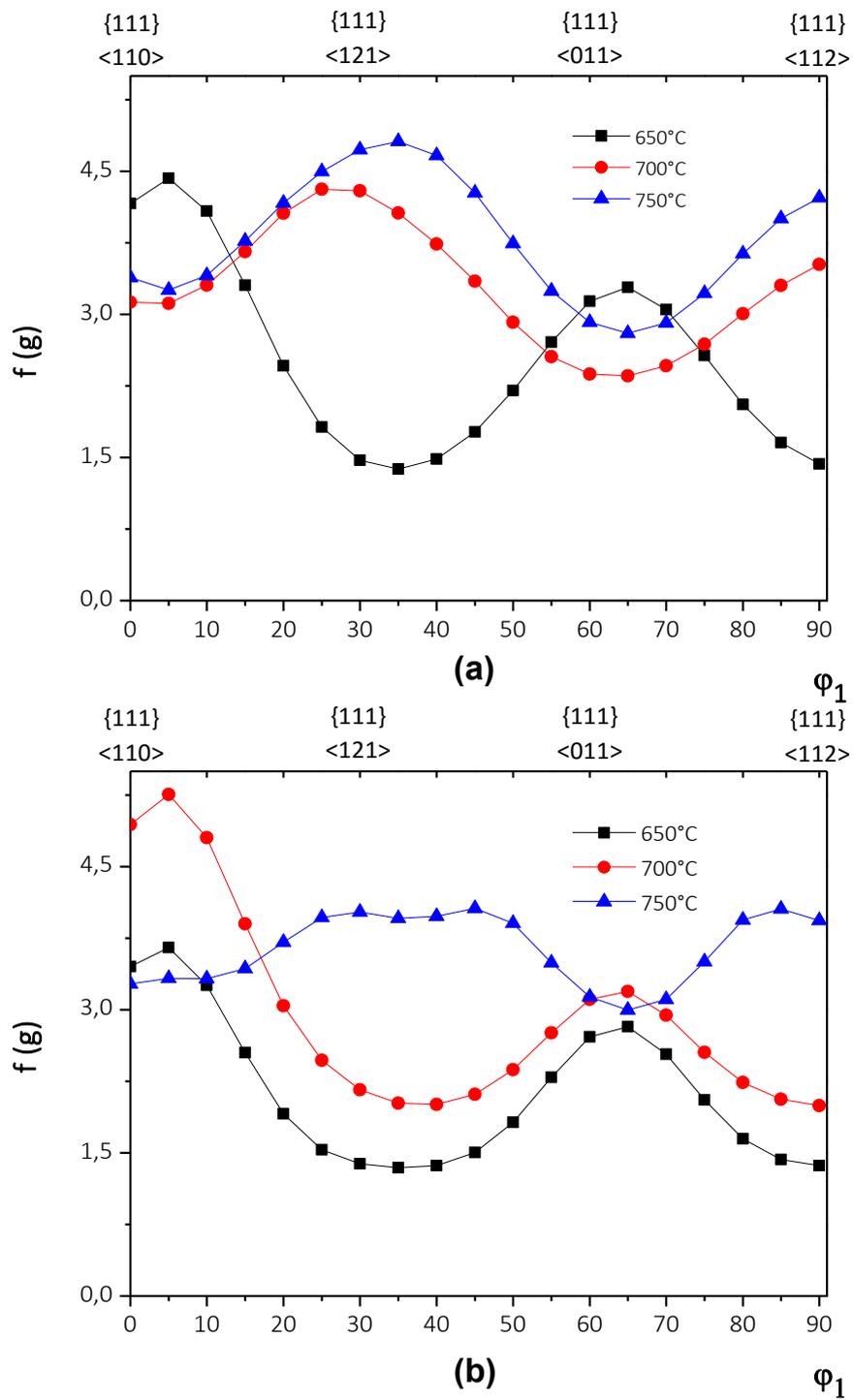


Figura 5.47 - Gráficos referentes à distribuição da fibra γ das amostras 430-NR (a) e 430-R (b) para um tempo de 900 s.

5.7 Natureza dos Contornos de Grão

As figuras 5.48 e 5.49 apresentam a Distribuição Característica dos Contornos de Grão (GBCD) para um tempo de 900 s, sendo realizada posteriormente uma análise acerca dos contornos CSL quanto à fração numérica de cada valor de sigma.

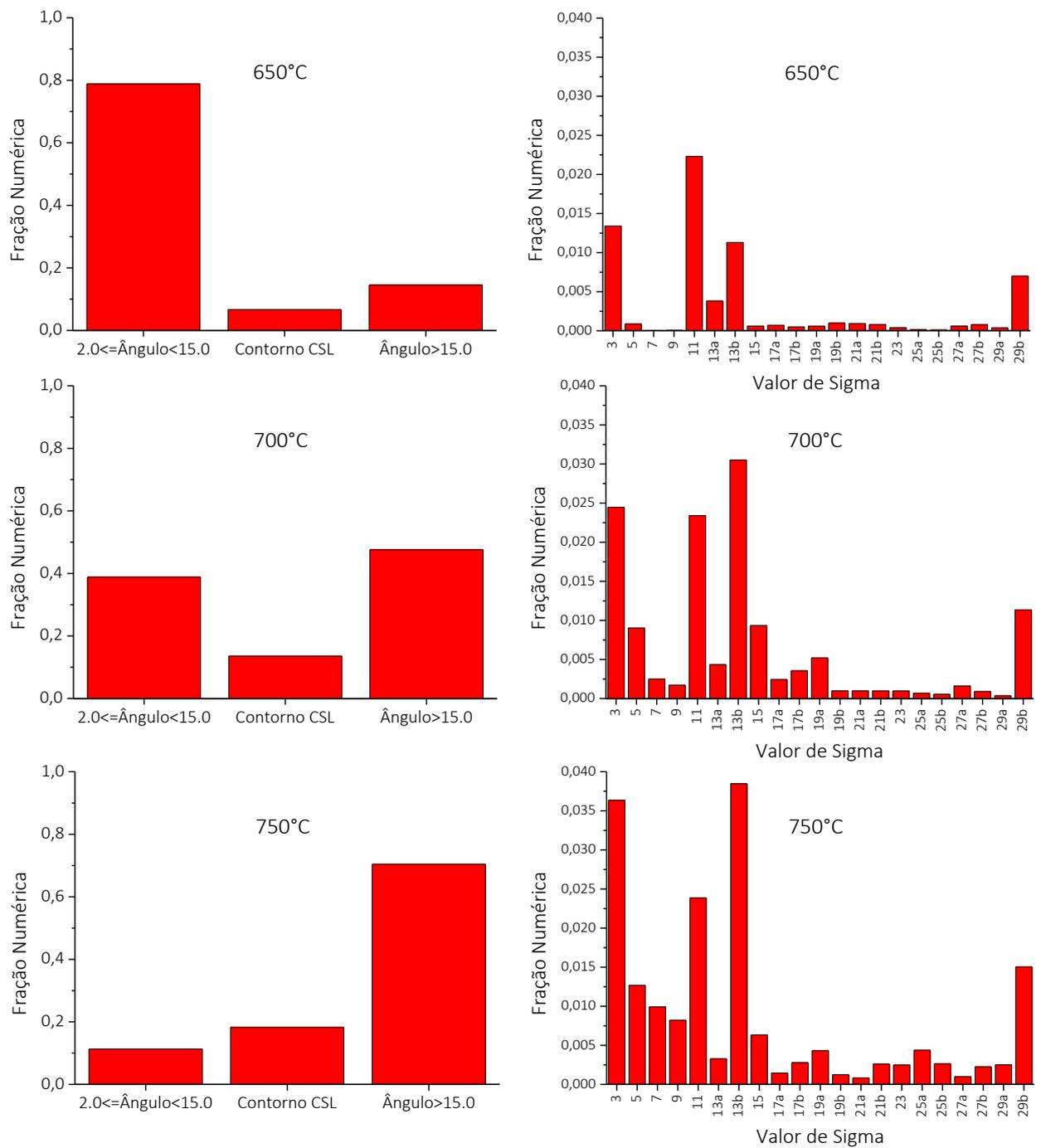


Figura 5.48 - GBCD e fração numérica dos contornos CSL das amostras 430-NR para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C para 900 s de encharque.

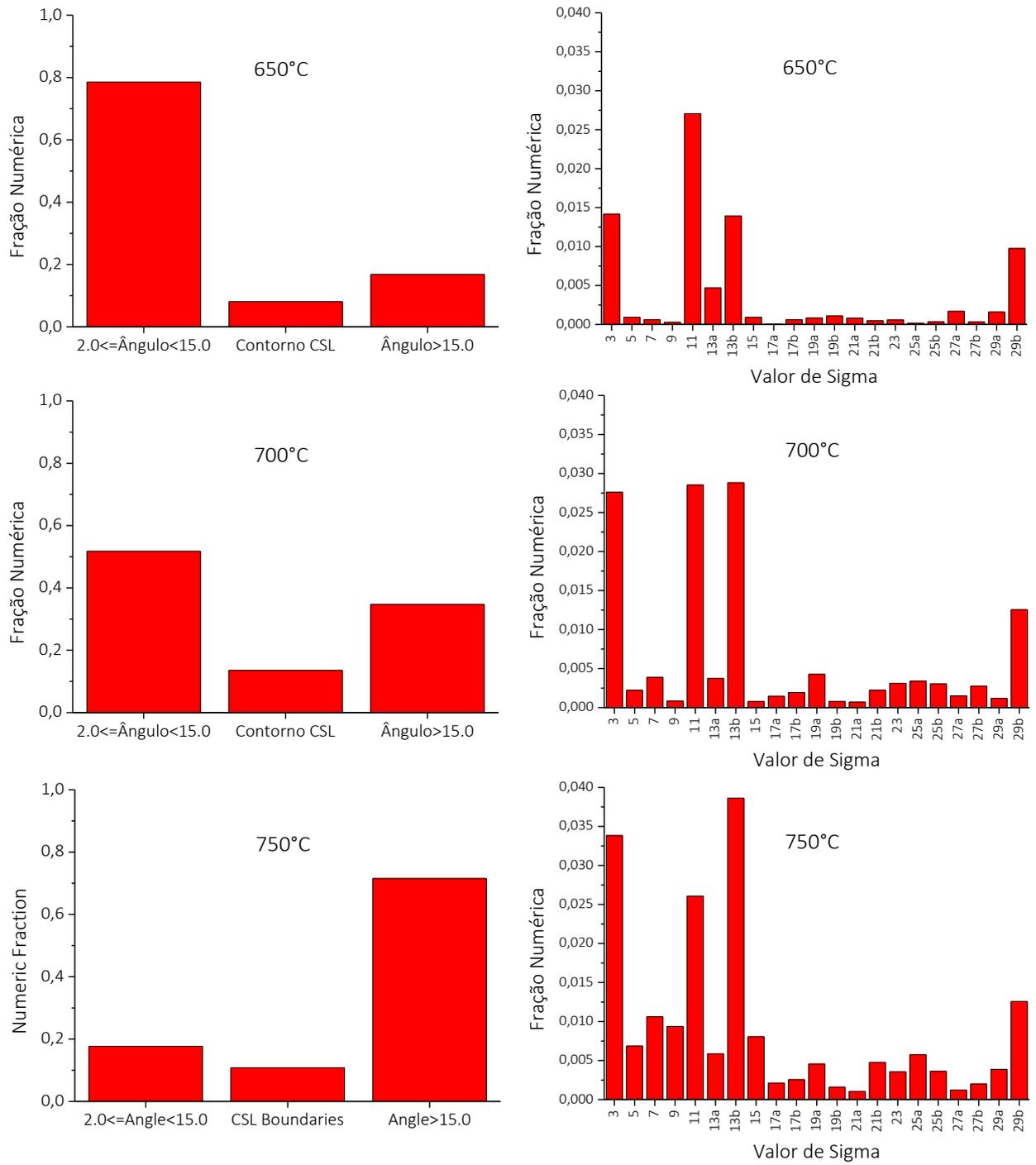


Figura 5.49 - GBCD e fração numérica dos contornos CSL das amostras 430-R para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C para 900 s de encharque.

6. DISCUSSÃO

A presente seção apresenta a discussão dos resultados obtidos a partir das micrografias ópticas e de varredura, medição de dureza, metalografia quantitativa e análise EBSD das amostras em condição de fornecimento, laminadas a frio e recozidas.

6.1 Avaliação da Microestrutura via MO e MEV

A discussão das imagens adquiridas via microscopia óptica e eletrônica de varredura serão apresentadas em conjunto, visto que os resultados obtidos são equivalentes, diferindo apenas no que concerne às metodologias e resoluções obtidas.

6.1.1 Amostras em condição de fornecimento

A microestrutura da série de amostras 430-NR é caracterizada por grãos grosseiros e alongados na direção de laminação, em consequência tanto das tensões não homogêneas transmitidas pelos grãos vizinhos quanto da instabilidade intrínseca do próprio grão durante a deformação plástica [14]. Além disso, o processo de conformação a quente do aço inoxidável ferrítico 430E leva à formação de bandas de deformação. Conforme exibido nas figuras 5.1 e 5.5, as áreas compreendidas entre estas bandas são caracterizadas por regiões difusas e hachuradas denominadas microbandas de transição.

As amostras 430-R, por sua vez, apresentam uma microestrutura composta por grãos equiaxiais isentos de deformação, evidenciando que o recozimento subsequente à laminação a quente provoca um rearranjo dos defeitos cristalinos presentes no material laminado. A partir das figuras 5.1 e 5.5 nota-se, ainda, a presença de grãos menores adjacentes a grãos maiores, sendo possível presumir que esteja ocorrendo um coalescimento dos grãos, devido à alta temperatura do tratamento térmico a que o aço inoxidável ferrítico foi submetido.

Nas amostras 430-NR os precipitados localizam-se, principalmente, nas áreas abrangidas pelas bandas de transição, uma vez que essas regiões apresentam maior retenção de energia de deformação.

Tal comportamento não é observado nas amostras submetidas ao tratamento térmico subsequente, uma vez que, neste caso, a energia armazenada na laminação é

reduzida, levando à distribuição homogênea dos precipitados ao longo dos grãos recristalizados.

6.1.2 Amostras laminadas a frio

As figuras 5.2 e 5.6 demonstram que o processo de laminação a frio provoca uma mudança de formato dos grãos, tornando-os mais alongados na direção de deformação e com considerável aumento da área de seus contornos, para as duas séries de amostras.

Neste aspecto, as densas paredes de deslocações e as microbandas de transição, presentes no material laminado a quente, são substituídas por lamelas com caráter de alto ângulo ($\psi > 15^\circ$) [20].

A aplicação da deformação mecânica no material causa uma redução do espaçamento entre os contornos dos grãos deformados, dando origem a uma microestrutura com formato de fibras dispostas paralelamente ao eixo de laminação [64]. Tal microestrutura fibrosa é constituída por cadeias de subgrãos finos e levemente alongados, sobre os quais os precipitados se aglomeram de forma igualmente paralela à DL.

As amostras 430-NR, por terem sido submetidas a um trabalho mecânico anterior, exibem bandas de deformação mais proeminentes, enquanto que as amostras 430-R apresentam, ainda, alguns contornos de grão ligeiramente curvos.

6.1.3 Amostras recozidas

O processo de recozimento seguinte à laminação a quente exerce influência considerável na etapa de recozimento final, visto que a recristalização da série de amostras 430-R apresenta-se de forma mais lenta em comparação às amostras 430-NR (Fig. 5.3, 5.4 e 5.7). Deste modo, o recozimento proporciona o alívio das tensões de deformação, bem como a redução da energia retida durante a laminação a quente.

Durante os tempos iniciais de recozimento (900 s para 650°C e 10 s para 700°C e 750°C) não são observadas mudanças significativas da microestrutura de ambas as séries de amostras. Este comportamento é atribuído ao ancoramento dos contornos de grão pelos carbonitretos de nióbio, devido a estas partículas não alcançarem mobilidade suficiente para permitir a renovação da microestrutura deformada a baixas

temperaturas, no caso do recozimento a 650°C, ou curtos tempos de recozimento para 700°C e 750°C (Fig. 5.3 e 5.4).

À medida que o tratamento térmico avança a energia armazenada na deformação vai sendo consumida através da nucleação estimulada por partículas e crescimento dos grãos nas heterogeneidades de deformação e próximo às partículas de carbonitretos de nióbio [14]. As amostras 430-NR, portanto, por possuírem maior quantidade de heterogeneidades microestruturais e de energia de deformação armazenada, apresentam uma maior fração de sítios preferenciais de nucleação, facilitando a renovação da microestrutura do aço inoxidável ferrítico estabilizado com nióbio.

A maior influência da temperatura em relação ao tempo de recozimento se deve, principalmente, ao fato de que a variação de apenas 50°C de um tratamento térmico para outro aumenta, consideravelmente, a mobilidade dos contornos de alto ângulo, ao passo que elevados tempos de recozimento não são capazes de produzir o mesmo efeito. Visto isso, temperaturas superiores exercem maior controle na formação de núcleos de recristalização e no, conseqüente, crescimento dos mesmos, favorecendo o realinhamento dos átomos e a aniquilação das deslocações introduzidas na laminação a frio.

6.2 Avaliação da Microestrutura via MET

As mudanças microestruturais exibidas durante o tratamento térmico são baseadas em dois mecanismos fundamentais da recristalização, a formação de núcleos em regiões específicas do material encruado e o subsequente crescimento dos mesmos a partir da incorporação da vizinhança deformada [76].

A análise das micrografias eletrônicas de transmissão apresenta as variações microestruturais do aço inoxidável ferrítico recozido a 700°C por 900 s (Fig. 5.8 e 5.9), a partir das quais nota-se a formação de pequenos núcleos nas áreas deformadas do material, sendo possível observar, ainda, o crescimento de alguns.

Durante a etapa de deformação a frio um grande número de deslocações é gerado nas regiões próximas aos contornos de grão, especialmente em materiais com alta energia de falha de empilhamento, como é o caso dos aços inoxidáveis ferríticos. Dessa forma, ótimas condições para a nucleação prevalecem nas proximidades dos contornos de grão pré-existentes, favorecendo em seguida o crescimento dos núcleos nessas regiões [27].

Uma vez que os processos de nucleação e crescimento estão associados, respectivamente, à formação e ao movimento dos contornos de grão de alto ângulo, estes são acompanhados por mudanças características na textura cristalográfica do material. Segundo Huh e Engler [76] os núcleos de recristalização se formam, preferencialmente, nos grãos com orientações associadas à fibra γ , de forma que há um crescimento mais intenso desses grãos em detrimento de outras orientações, incluindo a fibra α . Visto isso, pode-se presumir que a distribuição dimensional heterogênea observada a partir das figuras 5.8 e 5.9 é característica de um crescimento seletivo dos grãos pertencente à fibra γ .

A análise por EDS evidencia que os precipitados desempenham um papel importante na evolução das etapas envolvidas na recristalização do aço através do mecanismo de nucleação estimulada por partículas (PSN - *Particle Stimulated Nucleation*).

Nesse sentido, as zonas de deformação formadas a partir de partículas grosseiras são de particular interesse, uma vez que estas possibilitam a ocorrência do mecanismo PSN e possuem, portanto, uma forte influência no tamanho de grão e na textura após a recristalização [14].

De acordo com Sinclair e colaboradores [83], talvez a mais clara evidência da forte interação precipitado/interface vem da anisotropia referente à morfologia dos grãos e do seu desenvolvimento durante a redução a frio. Sendo assim, os precipitados de nióbio distribuem-se de maneira não uniforme ao longo das bandas de deformação e desenvolvem-se, preferencialmente, nos contornos de grão de alto ângulo planares advindos da laminação a quente [64, 83].

6.3 Cinética de Amaciamento

A comparação dos gráficos relativos às medições da microdureza Vickers indica que a temperatura exerce maior influência no processo de amaciamento em comparação ao tempo de recozimento.

Considerando a série de amostras 430-NR, obtiveram-se, para 900 s de encharque, valores referentes à dureza do material deformado (290 HV), parcialmente recristalizado (198 HV) e completamente recristalizado (144 HV), para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C. Tal comportamento foi semelhante para as amostras 430-R, embora os valores obtidos tenham sido superiores (291 HV, 250 HV e 166 HV, respectivamente), indicando que a etapa de recozimento após a laminação a quente

retarda o amaciamento do material devido ao rearranjo das deslocações e alívio das tensões retidas no material previamente deformado (Fig. 5.12).

A evolução da microdureza Vickers em função do tempo de recozimento (Fig. 5.10 e 5.11) é afetada diretamente pelos processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão do material [27]. Visto isso, durante a fase inicial do recozimento, a dureza das amostras mostrou-se relativamente insensível ao tratamento térmico a 650°C e 700°C, o que corresponde à etapa de recuperação do aço. Esta etapa não é observada nas amostras recozidas a 750°C, uma vez que a temperaturas elevadas o material está mais susceptível ao início do processo de recristalização mesmo a curtos tempos de recozimento [12].

À medida que o recozimento progride, há uma queda rápida da microdureza para as três temperaturas avaliadas, o que resulta em um drástico amaciamento do material atribuído ao processo de recristalização do mesmo. Visto que, este estágio é diretamente afetado pela energia de deformação retida no aço, comprova-se que o amolecimento se dá a partir da migração dos contornos de alto ângulo e ocorre de forma mais acentuada nas amostras 430-NR.

A etapa de crescimento de grão não é observada através das figuras 5.10 e 5.11, uma vez que nesta fase ocorre a estabilização da microdureza, sendo toda a energia térmica fornecida ao material utilizada para o desenvolvimento dos grãos livres de deformação [76].

6.4 Cinética de Recristalização

Na presente sessão, serão discutidos de forma conjunta, os resultados da cinética de recristalização obtidos a partir da microdureza Vickers, metalografia quantitativa e análise EBSD. Os dados que apresentarem divergência entre as metodologias estudadas serão destacados e avaliados separadamente.

6.4.1 Fração Volumétrica Recristalizada e Tamanho de Grão Recristalizado

A partir dos gráficos sigmóides (Fig. 5.13 a 5.18) nota-se a demarcação de três estágios durante o recozimento para as três metodologias utilizadas, o que sugere a existência de diferentes mecanismos de restauração. Deste modo, o processo de recuperação está associado à primeira etapa, enquanto que a recristalização e o

crescimento de grão são os mecanismos operantes no segundo e terceiro estágios, respectivamente [27].

A primeira etapa de restauração refere-se apenas ao crescimento dos subgrãos, o qual ocorre através da migração dos contornos de baixo ângulo nas regiões em que existe uma grande diferença de energia de deformação ou de gradientes de orientação [27]. Portanto, presume-se que a microestrutura do aço inoxidável ferrítico permaneça inalterável durante a recuperação, visto que neste estágio não são observadas mudanças significativas nos valores relativos à fração volumétrica recristalizada.

Analogamente ao comportamento ressaltado a partir da cinética de amaciamento, observa-se que, no recozimento a 750°C, a etapa de recuperação é minimizada, comprovando que a duração deste processo está diretamente relacionada com a temperatura de recozimento, uma vez que o recozimento a baixa temperatura resultou em um maior período de recuperação e um tempo mais curto para o crescimento do grão.

A quantificação da etapa de recuperação se deu de maneira mais eficaz na metodologia de medição de microdureza em relação às demais técnicas, isso porque a cinética de amaciamento é inerente à densidade de deslocações, podendo ser, assim, utilizada para estimar a fração amaciada durante a recuperação [27].

Em contraste, a recristalização envolve a nucleação de novos grãos relativamente livres de deformação, no qual estes ao atingir uma dimensão crítica, são rodeados por contornos de alto ângulo (HAGBs) com altas mobilidades [14]. Estes núcleos tornam-se energeticamente capazes de crescer na matriz através da migração de seus HAGBs, levando a uma alta taxa de transformação da microestrutura. Este processo é caracterizado, portanto, por uma inclinação da curva sigmoide típica de um fenômeno de recozimento descontínuo, de modo que mesmo a curtos tempos há uma acentuada variação da fração volumétrica recristalizada.

O último estágio desse tratamento térmico compreende o crescimento isotrópico dos grãos recristalizados, no qual ocorre a estabilização de X_V , uma vez que nesta fase as mudanças microestruturais do aço são inerentes somente à variação dimensional dos grãos.

Tendo em vista que o desenvolvimento dos novos grãos está diretamente associado à migração dos contornos de alto ângulo, assume-se que a cinética de crescimento será, portanto, fortemente influenciada pela mobilidade destes contornos em relação à

temperatura de recozimento [14]. Dessa forma, as figuras 5.13 a 5.18 demonstram que quanto maior a temperatura de recozimento, mais cedo são iniciados os processos de recristalização e crescimento de grão.

A evolução do diâmetro médio dos grãos recristalizados apresentou-se de forma mais acentuada nas amostras não recozidas, uma vez que a energia interna do material é superior à das amostras recozidas. Tal comportamento pode ser observado nas curvas sigmoidais de recristalização, de modo que para a temperatura de 700°C, por exemplo, o estágio de crescimento dos grãos inicia-se antes e depois de 3600 s para as amostras 430-NR e 430-R, respectivamente. Em relação ao recozimento a 650°C ambas as séries apresentaram resultados semelhantes, indicando que a baixas temperaturas o tratamento térmico, subsequente à laminação a quente, não exerce efeito significativo no início do processo de crescimento de grão.

Os gráficos relativos ao tamanho médio dos grãos recristalizados (Fig. 5.23 e 5.24) expõem uma variação dimensional homogênea dos mesmos conforme o tempo e a temperatura de recozimento avançam. O diâmetro médio dos grãos recristalizados das amostras 430-R é relativamente menor em comparação à série 430-NR para uma mesma condição de recozimento, comprovando que a energia armazenada no aço está associada à força motriz para o crescimento dos grãos.

Conforme mencionado, a cinética de recristalização de ambas as séries de amostras apresentou-se de forma semelhante no que se refere à quantificação da fração amaciada, bem como da fração recristalizada via metalografia quantitativa e análise EBSD. Entretanto, através da comparação dos mapas EBSD obtidos por meio do espalhamento de orientação dos grãos (GOS) e da desorientação média dos núcleos (KAM) fica evidente que os métodos de análise utilizados para tais parâmetros se apresentam de forma distinta. Estas diferenças nos resultados podem ser associadas ao fato de que o parâmetro KAM leva em conta a microestrutura dos subgrãos e grãos, enquanto que os mapas GOS são baseados apenas nos contornos de alto ângulo [44].

Neste aspecto, as figuras 5.19 e 5.20 demonstram que o fator GOS é mensurado em relação à totalidade do grão. Visto isso, avalia-se a forma com que as orientações cristalográficas se distribuem ao longo do grão a fim de determinar o estágio de recristalização em que o mesmo se encontra. Por outro lado, o fator KAM considera ponto por ponto da microestrutura em estudo, podendo, portanto, um mesmo grão apresentar regiões deformadas e recristalizadas (Fig. 5.21 e 5.22). Considerando a

diferença angular entre um dado pixel e seus vizinhos, presume-se que esta desorientação média esteja associada à migração dos contornos de alto ângulo, indicando a formação de um novo arranjo atômico isento de deformação.

6.4.2 Modelo JMAK e MPM

Os resultados obtidos através dos modelos JMAK e MPM demonstraram claramente a solidez do uso destas teorias no que se refere à quantificação da cinética de recristalização do aço inoxidável ferrítico.

Os dados do expoente de Avrami, obtidos a partir dos gráficos logarítmicos (Fig. 5.25 e 5.26), indicaram a ocorrência de um crescimento unidimensional dos grãos devido apenas à migração dos contornos de alto ângulo, com valores variando entre 0,9 e 1,2. Divergências entre os resultados do parâmetro n não apresentaram qualquer padrão significativo considerando as duas séries de amostras, comprovando que este é insensível à temperatura [27].

O fator pré-exponencial k , por sua vez, tornou-se maior conforme o aumento da temperatura, indicando sua dependência direta a essa variável. A comparação dos resultados referentes às duas séries de amostras sugeriu que este parâmetro está associado, ainda, à energia de deformação retida no material, uma vez que as amostras 430-NR apresentaram valores superiores para, praticamente, todas as condições e metodologias avaliadas.

Através do Método do Caminho Microestrutural obteve-se a constante m com valores entre 0,9 e 1,1, não sendo observados, neste caso, comportamentos característicos para uma dada amostragem ou condição de recozimento. Em contrapartida, constatou-se que a variável C está atrelada à condição inicial do material e à temperatura de recozimento, do mesmo modo que o fator k (Tab. 5.13 e 5.14).

Considerando que a área interfacial estendida aumenta conforme avançam o tempo e a temperatura de recozimento, pode-se inferir que tal parâmetro é influenciado diretamente pelos processos de nucleação e crescimento de grão. Visto isso, constata-se que a temperatura do tratamento térmico exerce maior controle sobre a variável S_{VEX} , uma vez que esta é afetada, principalmente, pela variação do diâmetro médio dos grãos recristalizados (Fig. 5.27 e 5.28).

Uma vez que a distribuição da energia armazenada durante a deformação plástica é heterogênea ao longo da microestrutura, presume-se que as etapas de nucleação e

crescimento dos grãos ocorrem mais rapidamente em algumas regiões do aço, o que pode causar, também, variações nos parâmetros envolvidos na cinética de recristalização.

Energia de Ativação para a Recristalização

Os valores médios relativos à energia de ativação das séries 430-NR e 430-R são relativamente elevados quando comparados com alguns valores relatados na literatura.

Medina e Quispe [84] aperfeiçoaram um modelo que leva em conta a influência da composição química na energia de ativação de aços inoxidáveis austeníticos submetidos a testes de torção. Estes autores relataram valores entre $262,0 \text{ kJ.mol}^{-1}$ e $198,0 \text{ kJ.mol}^{-1}$ para oito tipos diferentes de aço com teores de nióbio abaixo de 0,10% e de carbono acima de 0,11% em peso.

Mukunthan e Hawbolt [85] investigaram a cinética de recristalização de um aço IF com adição de Nb e Ti laminado a frio em 80% e recozido entre 600°C e 760°C , obtendo um valor de $501,7 \text{ kJ.mol}^{-1}$ referente à energia de ativação para o processo completo de recristalização estática.

Deste modo, presume-se que os resultados apresentados por Medina e Quispe foram inferiores devido aos baixos teores de elementos de liga contidos no aço, enquanto que no caso do material avaliado por Mukunthan e Hawbolt a presença de titânio e nióbio levou a um grande aumento da energia de ativação para a recristalização.

Larouk e Bouhalais [86], por sua vez, definiram, para um aço baixo carbono trefilado e recozido entre 480°C e 520°C , Q_R correspondente a $403,03 \text{ kJ.mol}^{-1}$, sendo este resultado mais coerente com o encontrado no presente estudo.

Por fim, em trabalho publicado Radović e colaboradores [87] afirmaram que para a maioria dos aços microligados foram reportados valores entre $240,0 \text{ kJ.mol}^{-1}$ e $450,0 \text{ kJ.mol}^{-1}$, sendo esta energia de ativação influenciada, principalmente, pela composição química do material.

Com base nos dados apresentados na literatura entende-se que elementos como nióbio e titânio dificultam o desenvolvimento da recristalização dos aços, uma vez que a precipitação desses na forma de carbonitretos causa o ancoramento dos contornos de grão.

Nos casos em que as partículas restringem o crescimento de alguns grãos, nota-se a formação preferencial de certas orientações cristalográficas, de modo que os grãos maiores, os quais dominam a textura de recristalização, resultam em uma textura muito mais forte do que os grãos originados a partir do mecanismo PSN [14].

It is often found that in such a situation, where particle pinning restricts the growth of some grains, there is also orientation selection, and the larger grains, which dominate the recrystallized texture, result in a much stronger texture than if PSN grains dominate.

Considerando, ainda, que os átomos de nióbio (1,43 Å) e cromo (1,33 Å), contidos no aço em estudo, apresentam raio atômico relativamente superior aos átomos de ferro (1,24 Å), constata-se que estes elementos apresentam certa dificuldade em difundir na matriz ferrítica, demandando um gasto maior de energia para que aconteça a renovação da microestrutura do material.

A avaliação dos resultados evidenciou, ainda, que é necessária uma maior quantidade de energia para promover a recristalização das amostras 430-R em comparação com a série 430-NR, o que comprova que este processo é diretamente afetado pelas heterogeneidades de deformação advindas da deformação a quente.

Nucleação e Crescimento de Grão

A partir dos gráficos referentes às taxas de nucleação e crescimento dos grãos (Fig. 5.29 a 5.32), observa-se que ambos os parâmetros diminuem com o tempo de recozimento, mas aumentam com a temperatura de recozimento.

A etapa inicial de formação dos núcleos é responsável por uma maior taxa de transformação da microestrutura para as temperaturas de 700°C e 750°C, principalmente para a série 430-NR, uma vez que para curtos tempos de recozimento ainda há a presença de grande parte das heterogeneidades de deformação e defeitos cristalinos impetrados na laminação a frio. À medida que os sítios preferencias de nucleação vão diminuindo ocorre a desaceleração deste processo, devido, principalmente à redução da energia interna do material (Fig. 5.29 e 5.30).

O tratamento térmico a 650°C constitui-se de variações mínimas na taxa de nucleação mesmo para longos tempos de recozimento, indicando que a baixas temperaturas a capacidade de rearranjo das deslocações é minimizada.

Uma vez que os núcleos de recristalização foram formados prossegue-se com o crescimento linear dos mesmos através da migração de contornos de alto ângulo.

As figuras 5.33 e 5.34 correlacionam a taxa de nucleação obtida através equação 10 com a taxa de nucleação real calculada a partir da equação 13. Inicialmente ambos os resultados são semelhantes para ambas as séries recozidas a 650°C e 700°C, entretanto conforme X_V passa a ser significativo a taxa de nucleação real torna-se inferior a $\dot{N}(t)$. Esta alteração pode ser explicada levando em conta que a quantificação de $\dot{N}(t)_{\text{real}}$ considera a formação de novos núcleos nos grãos deformados, ao contrário do cálculo de $\dot{N}(t)$ onde são analisados apenas os grãos recristalizados aparentes [28].

Considerando o recozimento a 750°C, a taxa de nucleação real apresenta valores inferiores desde o início do processo de recristalização, sugerindo que a altas temperaturas a formação de novos núcleos é ainda mais acentuada nas regiões encruadas da matriz ferrítica.

Mediante o término da recristalização primária, ainda há certa instabilidade da estrutura do material, podendo esta ser minimizada através do desenvolvimento dos grãos recristalizados. Tendo em vista que a força motriz para esta etapa, relativa à energia livre do contorno de grão, é inferior à energia de deformação armazenada, entende-se que este processo é caracterizado por uma transição gradual do crescimento ativado pelo gradiente de deformação para aquele ativado através da redução da energia superficial do contorno de grão [27].

À medida que os grãos crescem as tensões interfaciais de seus contornos são minimizadas, levando à redução linear da taxa de crescimento. Esta constante redução se deve, principalmente, à competição entre a recuperação e a recristalização da fração não transformada e à distribuição heterogênea da energia armazenada no aço [28].

A partir das figuras 5.31 e 5.32 nota-se que mesmo para longos tempos de recozimento não é observada a estabilização de \dot{G} , indicando que o processo de impedimento dos grãos não ocorre no material avaliado.

Por fim, nas análises que se seguem, foram determinadas as variáveis δ e r com valores próximos a um e zero, respectivamente (Tab. 5.16 e 5.17). Constata-se, portanto, que a formação de novos núcleos no aço inox ferrítico é influenciada diretamente pelo tempo de recozimento [31].

6.5 Avaliação da Textura Cristalográfica via EBSD

6.5.1 Amostras em condição de fornecimento

A partir da figura 5.35 nota-se que após a laminação a quente, a microestrutura das amostras 430-NR é composta por grãos alongados, na qual é possível observar de forma mais clara a presença das microbandas de transição em alguns grãos do aço. Comumente, os grãos, nos quais são observadas heterogeneidades de deformação, possuem orientações associadas à fibra γ [88].

Devido ao subsequente recozimento, a microestrutura das amostras 430-R é, então, modificada, de modo que os grãos deformados são substituídos por grãos equiaxiais e “panquecados” em virtude da ocorrência de recuperação estática durante o tratamento térmico [88]. As bandas de transição presentes no material laminado a quente podem servir de sítios preferenciais de nucleação, reforçando, assim, o processo de recristalização.

Durante a conformação a quente, diferentes estados de tensão podem promover distintas formas de rotação dos cristais e, conseqüentemente, a formação de diferentes texturas de laminação a quente [88].

A orientação $\{001\}\langle 110 \rangle$ relativa à componente cubo girado encontra-se de forma predominante na série 430-NR, enquanto que as amostras 430-R são compostas, principalmente, pela fibra α com máximo em $\{112\}\langle 110 \rangle$. A observação das ODF ressalta que nas amostras não recozidas há uma propagação da textura em direção às componentes pertencentes à fibra α (Fig. 5.37).

Em ambas as séries há a presença, ainda, da componente $\{332\}\langle 113 \rangle$ localizada em $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = (90^\circ, 65^\circ, 45^\circ)$. Esta orientação foi observada, também, por Yantaç e colaboradores [89] em um aço inoxidável ferrítico não estabilizado, de modo que os autores sugeriram que esta orientação origina-se a partir de uma maior inclinação da componente $\{554\}\langle 225 \rangle$ ao longo da direção transversal. Entre estas duas orientações localiza-se a componente $\{11118\}\langle 4411 \rangle$ definida por Dillamore *et al.* [90] como uma orientação estável encontrada durante a laminação de metais CCC.

6.5.2 Amostras laminadas a frio

Conforme explicitado na análise microestrutural do aço 430 estabilizado com nióbio (seção 6.1.2), observa-se através dos mapas de qualidade de imagem (Fig. 5.38) que

o processo de conformação a frio promove o alongamento dos grãos na direção de laminação para as duas séries de amostras, nas quais podem ser observadas bandas de deformação em alguns dos grãos deformados.

As figuras de polo inversas (Fig. 5.39) demonstram uma predominância das direções $\langle 001 \rangle // ND$ e $\langle 111 \rangle // ND$ associadas à componente cubo e à fibra γ , respectivamente.

A orientação $\{001\} \langle 110 \rangle$, observada nas ODF (Fig. 5.40), é a principal componente herdada das bandas de deformação a quente, sendo esta cada vez mais estável e intensa conforme o aumento da taxa de redução a frio [91].

Raabe e Lücke [73] avaliaram a textura de aços inoxidáveis ferríticos e observaram que altas taxas de deformação promovem o fortalecimento da fibra α com máximos em $\{001\} \langle 110 \rangle$ e $\{112\} \langle 110 \rangle$, o que pode ser comprovado através da ODF das amostras 430-R.

Em contrapartida, nas amostras 430-NR nota-se um deslocamento da componente $\{112\} \langle 110 \rangle$ em aproximadamente 7° ao longo de Φ , originando a orientação $\{223\} \langle 110 \rangle$.

Inagaki [75] investigou amostras de ferro puro submetidas a distintas reduções a frio e com diferentes texturas iniciais, a fim de identificar os possíveis caminhos de rotações cristalinas. Os resultados encontrados definiram que, em policristais, estas variações podem ocorrer ao longo dos dois seguintes caminhos:

- $\{001\} \langle 110 \rangle \rightarrow \{112\} \langle 110 \rangle \rightarrow \{223\} \langle 110 \rangle$
- $\{554\} \langle 225 \rangle \rightarrow \{111\} \langle 112 \rangle \rightarrow \{111\} \langle 110 \rangle \rightarrow \{223\} \langle 110 \rangle$

Visto isso, a orientação final estável da textura de laminação a frio de policristais foi identificada como sendo a componente $\{223\} \langle 110 \rangle$.

Nas amostras 430-NR encontra-se, ainda, uma fraca intensidade da componente $\{111\} \langle 011 \rangle$, relativa à fibra γ , localizada em $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = (60^\circ, 55^\circ, 45^\circ)$.

6.5.3 Amostras recozidas

A observação dos mapas IQ (Fig. 5.41) evidencia que o aumento de 50°C na temperatura de recozimento exerce controle considerável no processo de renovação da microestrutura encruada. Tal comportamento é ainda mais marcante nas amostras

que não sofreram o recozimento após a laminação a quente, uma vez que para a temperatura de 700°C nota-se uma presença relevante de grãos recristalizados na série 430-NR, enquanto que nas amostras 430-R são observados apenas pequenos núcleos de recristalização.

A aceleração da recristalização das amostras 430-NR é atribuída tanto ao aumento da força motriz proveniente das deslocações geradas pelas partículas durante a deformação quanto ao mecanismo PSN [14].

A microestrutura recozida a 650°C por 900 s é caracterizada, ainda, por grãos deformados e alongados, ao passo que, para o mesmo tempo de recozimento e temperatura de 750°C, os grãos já se encontram completamente recristalizados.

As IPF (Fig. 5.42 e 5.43) evidenciam que, no início do recozimento, são encontrados, principalmente, grãos caracterizados pela coloração vermelha e azul relativas $\langle 001 \rangle // ND$ e $\langle 111 \rangle // ND$. Em contrapartida, com o término do processo de recristalização nota-se, predominantemente, grãos azuis pertencentes à fibra γ , uma vez que esta é típica de metais CCC recristalizados.

A partir das ODF apresentadas (Fig. 5.44 e 5.45) constata-se que as duas séries de amostras, recozidas a 650°C por diversos tempos, possuem em maior intensidade as componentes associadas à fibra α , indicando que a baixas temperaturas não se alcança o pleno desenvolvimento da fibra γ .

Considerando, ainda, o tratamento térmico a 650°C, a principal orientação encontrada na série 430-NR é a $\{112\}\langle 110 \rangle$, da mesma forma que nas amostras 430-R, exceto para o tempo de 86400 s, para o qual a orientação citada é substituída pela componente $\{557\}\langle 110 \rangle$. Esta substituição é devida a uma rotação de cerca de 27° ao longo da direção $\langle 110 \rangle$, conforme relatado por Raabe e Lücke [92] como um deslocamento típico na textura de recristalização de ligas compostas por carbonetos estáveis.

Nas amostras 430-NR e 430-R recozidas a 900 s e 3600 s, respectivamente, ambas para uma temperatura de 700°C, também nota-se a rotação da componente $\{112\}\langle 110 \rangle$ em termos da seção Φ . Entretanto, neste caso o deslocamento se dá de $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = (0^\circ, 35^\circ, 45^\circ)$ para $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = (0^\circ, 25^\circ, 45^\circ)$, gerando a orientação $\{113\}\langle 110 \rangle$, sendo esta encontrada também na série 430-NR recozida por 300 s a 750°C. Segundo Elsner [93], a componente $\{113\}\langle 110 \rangle$ se torna mais intensa

conforme o aumento da redução a frio, de forma que para reduções acima de 65% a textura de aços IF é dominada por esta orientação.

A componente $\{223\}\langle 110\rangle$ originada na etapa de laminação a frio está presente, ainda, nas amostras 430-R recozidas a 700°C por 900 s.

Ao final do recozimento para as temperaturas de 700°C e 750°C encontra-se, essencialmente, a fibra γ com máximos em $\{111\}\langle 121\rangle$ e $\{554\}\langle 225\rangle$. No caso das amostras 430-R recozidas a 750°C há a substituição da orientação $\{554\}\langle 225\rangle$ pela $\{111\}\langle 112\rangle$, sendo esta a principal componente da textura de recristalização de estruturas CCC [76].

Humphreys e Hatherly [14] ao discutirem a textura de deformação de materiais CCC definiram que a orientação $\{111\}\langle 121\rangle$ pertencente à fibra γ é equivalente à componente $\{111\}\langle 110\rangle$ associada à fibra α , de modo que a primeira encontra-se deslocada da segunda em 30° ao longo de ϕ_1 .

Diversos estudos têm discutido a preferência para que os primeiros núcleos se formem com uma orientação específica em termos da vantagem tanto da frequência (nucleação orientada) quanto do tamanho (crescimento orientado) dos mesmos [74, 88, 94, 95]. Diante disso, acredita-se que as componentes de deformação $\{001\}\langle 110\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$ relativas à fibra α possuem uma menor quantidade de energia armazenada em relação à fibra γ , o que favorece a nucleação preferencial dos grãos associados às orientações $\{111\}\langle uvw\rangle$, principalmente, nos contornos de grão e no interior das bandas de cisalhamento dos grãos deformados [76, 88].

Durante o processo de recristalização, os grãos deformados com orientação $\{112\}\langle 110\rangle$ são consumidos, preferencialmente, pelos grãos recristalizados $\{111\}\langle 112\rangle$, uma vez que a alta mobilidade destes últimos permite que seus núcleos cresçam de forma seletiva ao longo da matriz encruada [73]. Este comportamento é atribuído ao mecanismo de crescimento preferencial com base na relação de orientação 35° $\langle 110\rangle$ entre as duas componentes mencionadas [88].

Considerando que a orientação $\{554\}\langle 225\rangle$ é gerada a partir de uma rotação de 5° em termos de Φ em relação a $\{111\}\langle 112\rangle$ [75], presume-se que a recristalização do aço em estudo esteja baseada na combinação das teorias ON e SG e que os grãos recristalizados $\{554\}\langle 225\rangle$ possuam, conseqüentemente, uma vantagem dimensional em relação aos demais grãos recristalizados.

Segundo Verbeken e co-autores [95], a rotação de $26,5^\circ\langle 110\rangle$, entre as componentes $\{112\}\langle 110\rangle$ e $\{554\}\langle 225\rangle$, caracteriza-se por uma desorientação cristalográfica especial em termos da mobilidade dos contornos de grão, de forma que esta exerce um controle acentuado no mecanismo de crescimento seletivo ao término da recristalização.

Kestens e Jonas [96], durante seus estudos sobre aços ultrabaixo carbono, definiram algumas condições para que a teoria do crescimento seletivo seja adequadamente satisfeita.

Uma delas presume que deve haver uma relação direta entre a intensificação da componente preferencial e o enfraquecimento da componente de deformação, no caso de ambas estarem associadas à relação de orientação de crescimento rápido [96]. Esta condição é ressaltada no término da recristalização de ambas as séries recozidas a 700°C e 750°C , uma vez que se observa o aparecimento da componente $\{554\}\langle 225\rangle$ às custas da orientação $\{112\}\langle 110\rangle$ presente no material deformado.

Outra condição estabelecida pelos autores assume que a vantagem de crescimento de uma componente específica deve estar atribuída somente ao mecanismo de seleção e não à vantagem dimensional obtida no início do estágio de crescimento, isto quer dizer que os primeiros núcleos formados não estão, necessariamente, associados ao crescimento preferencial durante as etapas finais da recristalização [96]. Este comportamento também pode ser notado no material em estudo, visto que não se observa a presença da componente $\{554\}\langle 225\rangle$ associada à fibra γ no início do recozimento e nem mesmo na fase de formação dos primeiros núcleos.

De acordo com Lee [91], a presença da componente $\{554\}\langle 225\rangle$ nos últimos estágios do tratamento térmico torna-se mais intensa conforme o aumento da densidade da orientação $\{112\}\langle 110\rangle$ na textura de deformação a frio. Além disso, a adição de elementos estabilizadores favorece o desenvolvimento da textura de recristalização $\{111\}$, mais precisamente da orientação $\{554\}\langle 225\rangle$ [75].

Visto isso, constata-se que o mecanismo de crescimento seletivo exerce papel fundamental na evolução da fibra γ durante as etapas finais de recristalização de materiais submetidos a processos de deformação a frio [88].

A análise dos gráficos relativos à distribuição da fibra α no material recozido por 900 s para as três temperaturas avaliadas (Fig. 5.46) confirma algumas das observações feitas a partir das ODF.

Para a temperatura de 650°C o processo de recristalização encontra-se ainda em sua fase inicial, de modo que o principal pico encontrado localiza-se em $\Phi=35^\circ$ referente à componente $\{112\}\langle 110\rangle$, sendo este ainda mais intenso nas amostras não recozidas.

À medida que a temperatura aumenta este pico desloca-se para a direita, dado que para as amostras 430-NR recozidas a 700°C há a presença de um pico discreto em $\Phi=25^\circ$ relativo à orientação $\{113\}\langle 110\rangle$. Em contrapartida, para as amostras 430-R a maior intensidade de $f(g)$ está associada à seção de Φ entre 40° e 45°, o que compreende a componente $\{223\}\langle 110\rangle$ observada na respectiva ODF.

Considerando a temperatura de 750°C observa-se, para as duas séries, que a maior intensidade de $f(g)$ em $\Phi=55^\circ$ refere-se à orientação $\{111\}\langle 110\rangle$ equivalente à textura da fibra γ $\{111\}\langle 121\rangle$, conforme mencionado anteriormente.

A figura 5.47 apresenta o comportamento da fibra γ ao longo da seção ϕ_1 , no qual para a temperatura de 650°C são observados dois picos para as amostras 430-NR e 430-R, sendo o primeiro deles mais intenso e localizado em $\phi_1=15^\circ$ e o segundo em $\phi_1=65^\circ$. Esses dois picos são, ainda, observados nas amostras 430-R recozidas a 700°C. Em contraste, para a série 430-NR recozida a esta mesma temperatura nota-se a presença de um pico intenso em aproximadamente $\phi_1=30^\circ$ e de outro mais fraco em $\phi_1=65^\circ$ relativos, respectivamente, às componentes $\{111\}\langle 121\rangle$ e $\{554\}\langle 225\rangle$ assinaladas nas ODF.

Por fim, para a temperatura de 750°C o valor de $f(g)$ é mais acentuado na seção $\phi_1=35^\circ$ e entre 30° e 45° para as amostras 430-NR e 430-R, respectivamente. Além disso, nota-se a presença de um pico marcado em $\phi_1=90^\circ$ para ambas as séries estudadas.

6.6 Natureza dos Contornos de Grão

Nos últimos anos, Yan e colaboradores [64] têm investigado a distribuição característica dos contornos de grão (GBCD) dos aços inoxidáveis ferríticos a fim de estabelecer uma relação entre esse parâmetro e a textura cristalográfica destes.

Durante a fase inicial da recristalização é de se esperar que haja uma predominância dos contornos de grãos de baixo ângulo (LAGB), uma vez que há uma presença acentuada de subgrãos, conforme explicitado nas figuras 5.48 e 5.49 referentes à temperatura de 650°C. Uma fração substancial de contornos de alto ângulo (HAGB)

também se forma nesta fase devido ao acúmulo e rearranjo de deslocamentos em função da nucleação [97].

A variação de 50°C de um recozimento para outro faz que com a recristalização do material avance, de modo que a estrutura de subgrãos é substituída por grãos livres de deformação. Dessa forma, conforme a temperatura aumenta nota-se, para as duas séries de amostras, um aumento progressivo dos contornos de alto ângulo em detrimento do número de contornos de baixo ângulo. Além disso, a análise do gráfico GBCD (Fig. 5.48 e 5.49) comprova que a fração de contornos CSL também se torna maior à medida que a temperatura aumenta, indicando que alguns destes contornos especiais estão associados à evolução do processo de recristalização.

Uma avaliação mais aprofundada dos contornos de sítios coincidentes comprova que alguns valores de sigma estão diretamente relacionados com o processo de renovação da microestrutura do aço inoxidável ferrítico, visto que há uma variação de determinados contornos CSL conforme o aumento da temperatura de recozimento.

Os contornos $\Sigma 3$ e $\Sigma 13b$ foram os que sofreram uma alteração mais significativa com o aumento da temperatura, estando estes associados à uma desorientação de 60° e 27,8°, respectivamente, ambos em relação ao eixo $\langle 111 \rangle$.

Yan et al. [64] analisaram a evolução destes dois contornos CSL em um aço inoxidável ferrítico estabilizado com Nb e Ti. Em seus estudos, os autores definiram que os contornos do tipo $\Sigma 3$ possuem baixa energia e baixa mobilidade, de maneira que a formação deste contorno CSL só é possível através da energia motriz advinda da rotação dos grãos acompanhada das mudanças microestruturais ocorridas na laminação a frio e no recozimento.

Estes pesquisadores estabeleceram, ainda, uma relação direta entre o contorno $\Sigma 13b$ e a fibra γ encontrada no material recristalizado, uma vez que as duas principais componentes desta fibra, sendo elas $\{111\}\langle 112 \rangle$ e $\{111\}\langle 110 \rangle$, são caracterizadas por uma rotação de 30° $\langle 111 \rangle$ [64]. Diante disso, sugere-se que os contornos do tipo $\Sigma 13b$ estejam, portanto, relacionados às componentes $\{554\}\langle 225 \rangle$ e $\{111\}\langle 121 \rangle$ observados no material recozido a 700°C e 750°C por 14400 s e 900 s, respectivamente. Ainda em relação ao eixo $\langle 111 \rangle$, nota-se um aumento do valor de sigma $\Sigma 7$, com uma desorientação de 38,2°, a temperaturas elevadas.

Segundo Randle, as desorientações ao longo de $\langle 111 \rangle$ e $\langle 110 \rangle$ ocorrem com maior frequência devido à capacidade de os dois eixos originarem os planos $\{111\}$ relativos à

fibra γ . Neste aspecto, nota-se a intensificação dos contornos $\Sigma 9$ e $\Sigma 19a$ referentes à desorientação de $38,9^\circ$ e $26,5^\circ$, respectivamente, ao longo de $\langle 110 \rangle$, à medida que a temperatura de recozimento aumenta. O valor de sigma $\Sigma 11$ ($50,5^\circ \langle 110 \rangle$), embora apresente uma fração significativa, não é influenciado, consideravelmente, pela variação da temperatura.

Diversos estudos têm definido que a relação de orientação entre as componentes $\{112\} \langle 110 \rangle$ e $\{111\} \langle 112 \rangle$, observada na recristalização de metais e ligas CCC, apresenta uma proximidade considerável com a relação de desorientação do contorno de sítio coincidente $\Sigma 19a$ [73, 76, 88].

Segundo Verbeken e co-autores [95], a rotação de $26,5^\circ \langle 110 \rangle$, entre as componentes $\{112\} \langle 110 \rangle$ e $\{554\} \langle 225 \rangle$, caracteriza-se por uma desorientação cristalográfica especial em termos da mobilidade dos contornos de grão, de forma que o contorno CSL $\Sigma 19a$ exerce um controle acentuado no mecanismo de crescimento seletivo ao término da recristalização.

7. CONCLUSÕES

A discussão dos resultados obtidos acerca da cinética de recristalização e textura cristalográfica do aço inoxidável ferrítico AISI 430E estabilizado ao nióbio mediante os processos de laminação a frio e recozimento, bem como no estado de fornecimento sob duas condições distintas, conduz às seguintes conclusões:

- O processo de recozimento seguinte à laminação a quente exerce influência considerável na etapa de recozimento final, visto que a recristalização da série 430-R apresenta-se de forma mais lenta em comparação às amostras 430-NR;
- A temperatura do tratamento térmico exerce maior influência na cinética de amaciamento e de recristalização do material estudado em comparação com o tempo de recozimento;
- Os processos de nucleação e crescimento dos grãos ocorrem nas proximidades dos contornos de grão pré-existentes, de modo que \dot{N} e \dot{G} diminuem com o tempo e aumentam com a temperatura de recozimento;
- Os precipitados de nióbio desempenham um papel importante na evolução das etapas envolvidas na recristalização do aço inoxidável ferrítico;
- A etapa de recozimento após a laminação a quente retarda o amaciamento do material devido ao rearranjo das deslocações e alívio das tensões retidas no material previamente deformado;
- A cinética de recristalização de ambas as séries de amostras apresentou-se de forma semelhante no que se refere à quantificação da fração amaciada, bem como da fração recristalizada por metalografia quantitativa e análise EBSD;
- A evolução do diâmetro médio dos grãos recristalizados apresentou-se de forma mais acentuada nas amostras 430-NR, uma vez que, neste caso, a energia interna do material é superior à das amostras 430-R;
- Os gráficos relativos ao tamanho médio dos grãos recristalizados expõem uma variação dimensional homogênea dos mesmos conforme o tempo e a temperatura de recozimento avançam. O diâmetro médio dos grãos recristalizados das amostras 430-R é relativamente menor em comparação à série 430-NR para uma mesma condição de recozimento;

- Os valores médios relativos à energia de ativação das séries 430-NR e 430-R foram $359,2 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ e $428,1 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, respectivamente, sendo estes resultados elevados quando comparados com valores da literatura;
- A variável δ , com valores próximos a um, indica que a formação de novos núcleos no aço AISI 430 é influenciada diretamente pelo tempo de recozimento;
- A textura cristalográfica das amostras em condição de fornecimento é caracterizada pela presença das componentes $\{332\}\langle 113\rangle$ e $\{001\}\langle 110\rangle$ para ambas as séries de amostras. Nas amostras 430-R encontra-se, ainda, a orientação $\{112\}\langle 110\rangle$ relativa à fibra α ;
- O processo de conformação a frio promove o fortalecimento da fibra α na série 430-R com máximos em $\{001\}\langle 110\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$. Nas amostras 430-NR laminadas a frio nota-se um deslocamento da componente $\{112\}\langle 110\rangle$ originando a orientação $\{223\}\langle 110\rangle$;
- O aumento de 50°C na temperatura de recozimento exerce controle considerável no processo de renovação da microestrutura encruada, principalmente, nas amostras que não sofreram o recozimento após a laminação a quente;
- As duas séries de amostras, recozidas a 650°C por diversos tempos, possuem em maior intensidade as componentes associadas à fibra α , indicando que a baixas temperaturas não se alcança o pleno desenvolvimento da fibra γ ;
- Nas amostras 430-NR e 430-R recozidas a 900 s e 100 s, respectivamente, ambas para uma temperatura de 700°C , nota-se a rotação da componente $\{112\}\langle 110\rangle$ gerando a orientação $\{113\}\langle 110\rangle$, sendo esta encontrada também na série 430-NR recozida por 100 s a 750°C ;
- Ao final do recozimento para as temperaturas de 700°C e 750°C encontra-se, essencialmente, a fibra γ com máximos em $\{111\}\langle 121\rangle$ e $\{554\}\langle 225\rangle$. No caso das amostras 430-R recozidas a 750°C há a substituição da orientação $\{554\}\langle 225\rangle$ pela $\{111\}\langle 112\rangle$, sendo esta a principal componente da textura de recristalização de estruturas CCC;
- A recristalização do aço em estudo baseia-se na combinação das teorias ON e SG, de modo que os grãos recristalizados $\{554\}\langle 225\rangle$ apresentam uma vantagem dimensional em relação aos demais grãos recristalizados;
- Durante a fase inicial da recristalização há uma predominância dos contornos de grãos de baixo ângulo (LAGB). Conforme a temperatura do tratamento

térmico aumenta nota-se, para as duas séries de amostras, um aumento progressivo dos contornos de alto ângulo em detrimento da queda do número de contornos de baixo ângulo;

- A fração de contornos CSL se torna maior à medida que a temperatura aumenta, indicando que alguns destes contornos especiais estão associados à evolução do processo de recristalização;
- Os contornos $\Sigma 3$ e $\Sigma 13b$ sofreram uma alteração mais significativa com o aumento da temperatura;
- A componente $\{554\}\langle 225 \rangle$ é originada a partir da orientação $\{112\}\langle 110 \rangle$ presente no material deformado, sendo esta substituição associada ao contorno CSL $\Sigma 19a$ que exerce um controle acentuado no mecanismo de crescimento seletivo ao término da recristalização.

REFERÊNCIAS

- [1] G. Krauss, *Steels: Processing, Structure, and Performance*, Ohio: ASM International, 2005, p. 602 – Chap. 23.
- [2] R. Abbaschian, L. Abbaschian e R. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*, Stanford: Cengage Learning, 2009, p. 769.
- [3] A. F. Padilha e P. R. Rios, “Decomposition of austenite in austenitic stainless steels,” *ISIJ International*, vol. 42, p. 325–337, 2002.
- [4] A. F. Ferreira Filho, C. Herrera, R. L. Plaut e A. F. Padilha, “Evolução da textura cristalográfica de chapas de aço inoxidável ferrítico do tipo AISI 430 durante laminação a frio, recozimento e estampagem,” *Revista Escola de Minas*, vol. 61, p. 151–158, 2008.
- [5] R. Siqueira, H. Sandim, T. Oliveira e D. Raabe, “Composition and orientation effects on the final recrystallization texture of coarse-grained Nb-containing AISI 430 ferritic stainless steels,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 528, p. 3513–3519, 2001.
- [6] M. Aksoy, V. Kuzucu e M. Korkut, “The effect of niobium and homogenization on the wear resistance and some mechanical properties of ferritic stainless steel containing 17–18 wt.% chromium,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 91, p. 172–177, 1999.
- [7] J. Michalska e M. Sozanska, “Qualitative and quantitative analysis of σ and χ phases in 2205 duplex stainless steel,” *Materials Characterization*, vol. 56, p. 355–362, 2006.
- [8] J. Beddoes e J. G. Parr, *Introduction to stainless steel*, 3rd ed., Ohio: ASM International, 1999, p. 315.
- [9] Outokump Oyj., *Handbook of Stainless Steel*, Finland, 2013, p. 92.
- [10] H. R. Z. Sandim, J. F. C. Lins, A. L. Pinto e A. F. Padilha, “Recrystallization behavior of a cold-rolled niobium bicrystal,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 354, p. 217–228, 2003.

- [11] A. Padilha e F. Junior Siciliano, Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura, 3 ed. rev e ampl. ed., São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 2005, p. 232.
- [12] M. Löw, *Estudo do Desenvolvimento da Textura durante a Recristalização Primária de Aços Ferríticos por Difração de Raios X e Difração de Elétrons Retroespalhados*, São Paulo: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 2006, p. 156.
- [13] C. S. Lee, R. S. Smallman e B. J. Duggan, "The formation of cube-oriented material and its surrounding in cold rolled fcc metals," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 29, p. 43–48, 1993.
- [14] F. J. Humphreys e M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2nd ed., Oxford: Elsevier, 2004, p. 658.
- [15] C. S. Lee e B. J. Duggan, "Deformation banding and copper-type rolling textures," *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 41, p. 2691–2699, 1993.
- [16] D. Kuhlmann-Wilsdorf, "Regular deformation bands and the LEDS hypothesis," *Acta Materialia*, vol. 47, p. 1697–1712, 1999.
- [17] S. V. Harren, H. E. Déve e R. J. Asaro, "Shear band formation in plane strain compression," *Acta Metallurgica*, vol. 36, n. n. 9, p. 2435–2480, 1988.
- [18] R. Doherty, D. Hughes, F. Humphreys, J. Jonas, D. Juul Jensen, M. Kassner, W. King, T. Mcnelley, H. Mcquenn e A. Rollet, "Current issues in recrystallization: a review," *Materials Science and Engineering A*, vol. 238, p. 219–274, 1997.
- [19] H. R. Z. Sandim, "Heterogeneidades de deformação: uma visão microscópica," em *Textura e relações de orientação*, 2 ed., São Paulo, IPEN, 2003, p. 19–34.
- [20] D. A. Hughes e N. Hansen, "High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms," *Acta Materialia*, vol. 45, n. n. 9, p. 3871–3886, 1997.
- [21] R. P. Siqueira, *Efeitos de orientação na recristalização do aço inoxidável ferrítico AISI 430 com grãos grosseiros e estabilizado ao nióbio*, Lorena: Universidade de São Paulo, 2010, p. 169.

- [22] R. A. Vandermeer e B. B. Rath, "Modeling recrystallization kinetics in a deformed iron single crystal," *Metallurgical Transactions A*, vol. 20, p. 391–401, 1989.
- [23] H. W. Choi, Y. H. Kim, Y. H. Rim e Y. S. Yang, "Crystallization kinetics of lithium niobate glass: determination of the Johnson–Mehl–Avrami–Kolmogorov parameters," *Physical Chemistry Chemical Physics*, p. 9940–9946, 2013.
- [24] M. H. Alvi, S. Cheong, H. Weiland e A. D. Rollet, *Microstructural Evolution during Recrystallization in Hot Rolled Aluminum Alloy 1050*, Pittsburgh: Carnegie Mellon University, 2003, p. 7.
- [25] S. Chen, *Recovery and Recrystallization Kinetics in AA1050 and AA3003 Aluminium Alloys*, Netherlands: DUP Science, 2003, p. 185.
- [26] M. S. Kaiser, "Fractional Recrystallization Behaviour of Al-Mg Alloy with Different Sc Addition Content," *International Journal of Materials Science and Engineering*, vol. 2, n. 2, p. 136–140, 2014.
- [27] P. N. Kalu e D. R. Waryoba, "A JMAK-Microhardness Model for Quantifying the Kinetics of Restoration Mechanisms in Inhomogeneous Microstructure," *Materials Science and Engineering A*, vol. 464, p. 68–75, 2007.
- [28] P. L. O. Rossi e C. M. Sellars, "Quantitative Metallography of Recrystallization," *Acta Metallurgica*, vol. 45, p. 137–148, 1996.
- [29] J. Tarasiuk, P. Gerber e B. Bacroix, "Estimation of Recrystallized Volume Fraction from EBSD," *Acta Materialia*, vol. 50, p. 1467–1477, 2002.
- [30] N. Sun, X. Liu e K. Lu, "An Explanation to the Anomalous Avrami Exponent," *Scripta Materialia*, vol. 34, p. 1201–1207, 1996.
- [31] R. A. Vandermeer e B. B. Rath, "Microstructural modeling of recrystallization in deformed iron single crystals," *Metallurgical Transactions A*, vol. 20, p. 1933–1942, 1989.
- [32] W. Ye, R. Le Gall e G. Saindrenan, "A Study of the Recrystallization of an IF Steel by Kinetics Models," *Materials Science and Engineering A*, vol. 332, p. 41–46, 2002.

- [33] R. Dehoff, "Microstructural Evolution during Recrystallization," em *Annealing Processes- Recovery, Recrystallization and Grain Growth*, Roskilde, Risø National Laboratory, 1986, p. 35–52.
- [34] O. Engler e V. Randle, *Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping*, Boca Raton: CRC Press, 2000.
- [35] A. J. Wilkinson e P. B. Hirsch, "Electron diffraction based techniques in scanning electron microscopy of bulk materials," *Micron*, vol. 28, p. 279–308, 1997.
- [36] V. Randle, "Theoretical Framework for Electron Backscatter Diffraction," em *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, New York, Kluwer Academic / Plenum Publishers, 2000, p. 19–30.
- [37] B. L. Adams, S. I. Wright e K. Karsten, "Orientation imaging: The emergence of a new microscopy," *Metallurgical Transactions A*, vol. 24, n. 4th ed., p. 819–831, 1993.
- [38] OXFORD Instruments, *EBSD Explained: from data acquisition to advanced analysis*, 2015, p. 24.
- [39] D. Stojakovic, "Electron backscatter diffraction in materials characterization," *Processing and Application of Ceramics*, vol. 6, p. 1–13, 2012.
- [40] EDAX® / AMETEK®, *Introduction to OIM Analysis*, p. 34.
- [41] T. Maitland e S. Sitzman, "Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples," *Scanning Microscopy for Nanotechnology - Techniques and Applications*, New York, Springer, 2007, p. 41–75.
- [42] EDAX® / AMETEK®, *TSL OIM Analysis 6.0*.
- [43] A. A. Gazder, F. Al-Harbi, H. T. Spanke, D. Mitchell e E. Pereloma, "A correlative approach to segmenting phases and ferrite morphologies in transformation-induced plasticity steel using electron back-scattering diffraction and energy dispersive X-ray spectroscopy," *Ultramicroscopy*, vol. 147, p. 114–132, 2014.
- [44] K. Radwanski, "Application of FEG-SEM and EBSD Methods for the Analysis of the Restoration Processes Occurring During Continuous Annealing of Dual-Phase Steel Strips," *Steel Research International*, vol. 85, n. 9999 ed., p. 1–12, 2015.

- [45] H.-J. Bunge, *Texture Analysis in Materials Science - Mathematical Methods*, Göttingen: Cuvillier Verlag, 1993, p. 595.
- [46] S. Wright, J. Friel e S. Stizman, "Grain Size by EBSD (Electron Backscatter Diffraction)," EDAX® / AMETEK®, 2013.
- [47] S. Suwas e R. K. Ray, "Crystallographic Texture of Materials," em *Engineering Materials and Processes*, New York, Springer, 2014, p. 260.
- [48] K. Fujiyama, K. Mori, D. Kaneko, H. Kimachi, T. Saito, R. Ishii e T. Hino, "Creep damage assessment of 10Cr-1Mo-1W-VNbN steel forging through EBSD observation," *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, vol. 86, p. 570–577, 2009.
- [49] N. Allain-Bonasso, F. Wagner, S. Berbeni e D. P. Field, "A study of heterogeneity of plastic deformation in IF steel by EBSD," *Materials Science Engineering A*, vol. 548, p. 56–63, 2012.
- [50] L. Saraf, "Kernel Average Misorientation Confidence Index Correlation from FIB Sliced Ni-Fe-Cr Alloy Surface," *Microscopy and Microanalysis*, vol. 17, p. 424–425, 2011.
- [51] S. Zaefferer, P. Romano e F. Friedel, "EBSD as a tool to identify and quantify bainite and ferrite in low-alloyed Al-TRIP steels," *Journal of Microscopy*, vol. 230, p. 499–508, 2008.
- [52] C. Reip, R. Flender e M. Frommert, "EBSD Analysis of Complex Microstructures of CSP Processed Low Carbon Micro-Alloyed Steels," em *Characterization of Minerals, Metals and Materials*, Hoboken - New Jersey, Wiley, 2012, p. 11–18.
- [53] J. Frave, Y. Koizumi, A. Chiba, B. Frabegue e E. Maire, "Recrystallization of L-605 Cobalt Superalloy during Hot-Working Process," em *3rd International Symposium on High Temperature Metallurgical Processing*, Hoboken - New Jersey, Wiley, 2012, p. 257–264.
- [54] K.-M. Lee, M.-Y. Huh e O. Engler, "Quantitative Analysis of Micro-Textures during Recrystallization in an Interstitial-Free Steel," *Steel Research International*, vol. 83, p. 919–926, 2012.

- [55] N. Peranio, Y. J. Li, F. Roters e D. Raabe, "Microstructure and texture evolution in dual-phase steels: Competition between recovery, recrystallization, and phase transformation," *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, p. 4161–4168, 2010.
- [56] D.-I. Kim, K. H. Oh e H.-C. Lee, "Statistical analysis on the development of recrystallization texture in IF," *Material Science Forum*, vol. 408–412, p. 839–844, 2002.
- [57] H.-J. Bunge, "Physical versus Mathematical Aspects in Texture Analysis," *Textures and Microstructures*, vol. 25, p. 71–108, 1996.
- [58] E. J. Mittemeijer, *Fundamentals of Materials Science - The Microstructure–Property Relationship Using Metals as Model System*, New York: Springer, 2010.
- [59] J. F. C. Lins, H. R. Z. Sandim, D. Raabe e K. S. Vecchio, "Recristalização Dinâmica em Bandas de Cisalhamento Adiabáticas Induzidas num Aço IF," *III Workshop de Textura*, p. 47–60, 2006.
- [60] M. A. Mohtabi-Bonab, M. Eskandari e J. A. Szpunar, "Texture, local misorientation, grain boundary and recrystallization fraction in pipeline steels related to hydrogen induced cracking," *Materials Science and Engineering A*, vol. 620, p. 97–106, 2015.
- [61] C. S. C. Viana e A. S. Paula, "Textura de Deformação," em *Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão*, São Paulo, Editora da Universidade de São Paulo, 2001, p. 23–37.
- [62] B. Verlinden, J. Driver, I. Samajdar e R. Doherty, *Thermo-Mechanical Processing of Metallic Materials*, Elsevier Science, 2007, p. 560.
- [63] V. Randle, "The coincidence site lattice and the 'sigma enigma'," *Materials Characterization*, vol. 47, p. 411–416, 2001.
- [64] H. Yan, H. Bi, X. Li e Z. Xu, "Microstructure and texture of Nb+Ti stabilized ferritic stainless steel," *Material Characterization*, vol. 59, p. 1741–1746, 2008.
- [65] V. Randle, "'Special' boundaries and grain boundary plane engineering," *Scripta Materialia*, vol. 54, p. 1011–1015, 2006.

- [66] EDAX® / AMETEK®, "OIM Analysis," *Users Manual*, 2001.
- [67] H. Hu, "Texture of Metals," *Texture*, vol. 1, p. 233–258, 1974.
- [68] C. Viana, *Textura Cristalográfica*, Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2002, p. 35.
- [69] G. Gottstein, *Physical Foundations of Materials Science*, Berlin: Springer-Verlag, 2004.
- [70] M. Hölscher, D. Raabe e K. Lücke, "Rolling and Recrystallization Texture of BCC Steels," *Steel Research*, vol. 62, n. n. 12, p. 567–575, 1991.
- [71] D. Raabe, "On the influence of the chromium content on the evolution of rolling textures in ferritic stainless steels," *Journal of Material Science*, vol. 31, p. 3839–3845, 1996.
- [72] D. Raabe, "Overview on basic types of hot rolling textures of steels," *Steel Research International*, vol. 74, p. 327–337, 2003.
- [73] D. Raabe e K. Lücke, "Texture of ferritic stainless steels," *Materials Science and Technology*, vol. 9, p. 302–312, 1993.
- [74] I. Samajdar e R. D. Doherty, "Role of S[(123)<634>] Orientation in the Preferred Nucleation of Cube Grains in Recrystallization of FCC Metals," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 32, n. n. 6, p. 845–850, 1995.
- [75] H. Inagaki, "Fundamental Aspect of Texture Formation in Low Carbon Steel," *ISIJ International*, vol. 34, p. 313–321, 1994.
- [76] M.-Y. Huh e O. Engler, "Effect of intermediate annealing on texture, formability and ridging of 17%Cr ferritic stainless steel sheet," *Materials Science and Engineering A*, vol. 308, p. 74–87, 2001.
- [77] A. Haldar, S. Suwas e D. Bhattacharjee, *In Proceedings:*, Jamshedpur: Springer, 2008, p. 508.
- [78] D. Lewis e F. Pickering, "Development of recrystallization textures in ferritic stainless steels and their relationship to formability," *Metals Technology*, p. 264–273, 1983.

- [79] ASTM E562-08e1, *Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count*, West Conshohocken: ASTM International, 2011.
- [80] A. Ferreira, D. Carmo, D. Escobar e D. Santos, “Estudo Comparativo de Métodos de Avaliação da Recristalização para o Aço Inoxidável Ferrítico AISI 430E,” *Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração*, vol. 11, p. 260–266, 2014.
- [81] V. Randle, “Mechanism of twinning-induced grain boundary engineering in low stacking-fault energy materials,” *Acta Materialia*, vol. 47, p. 4187–4196, 1999.
- [82] C. M. Gonçalves, *Cinética da Recristalização e Evolução da Textura em Aço Inoxidável Ferrítico AISI 430 Estabilizado com Nióbio, Laminado a Frio e Submetido a Recozimentos Isotérmicos*, Belo Horizonte: Universidade Federal de Belo Horizonte, 2015, p. 118.
- [83] C. Sinclair, J.-D. Mithieux, J.-H. Schmitt e Y. Bréchet, “Recrystallization of Stabilized Ferritic Stainless Steel Sheet,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 36, p. 3205–3215, 2005.
- [84] S. F. Medina e Q. A., “Improved Model for Static Recrystallization Kinetics of Hot Deformed Austenite in Low Alloy and Nb/V Microalloyed Steels,” *ISIJ International*, vol. 41, p. 774–781, 2001.
- [85] K. Mukunthan e E. Hawbolt, “Modeling Recovery and Recrystallization Kinetics in Cold-Rolled Ti-Nb Stabilized Interstitial-Free Steel,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27, p. 3410–3423, 1996.
- [86] Z. Larouk e H. Bouhalais, “Recrystallization behavior of a low carbon steel wire,” *Physcs Procedia*, vol. 2, p. 1223–1229, 2009.
- [87] N. Radović, D. Drobñjak e K. Raić, “Determination of Activation Energy for Static Recrystallization using Multipass Continuous Cooling Torsion Test,” *Association of Metallurgical Engineers of Serbia*, vol. 15, p. 99–104, 2009.
- [88] F. Gao, F.-X. Yu, R. Misra, X.-J. Zhang, S.-M. Zhang e Z.-Y. Liu, “Microstructure, Texture, and Deep Drawability Under Two Different Cold-Rolling Processes in Ferritic Stainless Steel,” *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 24, p. 3862–3880, 2015.

- [89] M. Yantaç, W. T. Roberts e D. V. Wilson, "Texture Development in Ferritic Stainless Steel Sheet," *Texture*, vol. 1, p. 71–86, 1972.
- [90] I. L. Dillamore, E. Butler e D. Green, "Crystal Rotations under Conditions of Imposed Strain and the Influence of Twinning and Cross-Slip," *Metal Science*, vol. 2, p. 161–167, 1968.
- [91] D. N. Lee e H. N. Han, "Recrystallization Textures of Metals and Alloys," em *Recent Developments in the Study of Recrystallization*, P. Wilson, Ed., InTech, 2013, p. 3–59.
- [92] D. Raabe e K. Lücke, "Selective Particle Drag during Primary Recrystallization of Fe-Cr alloys," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 26, p. 19–24, 1992.
- [93] A. Elsner, R. Kaspar, D. Ponge, D. Raabe e S. Van Der Zwaag, "Recrystallisation Texture of Cold Rolled and Annealed IF Steel Produced from Ferritic Rolled Hot Strip," *Materials Science Forum*, vol. 467–470, p. 257–262, 2004.
- [94] A. Elsner, R. Kaspar, D. Ponge, D. Raabe e S. Van Der Zwaag, "Recrystallisation Texture of Cold Rolled and Annealed IF Steel Produced from Ferritic Rolled Hot Strip," *Materials Science Forum*, vol. 467, p. 257–262, 2004.
- [95] K. Verbeken, L. Kestens e J. Jonas, "Microtextural study of orientation change during nucleation and growth in a cold rolled ULC steel," *Scripta Materialia*, vol. 48, p. 1457–1462, 2003.
- [96] L. Kestens e J. Jonas, "Deep Drawing Textures in Low Carbon Steels," *Metals and Materials*, vol. 5, p. 419–427, 1999.
- [97] T. Watanabe, "The importance of grain boundary character distribution (GBCD) to recrystallization, grain growth and texture," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 27, p. 1497–1502, 1992.