

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Dissertação de Mestrado

**“INFLUÊNCIA DA TAXA DE AQUECIMENTO DO TRATAMENTO TÉRMICO
FINAL NA MICROESTRUTURA E TEXTURA DO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO AISI
430 ESTABILIZADO AO NIÓBIO”**

Autor: Daniella Gomes Rodrigues

Orientadores: Eng. Dr. Tarcísio Reis de Oliveira

Prof^a. Dra. Berenice Mendonça Gonzalez

Fevereiro de 2013

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas.

Daniella Gomes Rodrigues

**“INFLUÊNCIA DA TAXA DE AQUECIMENTO DO TRATAMENTO TÉRMICO
FINAL NA MICROESTRUTURA E TEXTURA DO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO AISI
430 ESTABILIZADO AO NIÓBIO”**

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

Área de concentração: Metalurgia Física

Orientadores: Eng. Dr. Tarcísio Reis de Oliveira

Prof^a. Berenice Mendonça Gonzalez

**Belo Horizonte - Minas Gerais
Escola de Engenharia da UFMG**

2013

Agradecimentos

Agradeço a Deus, pela saúde, pela força e pela oportunidade.

Ao Dr.Tarcísio Reis de Oliveira, pela orientação, incentivo, confiança, e oportunidade de realização deste trabalho.

À professora Berenice Gonzalez pela orientação, motivação, confiança, disponibilidade e oportunidade de realização deste trabalho.

A todos os técnicos do Centro de Pesquisa da Aperam South America pelo apoio, colaboração técnica e pela ótima receptividade. Em especial, a Luciana Favarato, Michela Barony, Anderson Jonne, Paulo José, Robson Lopes, Hamlet Geraldo, Matusalém Egidio, e Ricardo José Costa .

Ao técnico pesquisador, Cláudio Alcântara pela colaboração técnica, empenho, apoio e dedicação para a realização deste projeto.

Aos pesquisadores do Centro de Pesquisa da Aperam South America que contribuíram de forma direta e indireta para este projeto. Em especial, ao Willian Labiapari, Hélio Alves, Dirceni de Souza Costa e Amorim, José Rogério de Oliveira e Fabrício Alcântara pelas sugestões e discussões.

A Ariane Moura Neves e Ketly Pontes pela colaboração com o Software OIM.

Aos técnicos do Centro de Microscopia da Universidade Federal de Minas Gerais pelo apoio técnico. Em especial, a Paola Ferreira Barbosa, Breno Barbosa Moreira e Roberto Lois.

À minha família e ao Geovane, que sempre me apoiaram em todos os momentos.

A Fapemig pelo fomento.

Sumário

Agradecimentos	ii
Sumário.....	iii
Índice de figuras.....	v
Índice de tabelas	xiii
Índice de notações	xiv
Resumo.....	xv
Abstract.....	xvi
CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 2: OBJETIVOS	3
CAPÍTULO 3: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1 Aços inoxidáveis	4
3.2 Aços inoxidáveis ferríticos.....	4
3.4 Evolução da microestrutura.....	8
3.4.1 Estado encruado	8
3.4.2 Estado recozido	10
3.5 Textura dos aços inoxidáveis ferríticos.....	13
3.6 Efeito da taxa de aquecimento na microestrutura, recristalização e na textura de recristalização.....	18
3.7 Fenômeno de estriamento e coeficiente de anisotropia.....	22
3.7.1 Fenômeno de estriamento	22
3.7.2 Coeficiente de anisotropia.....	25
CAPÍTULO 4: METODOLOGIA.....	28
4.1 Materiais	28
4.2 Método	29
4.2.1 Recozimento	29
4.2.2 Caracterização das amostras.....	35

4.2.3 Caracterização da microestrutura, microtextura, macrotextura e propriedades mecânicas.....	35
CAPÍTULO 5: RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
5.1 Resultados.....	46
5.1.1 Microscopia ótica	46
5.1.2 Macrotextura e microtextura.....	57
5.1.3 Propriedades mecânicas e coeficiente de anisotropia	114
5.1.4 Dureza	119
5.1.5 Grau de estriamento	120
5.2 Discussão	122
5.2.1 Bobina laminada a quente.....	122
5.2.2 Bobina laminada a frio.....	122
5.2.3 Efeito da taxa de aquecimento na microestrutura: recristalização e tamanho de grão recristalizado.....	123
5.2.4 Efeito da taxa de aquecimento na textura	124
5.2.5 Efeito da taxa de aquecimento nas propriedades mecânicas	129
5.2.6 Efeito no coeficiente de anisotropia.....	130
5.2.7 Efeito da taxa de aquecimento no grau de estriamento.....	132
5.2.8 Comparativo entre o resultado de laboratório e o industrial.....	132
CAPÍTULO 6: CONCLUSÕES	133
CAPÍTULO 7: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	135
CAPÍTULO 8: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	136

Índice de figuras

Figura 3.1: Diagrama de fase do sistema Fe-Cr.	5
Figura 3.2: Efeito do teor de C e N na extensão do campo da fase γ	7
Figura 3.3: Bandas de deformação e bandas de cisalhamento ^[12] . Adaptado de (Humphreys, 2004).	9
Figura 3.4: Representação esquemática para pequenas ou médias deformações e para altas deformações ^[15]	10
Figura 3.5: Nucleação dos novos grãos ao longo da banda de cisalhamento nas amostras com 80% de redução e recozimento em 800°C por 15 minutos ^[18]	12
Figura 3.6: Efeito da temperatura de recozimento em um aço inoxidável AISI 430 estabilizado ao nióbio: a) recozido em 750°C, b) 800°C e c) 850°C ^[19]	13
Figura 4.7: Representação das fibras no espaço de Euler reduzido ^[16]	13
Figura 4.8: Intensidade da fibra α ao longo da espessura ^[16]	15
Figura 3.9: Intensidade da componente $\{011\}\langle 100 \rangle$ ao longo da espessura ^[16]	15
Figura 3.10: Representação esquemática da taxa de nucleação e a dependência da orientação ^[22]	16
Figura 3.11: Influência do grau de deformação na fibra α : a) no centro da espessura e b) próximo a superfície ^[16]	17
Figura 3.12: Nucleação de grãos com orientação $\{111\}\langle 112 \rangle$ em grãos com orientação $\{111\}\langle 110 \rangle$ e $\{112\}\langle 110 \rangle$ ^[23]	18
Figura 3.13: Evolução da dureza, início (↗) e final (↘) da recristalização em função da taxa de aquecimento ^[26]	19
Figura 3.14: Efeito da taxa de aquecimento na textura de recristalização $\langle 111 \rangle \parallel \text{DN}$ ^[27]	20
Figura 3.15: Efeito da taxa de aquecimento na temperatura para recristalização ^[27]	21
Figura 3.16: Mudança da fibra ε com a taxa de aquecimento; a) amostra com grãos grosseiros e b) grãos finos ^[25]	22
Figura 3.17: Fenômeno de estriamento em um aço inoxidável ferrítico ^[30]	22
Figura 3.18: Modelo para o fenômeno de estriamento proposto por Takechi e colaboradores ^[32]	24
Figura 3.19: Perfil de rugosidade: a) sem recozimento intermediário e b) com recozimento intermediário ^[20]	24
Figura 3.20: Correlação entre \bar{R} e a razão da intensidade da textura $\langle 111 \rangle / \langle 001 \rangle$ ^[22]	26

Figura 3.21: ODF das amostras CRP e WRP; a) CRP; b) WRP. Seção de $\phi_2=45^\circ$ [23]	27
Figura 4.1:Fornos utilizados no recozimento. a) Combustol. b) EDG.....	29
Figura 4.2: Taxas de aquecimento do recozimento da bobina laminada a frio.....	30
Figura 4.3: Posição da base dentro dos fornos. a) Combustol. b) EDG.....	31
Figura 4.4: Ciclo de recozimento para taxa de aquecimento de 0,10°C/s com interrupção em 780°C, 830°C e 880°C.	32
Figura 4.5: Ciclo de recozimento para taxa de aquecimento de 6,8°C/s com interrupção em 780°C, 830°C e 880°C.	33
Figura 4.6: Ciclo de recozimento para taxa de aquecimento de 23,5°C/s com interrupção em 780°C, 830°C e 880°C.	34
Figura 4.7: Ciclo de recozimento para taxa de aquecimento de 41,5°C/s com interrupção em 780°C, 830°C e 880°C	34
Figura 4.8:Equipamentos utilizados na preparação. a) Lixadeira; b) máquina de embutir; c) poltriz.....	36
Figura 4.9 : Microscópio ótico LEICA.	37
Figura 4.10:Microscópio eletrônico de varredura PHILIPS XL-30.....	39
Figura 4.11: Amostra para análise no difratômetro de Raios-X.....	40
Figura 4.12: Difratômetro X'Pert PRO MPD Philips.....	41
Figura 4.13: Posição de retirada das amostras em relação a direção de laminação.....	42
Figura 4.14: Corpo-de-prova para ensaio de tração.	42
Figura 4.15: Máquina de ensaio de tração INSTRON 5582.....	43
Figura 4.16: Padrão interno de grau de estriamento para o aço AISI 430 estabilizado ao nióbio.	44
Figura 4.17: Durômetro Instron, modelo Wolpert 930.	45
Figura 5.1: Micrografia da bobina laminada a quente: a) espessura completa; b) região central. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.	46
Figura 5.2: Micrografias da BF encruada: a) para toda espessura; b) próxima à superfície; c) centro. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.	47
Figura 5.3: Micrografias da BF recozida com taxa de 0,10°C/s: a) retirada em 780°C; b) retirada em 830°C; c) retirada em 880°C; d) retirada após encharque de 24s. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.	49

Figura 5.4: Micrografias da BF recozida com taxa de 6,8°C/s: a) retirada em 780°C; b) retirada em 830°C; c) retirada em 880°C; d) retirada após encharque de 24s. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.	51
Figura 5.5: Micrografias da BF recozida com taxa de 23,5°C/s: a) retirada em 780°C; b) retirada em 830°C; c) retirada em 880°C; d) retirada após encharque de 24s. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.	53
Figura 5.6: Micrografias da BF recozida com taxa de 41,5°C/s: a) retirada em 780°C; b) retirada em 830°C; c) retirada em 880°C; d) retirada após encharque de 24s. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.	55
Figura 5.7: Micrografia da amostra recozida na planta industrial: a) espessura completa; b) região central. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.	56
Figura 5.8: Mapa de orientação dos grãos da bobina laminada a quente.	58
Figura 5.9: Variação das componentes de cisalhamento ao longo da espessura da bobina laminada a quente, paralelo um mapa com as respectivas orientações.	58
Figura 5.10: ODF para seção de $\varphi_2=45^\circ$ para a bobina laminada a quente, espessura completa.	59
Figura 5.11: ODF para seção de $\varphi_2=45^\circ$ para a bobina laminada a quente: a) região 0 a 25% e b) região 25% a 50%.	59
Figura 5.12: Fração volumétrica das fibras ao longo da espessura da bobina laminada a quente.	60
Figura 5.13: ODF da superfície para a amostra laminada a frio com 85% de redução para seção de $\varphi_2=45^\circ$	61
Figura 5.14: ODF para 20% abaixo da superfície para a amostra laminada a frio com 85% de redução, para seção de $\varphi_2=45^\circ$	61
Figura 5.15: ODF para o meio da espessura da amostra laminada a frio com 85% de redução, para seção de $\varphi_2=45^\circ$	62
Figura 5.16: Intensidade das componentes da fibra α em relação a posição ao longo da espessura.	63
Figura 5.17: Intensidade das componentes da fibra γ em relação a posição ao longo da espessura.	63
Figura 5.18: Mapeamento da região central: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°	65

Figura 5.19: Perfil de diferença de orientação no grão com orientação (112)[110] e no grão com orientação (111)[132]: a) perfil ao longo de DL no grão (112)[110] ; b) perfil ao longo de DN no grão (112)[110] ; c) perfil ao longo de DL no grão (111)[132]; d) perfil ao longo de DN no grão (111)[132].	66
Figura 5.20: ODF da região central da amostra com 85% de redução a frio. Seção de $\varphi_2=45^\circ$	67
Figura 5.21: Mapa de orientação para o recozimento com taxa de aquecimento 0,10°C/s: a) amostra retirada em 780°C; b) amostra retirada em 830°C; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com encharque de 24s.	68
Figura 5.22: Relação entre a temperatura de interrupção do recozimento e a fração volumétrica das fibras para a taxa de aquecimento de 0,10°C/s.	69
Figura 5.23: ODF para o recozimento com taxa de aquecimento de 0,10°C/s. a) amostra retirada em 780°C; b) amostra retirada em 830°C; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com tempo de encharque de 24s. Seção de $\varphi_2=45^\circ$	70
Figura 5.24: Diagrama da fibra α para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de 0,10°C/s e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C.	70
Figura 5.25: Diagrama da fibra γ para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de 0,10°C/s e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C.	71
Figura 5.26: Mapa de orientação para o recozimento com taxa de aquecimento 6,8°C/s. a) amostra retirada em 780°C; b) amostra retirada em 830°C; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com encharque de 24s.	72
Figura 5.27: Relação entre a temperatura de interrupção do recozimento e a fração volumétrica das fibras para a taxa de aquecimento de 6,8°C/s.	73
Figura 5.28: ODF para o recozimento com taxa de aquecimento de 6,8°C/s: a) amostra retirada em 780°C; b) amostra retirada em 830°C; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com tempo de encharque de 24s. Seção de $\varphi_2=45^\circ$	74
Figura 5.29: Diagrama da fibra α para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de 6,8°C/s e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C.	75
Figura 5.30: Diagrama da fibra γ para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de 6,8°C/s e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C.	76

Figura 5.31: Mapeamento próximo à superfície: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°	77
Figura 5.32: Grãos recristalizados no interior da matriz: a) orientação (111)112; b) (112)[110]. Contorno $\psi > 15$ em preto e $\psi < 15$ em branco.	78
Figura 5.33: Mapeamento em 20% abaixo da superfície: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°	80
Figura 5.34: Mapeamento no centro da espessura: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°	81
Figura 5.35: Grãos recristalizados em torno do precipitado. Contorno $\psi > 15$ em preto e $\psi < 15$ em branco.	82
Figura 5.36: ODFs da amostra retirada em 780°C recozida com taxa de $6,8^\circ\text{C/s}$: a) próximo a superfície; b) 20% abaixo da superfície; c) região central. Seção de $\phi_2 = 45^\circ$	83
Figura 5.37: Diagrama da fibra α para as três regiões da amostra retirada em 780°C e recozida com taxa de $6,8^\circ\text{C/s}$	83
Figura 5.38: Diagrama da fibra γ para as três regiões da amostra retirada em 780°C e recozida com taxa de $6,8^\circ\text{C/s}$	84
Figura 5.39: Mapa de orientação para o recozimento com taxa de $23,5^\circ\text{C/s}$: a) amostra retirada em 780°C ; b) amostra retirada em 830°C ; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com encharque de 24s.	85
Figura 5.40: Relação entre a temperatura de interrupção do recozimento e a fração volumétrica das fibras para a taxa de aquecimento de $23,5/s$	86
Figura 5.41: ODF para o recozimento com taxa de $23,5^\circ\text{C/s}$: a) amostra retirada em 780°C ; b) amostra retirada em 830°C ; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com tempo de encharque de 24s. Seção de $\phi_2 = 45^\circ$	87
Figura 5.42: Diagrama da fibra α para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de $23,5^\circ\text{C/s}$ e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C	88
Figura 5.43: Diagrama da fibra γ para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de $23,5^\circ\text{C/s}$ e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C	88

Figura 5.44: Mapeamento da superfície: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°	90
Figura 5.45: Mapeamento em 20% abaixo da superfície: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°	91
Figura 5.46: Mapeamento da região da central: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°	93
Figura 5.47: ODFs da amostra retirada em 780°C recozida com taxa de $23,5^\circ\text{C/s}$: a) próximo a superfície; b) 20%abaixo da superfície; c) região central. Seção de $\varphi_2=45^\circ$	94
Figura 5.48: Diagrama da fibra α para as três regiões da amostra retirada em 780°C e recozida com taxa de $23,5^\circ\text{C/s}$	95
Figura 5.49: Diagrama da fibra γ para as três regiões da amostra retirada em 780°C e recozida com taxa de $23,5^\circ\text{C/s}$	95
Figura 5.50: Mapa de orientação para o recozimento com taxa de $41,5^\circ\text{C/s}$: a) amostra retirada em 780°C ; b) amostra retirada em 830°C ; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com encharque de 24s.	96
Figura 5.51: Relação entre a temperatura de interrupção do recozimento e a fração volumétrica das fibras para a taxa de aquecimento de $41,5^\circ\text{C/s}$	97
Figura 5.52: ODF para o recozimento com taxa de $41,5^\circ\text{C/s}$: a) amostra retirada em 780°C ; b) amostra retirada em 830°C ; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com tempo de encharque de 24s. Seção de $\varphi_2=45^\circ$	98
Figura 5.53: Diagrama da fibra α para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de $41,5^\circ\text{C/s}$ e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C	99
Figura 5.54: Diagrama da fibra γ para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de $41,5^\circ\text{C/s}$ e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C	100
Figura 5.55: Mapeamento da superfície: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°	102
Figura 5.56: Mapeamento de 20% abaixo da superfície: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°	103

Figura 5.57: Mapeamento da região central: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15° .	104
Figura 5.58: ODFs da amostra retirada em 780°C recozida com taxa de $41,5^\circ\text{C/s}$: a) próximo a superfície; b) 20%abaixo da superfície; c) região central. Seção de $\varphi_2=45^\circ$.	105
Figura 5.59: Diagrama da fibra α para as três regiões da amostra retirada em 780°C e recozida com taxa de $41,5^\circ\text{C/s}$.	106
Figura 5.60: Diagrama da fibra γ para as três regiões da amostra retirada em 780°C e recozida com taxa de $41,5^\circ\text{C/s}$.	106
Figura 5.61: Mapeamento da superfície da amostra retirada em 830°C : a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15° .	108
Figura 5.62: Mapeamento de 20% abaixo da superfície da amostra retirada em 830°C : a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15° .	109
Figura 5.63: Mapeamento da região central da amostra retirada em 830°C : a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15° .	110
Figura 5.64: ODFs das da amostra retirada em 830°C recozida com taxa de $41,5^\circ\text{C/s}$: a) próximo a superfície; b) 20%abaixo da superfície; c) região central. Seção de $\varphi_2 = 45^\circ$.	111
Figura 5.65: Diagrama da fibra α para as três regiões da amostra retirada em 830°C e recozida com taxa de $41,5^\circ\text{C/s}$.	112
Figura 5.66: Diagrama da fibra γ para as três regiões da amostra retirada em 830°C e recozida com taxa de $41,5^\circ\text{C/s}$.	112
Figura 5.67: Mapa de orientação da amostra recozida industrialmente com taxa de aquecimento de $23,5^\circ\text{s}$.	113
Figura 5.68: ODF para o recozimento com taxa de $23,5^\circ\text{C/s}$ na planta industrial. Seção de $\varphi_2=45^\circ$.	114
Figura 5.69: Relação do limite de escoamento com a taxa de aquecimento. Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.	115
Figura 5.70: Relação do limite de resistência com a taxa de aquecimento. Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.	116

Figura 5.71:Relação do alongamento total com a taxa de aquecimento. Resultados do recozimento industrial na cor vermelha. O erro relativo máximo do alongamento foi de 10%.....	117
Figura 5.72: Efeito da taxa de aquecimento no coeficiente de anisotropia normal médio.	118
Figura 5.73: Efeito da taxa de aquecimento no coeficiente de anisotropia planar.....	118
Figura 5.74: Influência da taxa de aquecimento na dureza de todas as amostras.	119
Figura 5.75: Aspecto das estrias nas amostras com 15% de deformação recozidas com taxa de: a) 0,10°C/s; b) 6,8°C/s; c) 23,5°C/s; d) 41,5°C/s; e) 23,5°C/s (industrial).....	121
Figura 5.76:Efeito da taxa de aquecimento na fração volumétrica da fibras. Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.	125
Figura 5.77:Influência da taxa de aquecimento na intensidade das componentes da fibra γ . Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.	126
Figura 5.78:Influência da taxa de aquecimento na intensidade das componentes da fibra α . Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.....	127
Figura 5.79: Mudanças na fibra ϵ com a taxa de aquecimento nas amostras recozidas com ciclo de recozimento completo. Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.	128
Figura 5.80: Relação do tamanho de grão recristalizado com o limite de escoamento... ..	130
Figura 5.81: Relação da razão da fibra Gama e a fibra Teta com o coeficiente de anisotropia normal médio. Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.	131

Índice de tabelas

Tabela 3.1: Efeito dos elementos nas propriedades dos aços inoxidáveis ferríticos ^[7]	6
Tabela 3.2: Fibras para os metais e ligas CCC ^[17]	14
Tabela 4.1: Composição química do aço AISI 430 estabilizado ao nióbio (% em massa).28	
Tabela 4.2: Plano de passe da laminação a frio realizado na planta industrial.	28
Tabela 4.3: Técnica de caracterização	35
Tabela 4.4: Parâmetros do MEV e fração de pontos indexados.	38
Tabela 4.5: Fração de pontos indexados no MEV de alta resolução.	39
Tabela 4.6: Características do corpo-de-prova padrão.....	42
Tabela 5.1: Relação do tamanho de grão recristalizado com a taxa de aquecimento do recozimento final.	56
Tabela 5.2: Fração volumétrica das fibras para a amostra recozida industrialmente com taxa de 23,5°C/s.....	113
Tabela 5.3: Níveis de estrias determinados por análise visual em função da taxa de aquecimento.....	120

Índice de notações

CCC: Estrutura cúbica de corpo centrado

α : Fase ferrítica

γ : Fase austenítica

EBSD: Electron Backscatter Diffraction

r_0 : Coeficiente de anisotropia a 0° com a direção de laminação

r_{45} : Coeficiente de anisotropia a 45° com a direção de laminação

r_{90} : Coeficiente de anisotropia a 90° com a direção de laminação

\bar{R} = Coeficiente de anisotropia normal médio

Δr : Coeficiente de anisotropia planar

TTDF: Temperatura de transição dúctil-frágil

EDE: Energia de falha de empilhamento

DDW: Densas paredes de deslocações

MB: Microbandas

BQ: Bobina laminada a quente

BFE: Bobina laminada a frio encruada

BFR: Bobina laminada a frio recozida

DL: Direção de laminação

DN: Direção normal ao plano da chapa

DT: Direção transversal

CLF: Chapa laminada a frio

MO: Microscopia ótica

w_0 : Largura inicial

w_f : Largura final

t_0 : Espessura inicial

t_f : Espessura final

FDOC: Função de distribuição de orientações cristalinas

Ψ : Diferença de orientação

Resumo

A influência da taxa de aquecimento do recozimento final na microestrutura, textura e propriedades mecânicas foi estudada para um aço inoxidável ferrítico estabilizado ao nióbio. O aço em questão foi processado industrialmente até a etapa de laminação a frio, com redução de 85% na espessura. O recozimento final foi realizado em laboratório com taxas de aquecimento de 0,10, 6,8, 23,5 e 41,5°C/s. No ciclo de recozimento a temperatura nominal de recozimento foi de 880°C e o tempo de encharque de 24s. Durante o ciclo de recozimento interrompeu-se o ciclo nas temperaturas de 780, 830, 880°C para acompanhar a evolução da microestrutura e textura. O aumento da taxa de aquecimento acarretou em uma redução na intensidade da fibra γ , aumentou a fração de grãos com orientação aleatória e aumentou levemente a intensidade da componente Goss. O efeito da taxa de aquecimento na microestrutura foi caracterizado por redução do tamanho de grão recristalizado e aumento da temperatura de início da recristalização com o aumento da taxa de aquecimento. Para as propriedades mecânicas, ocorreu o aumento do limite de escoamento e de resistência com o aumento da taxa de aquecimento. Consequentemente, o coeficiente de anisotropia normal médio também variou com a taxa de aquecimento, sendo o valor máximo de 1,99 para o recozimento realizado com taxa de aquecimento de 0,10°C/s. A razão entre a fibra γ e a fibra Teta decresceu com o aumento da taxa de aquecimento, apresentado um valor máximo de 5,17 para a taxa de aquecimento de 0,10°C/s. Já o nível de estriamento não apresentou uma diferença significativa com a variação da taxa de aquecimento.

Abstract

The influence of the heating rate of final annealing on the microstructure, texture and mechanical properties were studied for a niobium ferritic stainless steel. The material was manufactured industrially and was cold rolled to an 85% reduction in thickness. The cold rolled specimens were annealed at 880°C, applying 0.10, 6.8, 23.5, and 41.5°C/s heating rates and a soaking time of 24s. The annealing was interrupted at 780, 830, and 880 °C to monitor the progress of the microstructure and texture. The increase in the heating rate reduced the size of the recrystallized grain, increased the onset recrystallization temperature besides this, increased the yield strength and the tensile strength. By contrast, it reduced the volume fraction of the γ -fiber and increased the volume fraction of the Goss component and random orientation. For the sheet annealed at a heating rate of the 0.10°C/s, the average value was notably higher, $\bar{R}=1.99$. The ratio between the {111} and {001} volume fractions of planes parallels to the surface, {111}/{001}, decreased with increasing heating rates, presenting a maximum value of 5.17 for 0.10°C/s. The roping level didn't show a significant difference with the change in heating rate.

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis ferríticos são ligas formadas a partir do sistema Fe-Cr, com o teor mínimo de cromo de 11%. Estas ligas são amplamente utilizadas em diversos segmentos devido à excelente combinação das propriedades mecânicas e da resistência à corrosão e a uma possível substituição dos aços austeníticos em algumas aplicações devido ao seu alto custo.

Relatos da literatura indicam que a taxa de aquecimento do recozimento final influencia o tamanho de grão final recristalizado e a textura cristalográfica dos aços elétricos de grão não orientado e dos aços carbono. O aumento da taxa de aquecimento do recozimento final produz uma redução no tamanho de grão final recristalizado. Em aços elétricos de grão não orientado o aumento da taxa de aquecimento reduziu a fração volumétrica da fibra γ e aumentou a fração volumétrica da componente Goss. Entretanto, o efeito da taxa de aquecimento no desenvolvimento da textura de recristalização dos aços atualmente não está completamente entendido e explicado.

O controle da microestrutura e da textura cristalográfica é essencial para melhorar as propriedades mecânicas e a conformabilidade dos aços inoxidáveis ferríticos. A textura que favorece a estampagem dos metais com estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), com a maximização do coeficiente de anisotropia normal médio, \bar{R} , é a textura de fibra γ $\{111\} \langle uvw \rangle$. Já os planos $\{100\} \langle uvw \rangle$ paralelos ao plano da chapa, levam a resultados de \bar{R} muitos baixos, sendo desfavorável para a estampagem.

Inúmeras pesquisas nas últimas décadas foram desenvolvidas com os aços inoxidáveis ferríticos com o propósito de melhorar o comportamento em estampagem profunda e eliminar/reduzir a formação de estrias, melhorando o acabamento superficial após o processo de conformação. O acabamento superficial é muito importante em aplicações decorativas, utensílios de cozinhas, eletrodomésticos e outros itens, portanto, métodos de controle e aperfeiçoamento são essenciais para garantir o excelente acabamento nos produtos. A presença de estrias deteriora o acabamento e a sua remoção acarreta em um aumento no custo final do produto. Situações de alto nível de estriamento podem levar à inutilização do produto, ocasionando maiores perdas econômicas.

Com a ampla utilização em diversificados segmentos e o baixo custo de produção dos aços inoxidáveis ferríticos, faz-se necessário a realização de pesquisas em busca da melhoria dos produtos produzidos a partir dos aços AISI 430. Conseqüentemente existe a necessidade de avaliar a influência das variáveis do processo de produção nas propriedades finais e nas condições de acabamento após a conformação do produto final.

Neste trabalho pretende-se estudar a influência da taxa de aquecimento do tratamento térmico final na evolução da microestrutura e textura de recristalização, e avaliar a correlação da textura e microestrutura desenvolvidas com as propriedades mecânicas e com o defeito de estriamento de um aço inoxidável ferrítico AISI 430 estabilizado ao nióbio. A microtextura será determinada via técnica de Electron Backscatter Diffraction - EBSD e a macrotextura por Difração de Raios-X. As propriedades mecânicas e o coeficiente de anisotropia normal médio e o planar serão determinados no ensaio de tração. O grau de estriamento será medido a partir do ensaio de tração para deformação de 15%.

CAPÍTULO 2: OBJETIVOS

Este estudo tem como propósito determinar a influência da taxa de aquecimento do recozimento final na evolução da microestrutura e textura de recristalização e correlacionar essa evolução com as propriedades mecânicas do aço inoxidável ferrítico AISI 430 estabilizado ao nióbio.

São objetivos deste projeto:

- Avaliar a evolução da microestrutura e textura através de interrupções no tratamento de recozimento final com diferentes taxas de aquecimento.
- Investigar a relação entre microestrutura, textura e o grau de estriamento.
- Determinar a influência da taxa de aquecimento do tratamento térmico final na microestrutura, textura de recristalização, no coeficiente de anisotropia normal médio e no coeficiente de anisotropia planar do aço AISI 430 estabilizado ao nióbio.

CAPÍTULO 3: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aços inoxidáveis

O desenvolvimento tecnológico e científico dos aços inoxidáveis ao longo das últimas décadas possibilita atualmente uma ampla aplicação nas mais diferentes áreas, desde de simples aplicações como utensílios de cozinha a aplicações mais sofisticadas como em veículo espacial ^[1]. Essa gama de aplicabilidade é consequência da combinação das propriedades mecânicas e da excelente resistência à corrosão.

A composição química dos aços inoxidáveis é baseada nos sistemas ferro-cromo, ferro-cromo-carbono e ferro-cromo-níquel, com o teor de Cr na faixa de 11 a 30% em peso. Outros elementos também são adicionados com objetivo de prover propriedades específicas, incluindo molibdênio, cobre, titânio, alumínio, silício, nióbio, nitrogênio, enxofre e selênio ^[2].

A resistência à corrosão dos aços inoxidáveis em meios onde os aços convencionalmente ditos comuns são susceptíveis é proveniente do teor de cromo. Adições de cromo em quantidades maiores que 11% em peso asseguram a formação de uma camada contínua e aderente de óxido de cromo que promove a proteção ^[1,2,3].

As propriedades e a estrutura cristalográfica dos aços inoxidáveis são determinadas pela composição química. Atualmente estes aços são classificados em quatro classes principais conforme a microestrutura/estrutura cristalográfica: aços inoxidáveis martensíticos, aços inoxidáveis austeníticos, aços inoxidáveis ferríticos e aços inoxidáveis duplex (ferrítico e austenítico) ^[2].

3.2 Aços inoxidáveis ferríticos

Os aços inoxidáveis ferríticos são materiais de grande interesse em diversas áreas devido à combinação da boa soldabilidade, resistência à corrosão, desempenho na fadiga térmica e ao seu baixo custo em relação aos austeníticos ^[4]. Estes aços são utilizados em

aquecedores, tanques para água quente, equipamentos para ácido nítrico, sistema de exaustão de automóveis e utensílios domésticos^[5].

A composição química dos aços inoxidáveis ferríticos é constituída principalmente por ferro e cromo, com o cromo na faixa de 11 a 30%. Têm a estrutura cúbica de corpo centrado, CCC, na temperatura ambiente. A figura 3.1 apresenta o diagrama de fase Fe-Cr com destaque na faixa dos aços ferríticos. Outros elementos são adicionados com o propósito de obter propriedades específicas. A tabela 3.1 apresenta estes elementos e o efeito destes nas propriedades e na formação das fases α e γ .

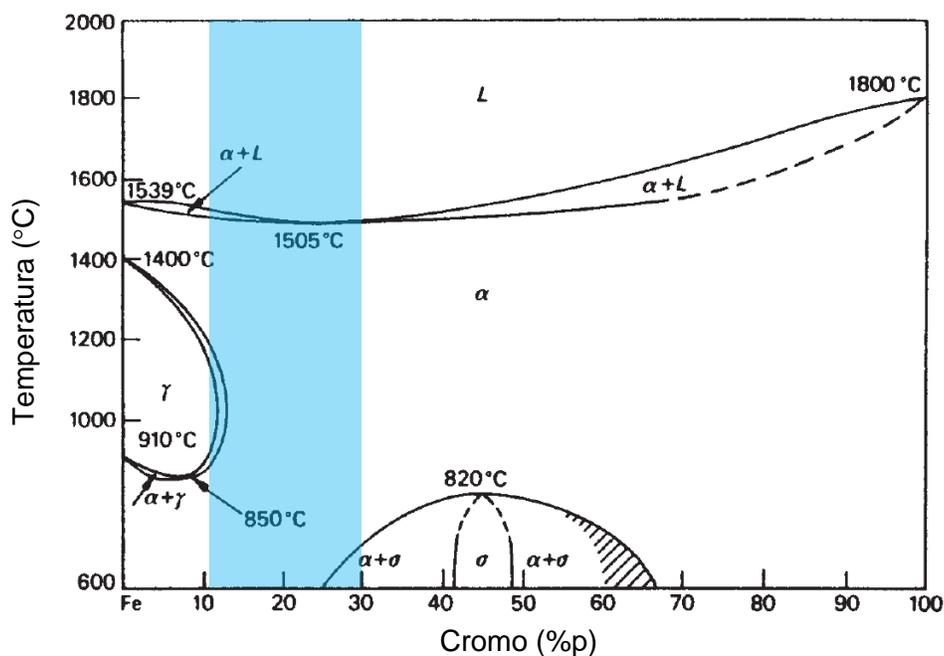


Figura 3.1: Diagrama de fase do sistema Fe-Cr.

A partir do diagrama podemos observar que o campo de domínio da fase γ e o campo bifásico $\gamma+\alpha$ é limitado pelo teor de cromo e pela temperatura. Para teores de cromo acima de 13%, as ligas apresentam uma estrutura completamente ferrítica até a curva solidus e para teores acima de 25% pode ocorrer a precipitação da fase sigma (σ), com estrutura tetragonal e com o comportamento frágil.

Tabela 3.1: Efeito dos elementos nas propriedades dos aços inoxidáveis ferríticos^[6].

Elemento	Efeito na estrutura	Efeitos nas propriedades	
		Positivo	Negativo
Cr	Formador da fase α e promove a precipitação da fase σ	Aumenta a resistência à corrosão	Reduz a tenacidade e aumenta a TTDF
Mo	Formador da fase α	Aumenta a dureza e resistência à corrosão por pite e por frestas	Reduz a tenacidade e aumenta a TTDF e a resistência ao impacto
C/N	Forte formador da fase γ , baixa solubilidade na ferrita e precipita nos contornos de grão	Aumenta a resistência mecânica	Reduz a resistência à corrosão e ao impacto e aumenta a TTDF
Ni	Estabilizador fase γ	Aumenta as propriedades mecânicas, especialmente o limite de escoamento e a tenacidade. Reduz a TTDF e aumenta a resistência à corrosão por pite e por frestas	Decresce a resistência à corrosão sob tensão em cloretos
Ti/Nb	Formador da fase α , formam carbonetos e nitretos e refina os grãos	Evita a formação de nitretos e carbonetos de cromo, aumentando a resistência à corrosão intergranular	Aumenta a TTDF e decresce a tenacidade
Cu	Formador da fase γ	Aumenta a resistência à corrosão e a trabalhabilidade à frio	Aumenta a susceptibilidade à corrosão sob tensão
Si, Mn, Al	Si e Al são formadores da fase α e o Mn aumenta a densidade da camada de óxido	Aumenta a resistência à oxidação em altas temperaturas (Si), desoxidante (Al) e estabiliza o enxofre (Mn)	Aumenta a TTDF

A extensão do campo bifásico (γ e α) pode ser modificada com adições dos elementos gamagêneos. Os elementos intersticiais carbono e nitrogênio são fortes formadores da fase γ nas ligas Fe-Cr. O carbono e nitrogênio possuem baixa solubilidade na ferrita e podem precipitar durante o aquecimento e resfriamento, ocasionando fragilização em alta

temperatura. Com o aumento dos teores de carbono e nitrogênio, ocorre o decréscimo da tenacidade ao impacto e o aumento da temperatura de transição dúctil e frágil. Se os teores de carbono e nitrogênio são reduzidos para valores abaixo de 0,015%, as propriedades dos aços ferríticos podem ser melhoradas consideravelmente^[6]. A figura 3.2 apresenta a influência do teor de carbono e nitrogênio na extensão da fase γ .

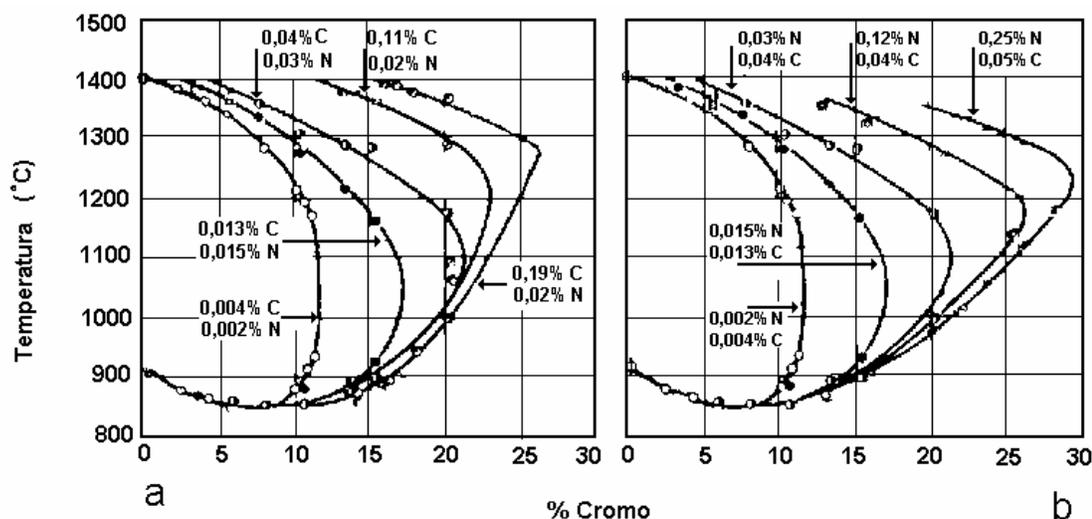


Figura 3.2: Efeito do teor de C e N na extensão do campo da fase γ .

O principal problema que ocorre com os aços inoxidáveis ferríticos é a sensitização causada pela formação de carboneto e/ou nitreto ricos em cromo nos contornos de grãos, formando regiões adjacentes empobrecidas de cromo que favorecem a corrosão intergranular. As duas formas para reduzir o risco de corrosão são: redução do teor de carbono e nitrogênio para valores menores que 250 ppm e adições de elementos fortes formadores de carbonetos e nitretos, como Ti, Nb, Zr e V^[7].

Adições de Ti e Nb além de formar carbonetos e nitretos são favoráveis também para a formação da fase α . O titânio é altamente reativo podendo formar Ti(N,C). O TiN é formado ainda no estado líquido propiciando um aumento na densidade de sítios para a nucleação, favorecendo o refinamento dos grãos. O nióbio em solução sólida aumenta a resistência sem perda significativa da tenacidade e ductilidade, e possui alta afinidade com o carbono, formando preferencialmente o NbC ao invés do TiC^[4,7,8].

A ductilidade dos aços inoxidáveis ferríticos na condição de recozidos é de 20 a 40% enquanto a dos aços austeníticos é de 40 a 60%, sendo considerada baixa e uma limitação para algumas aplicações ^[2]. Por este motivo os aços ferríticos são menos adequados em aplicações envolvendo estiramento, embora possam ser conformados por estampagem profunda ^[9]. A estampagem profunda pode ser aprimorada pelo aumento do valor do coeficiente de anisotropia normal médio ^[10].

3.4 Evolução da microestrutura

3.4.1 Estado encruado

As características microestruturais dos materiais desempenham um papel fundamental na determinação das propriedades. Por isto o acompanhamento e controle do seu desenvolvimento durante os processos de produção tornam-se imprescindíveis. O conhecimento detalhado da microestrutura do material encruado é de suma importância para o entendimento dos mecanismos e fenômenos que ocorrem no processo de recozimento (recuperação e recristalização) ^[11].

Os processos de deformação modificam a microestrutura com mudanças na forma dos grãos, aumento total da área dos contornos e a formação de uma subestrutura nos grãos, modificações que são provenientes do aumento da densidade de deslocações ^[12,13]. A energia das deslocações, dos defeitos pontuais gerados na deformação plástica e a energia das novas interfaces representam a energia armazenada na deformação ^[12]. A energia armazenada e a distribuição das regiões de maior energia são fundamentais para os processos de recuperação e recristalização.

A deformação plástica homogênea de um metal é dificilmente conseguida na prática. Os grãos nos materiais policristalinos não possuem liberdade de deformação como os monocristais. Os grãos adjacentes restringem a deformação e cada grão do agregado deforma de maneira distinta. O processo de deformação levará ao desenvolvimento de heterogeneidade microestrutural ^[12].

A evolução microestrutural de metais de estrutura cúbica de média e alta energia de falha de empilhamento (EDE) durante a deformação plástica tem sido descrita satisfatoriamente pelo modelo de subdivisão dos grãos. Os grãos grosseiros subdividem-se em diferentes componentes cristalográficos, por exemplo, pela rotação do cristal e formação de bandas de deformação e bandas de cisalhamento. As bandas de deformação são formadas como consequência da heterogeneidade da tensão transmitida ou pela instabilidade dos grãos durante a deformação. São regiões vizinhas dentro de um mesmo grão e que sofrem rotações distintas. A ocorrência de bandas de deformação é dependente da orientação do grão, do tamanho de grão inicial e da temperatura ^[12,13], figura 3.3 (a). As bandas de cisalhamento são regiões estreitas de intenso cisalhamento que ocorre independente da estrutura dos grãos e de considerações cristalográficas. Em materiais laminados, as bandas de cisalhamento ocorrem cerca de 35° da direção de laminação. A característica principal é o fato de que estas não se limitam a um determinado grão, atravessam diversos grãos através da amostra. Ocorrem preferencialmente em metais deformados a frio e com grãos grosseiros ^[12,13], figura 3.3 (b).

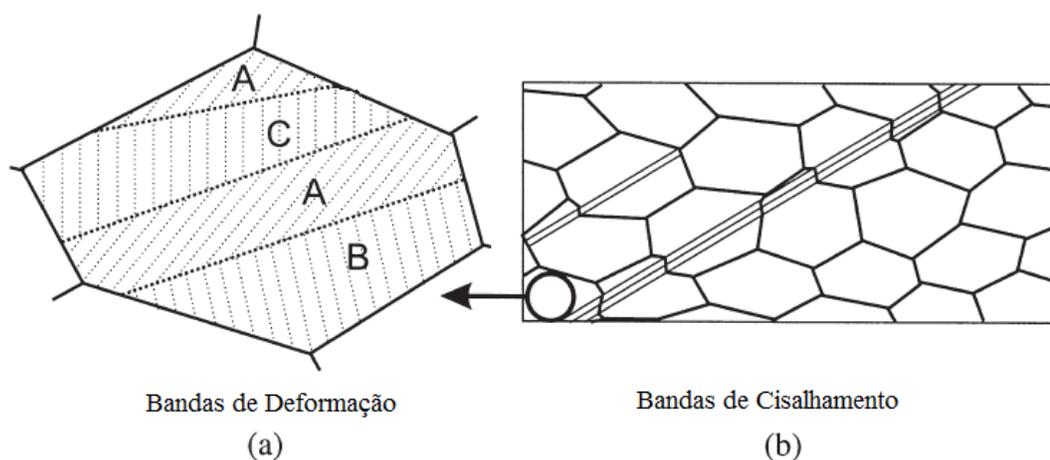


Figura 3.3: Bandas de deformação e bandas de cisalhamento ^[12]. Adaptado de (Humphreys, 2004).

O cristal continua a subdividir-se com o aumento da densidade de deslocações. Para valores médios ou altos de EDE, as deslocações que são geradas formam contornos de células, com diferença de orientação entre as células de aproximadamente 1°. Para pequenas deformações ou médias deformações, blocos de células de deslocações são

divididos por densas paredes de deslocações (DDW) ou microbandas (MB), figura 3.4 (a). O aumento na quantidade de deformação tende a aumentar a diferença de orientação entre os blocos de células de deslocações. Para altas deformações, as densas paredes de deslocações e as microbandas são substituídas por contornos de alto ângulo (contornos lamelares) e os grãos mudam de formato, tornando-se mais alongados na direção de deformação, figura 3.4 (b) ^[14,15].

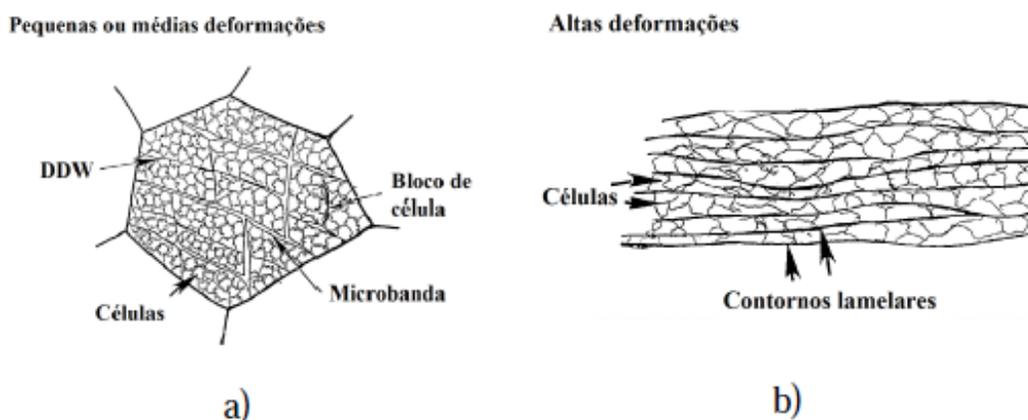


Figura 3.4: Representação esquemática para pequenas ou médias deformações e para altas deformações ^[15].

A deformação por laminação consiste de reduções na espessura e alongamento na direção de laminação ^[16]. Regiões na superfície deformam principalmente por cisalhamento, devido à fricção entre o cilindro e a tira de aço durante a laminação a quente; e regiões centrais, no meio da espessura, são deformadas principalmente por estado plano de deformação ^[17]. A maior parte da microestrutura desenvolvida após processo de laminação é constituída de grãos alongados na direção de laminação e na forma de “*pancake*” ao longo da espessura.

3.4.2 Estado recozido

A etapa de recozimento é composta pelo processo de recuperação, recristalização e crescimento dos grãos e a microestrutura desenvolvida após o processo é composta por novos grãos formados a partir da microestrutura do estado laminado, sendo geralmente os grãos equiaxiais.

O processo de recuperação implica em poucas mudanças na microestrutura formada na deformação, consiste na aniquilação de defeitos pontuais, aniquilação de deslocações e no rearranjo de deslocações para configurações de menor energia (poligonização). A recuperação em metais depende de fatores como, pureza, deformação aplicada, temperatura de deformação, temperatura de recozimento e taxa de aquecimento. A presença de partículas pode influenciar diretamente na etapa de recuperação, pois elas tendem a dificultar a migração dos contornos de baixo ângulo^[12].

A recristalização primária consiste na nucleação e migração dos grãos com contornos de alto ângulo. Os núcleos são originados a partir de contornos de alto ângulo pré-existentes ou por meio do coalescimento de subgrãos. A nucleação na recristalização ocorre em sítios preferenciais, regiões de alta energia armazenada e com gradientes de orientação na microestrutura, ocorrendo normalmente em contornos de grão, regiões ao redor de partículas e as heterogeneidades de deformação^[12]. Após a recristalização, a microestrutura é composta por novos grãos, com tamanho e forma completamente diferentes do estado deformado^[14].

Siqueira e colaboradores^[18] avaliaram o amaciamento e a cinética de recristalização de um aço inoxidável ferrítico com 16,5%Cr com estrutura colunar de grãos. O aço foi laminado a morno com a temperatura de encharque de 480°C, com reduções de 50% e 80%, em uma placa com espessura inicial de 20mm. Após a laminação as amostras foram recozidas ao ar em temperaturas variando de 300 até 1100°C por 15 minutos. De acordo com os autores, a temperatura de amaciamento para as amostras com 80% de redução foi menor que para 50%, devido à maior energia armazenada nas amostras mais deformadas. E para o recozimento na temperatura de 800°C por 15 minutos das amostras com 80% de redução, a nucleação dos novos grãos ocorreu preferencialmente nas bandas de cisalhamento, evidenciando que estas são os sítios de nucleação nesse material. A figura 3.5 mostra a nucleação e a direção de laminação é indicada pela seta na micrografia.

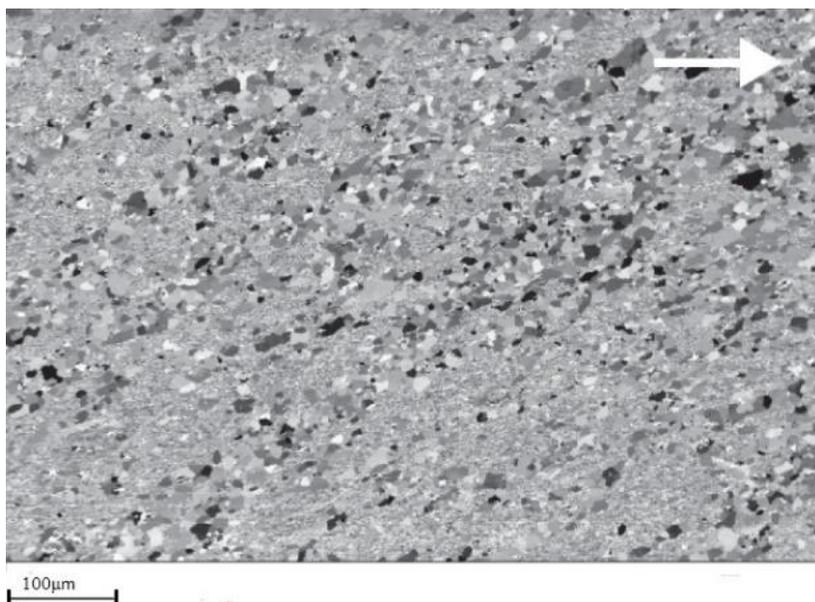
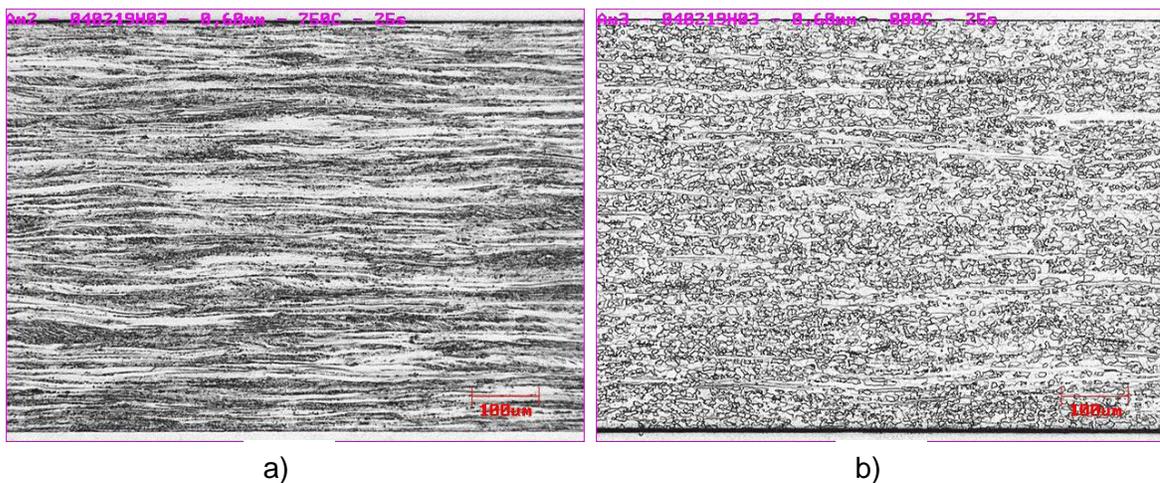


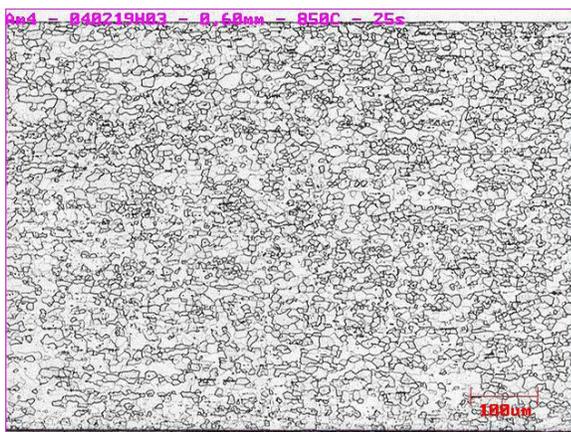
Figura 3.5: Nucleação dos novos grãos ao longo da banda de cisalhamento nas amostras com 80% de redução e recozimento em 800°C por 15 minutos ^[18].

Moura ^[19] avaliou a influência da temperatura de recozimento na microestrutura e textura de um aço inoxidável AISI 430 estabilizado ao nióbio com 85% de redução à frio. Neste estudo, a temperatura de recozimento variou de 700 a 1000°C e o tempo de encharque foi de 25s. Resultados mostraram que, para os recozimentos realizados nas temperaturas acima de 850°C, a microestrutura estava completamente recristalizada e era constituída de grãos equiaxiais. O aumento da temperatura de recozimento também proporcionou o aumento no tamanho de grão recristalizado. A figura 3.6 apresenta as micrografias para as temperaturas de recozimento de 750, 800 e 850°C.



a)

b)



c)

Figura 3.6: Efeito da temperatura de recozimento em um aço inoxidável AISI 430 estabilizado ao nióbio: a) recozido em 750°C, b) 800°C e C) 850°C^[19].

3.5 Textura dos aços inoxidáveis ferríticos

Os aços inoxidáveis ferríticos tendem a desenvolver textura de fibra acentuada. Estas são convencionalmente representadas por diagramas de isodensidade com seções de φ_2 constante ou diagrama de fibras. A figura 3.7 apresenta algumas importantes fibras e orientações no espaço de Euler^[16] e a tabela 3.2 apresenta as características das fibras.

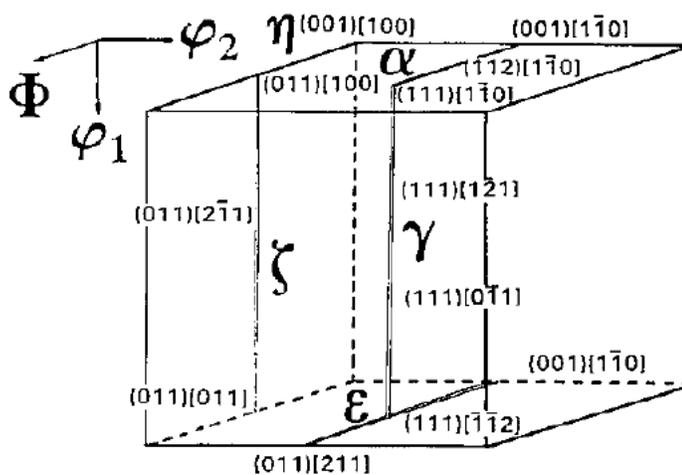


Figura 3.7: Representação das fibras no espaço de Euler reduzido^[16].

Tabela 3.2: Fibras para os metais e ligas CCC ^[16].

Fibra	Eixo da fibra	Componentes
α	$\langle 011 \rangle \parallel DL$	$\{001\}\langle 110 \rangle, \{112\}\langle 110 \rangle, \{111\}\langle 110 \rangle$
γ	$\langle 111 \rangle \parallel DN$	$\{111\}\langle 110 \rangle, \{111\}\langle 112 \rangle$
η	$\langle 001 \rangle \parallel DL$	$\{001\}\langle 100 \rangle, \{011\}\langle 100 \rangle$
ζ	$\langle 110 \rangle \parallel DN$	$\{110\}\langle 112 \rangle, \{110\}\langle 110 \rangle$
ε	$\langle 110 \rangle \parallel DT$	$\{001\}\langle 110 \rangle, \{112\}\langle 111 \rangle, \{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8 \rangle, \{111\}\langle 112 \rangle, \{11\ 11\ 8\}\langle 4\ 4\ 11 \rangle, \{011\}\langle 100 \rangle$

O desenvolvimento da orientação preferencial dos materiais policristalinos depende do tipo de material e dos processos termomecânicos envolvidos na fabricação. Os aços inoxidáveis ferríticos, após o lingotamento contínuo, apresentam uma fração da estrutura constituída de grãos colunares com rápido crescimento na direção $\langle 001 \rangle$ paralela a direção normal ao plano da placa e uma fração de grãos equiaxiais formados na região coquilhada e na central ^[20].

Após o processo de laminação a quente os aços inoxidáveis ferríticos apresentam um forte gradiente na textura ao longo da espessura proveniente do processo de deformação plástica ^[21]. A textura típica encontrada nos aços inoxidáveis ferríticos com 17% de cromo e estabilizados ao nióbio corresponde à orientação Goss $\{011\}\langle 001 \rangle$ próximo à superfície, e na região central intensa fibra α e fraca fibra γ ^[16]. A componente Goss é resultante de uma forte deformação por cisalhamento. A pronunciada textura $\langle 001 \rangle$ formada na solidificação leva uma forte componente $\{001\}\langle 110 \rangle$ na bobina laminada a quente ^[20,21].

A figura 3.8 apresenta a variação da intensidade da fibra α e a figura 3.9 a intensidade da componente Goss ao longo da espessura para um aço inoxidável com 17% de cromo estabilizado com nióbio ^[16]. A posição $s=0$ refere-se ao centro a chapa e $s=1$ a superfície da chapa.

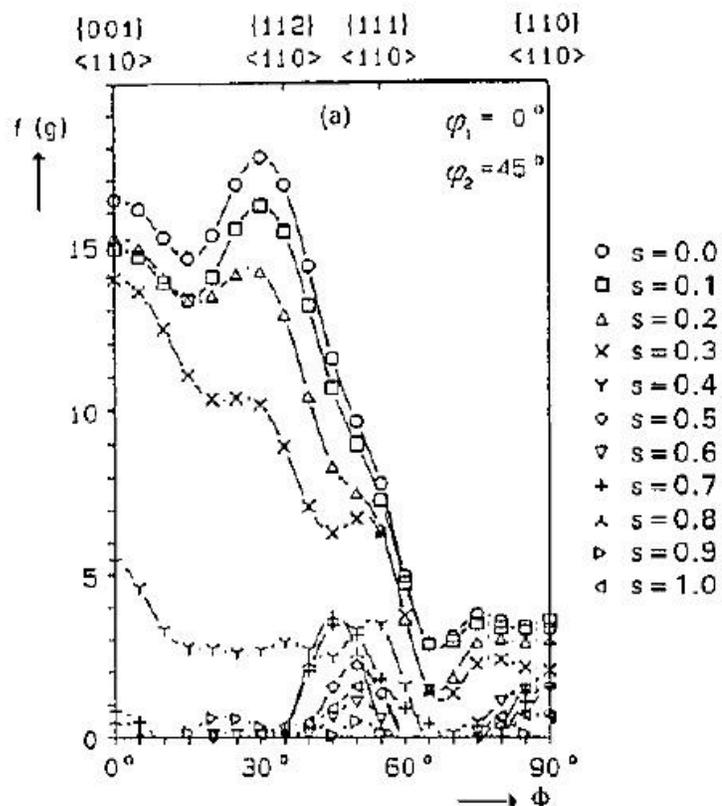


Figura 3.8: Intensidade da fibra α ao longo da espessura^[16].

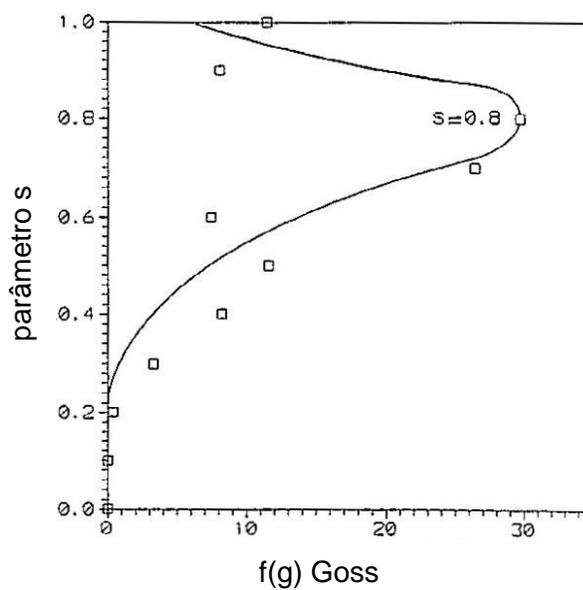


Figura 3.9: Intensidade da componente $\{011\}\langle 100 \rangle$ ao longo da espessura^[16].

A recristalização dos aços inoxidáveis ferríticos durante a laminação a quente não ocorre facilmente, pois a recuperação é rápida. A taxa de recristalização é extremamente baixa nos cristais com orientação $\{001\}\langle 110\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$, devido à baixa energia armazenada^[7]. A energia armazenada de várias orientações é apresentada na seguinte sequência para o ferro deformado: $E_{\{001\}} < E_{\{112\}} < E_{\{111\}} < E_{\{011\}}$, esquematicamente o progresso da nucleação pode ser representado como na figura 3.10. A linha pontilhada representa a nucleação $\{hkl\}$, que indica uma possível orientação aleatória para os grãos formados próximos a partículas de segunda fase rígidas^[22].

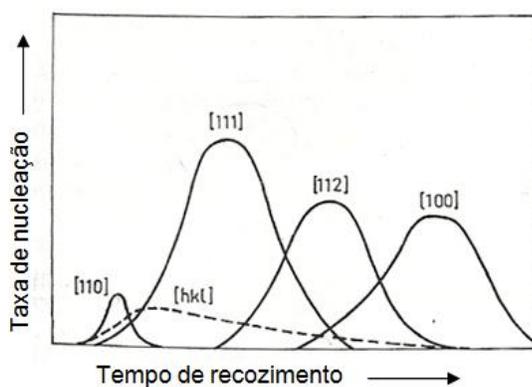


Figura 3.10: Representação esquemática da taxa de nucleação e a dependência da orientação^[22].

Conforme o trabalho de Ferreira Filho e colaboradores^[9] a textura de laminação a frio para baixas reduções, próximas de 35%, é caracterizada pela componente $\{111\}\langle 112\rangle$ e pela componente $\{001\}\langle 110\rangle$ mais fraca. Para reduções maiores, acima de 75%, a fibra α é fortalecida ao longo de toda espessura da tira, especialmente na parte central. A figura 3.11 apresenta a influência do grau de deformação na fibra α para um aço inoxidável com 17% de cromo e estabilizado ao nióbio^[16].

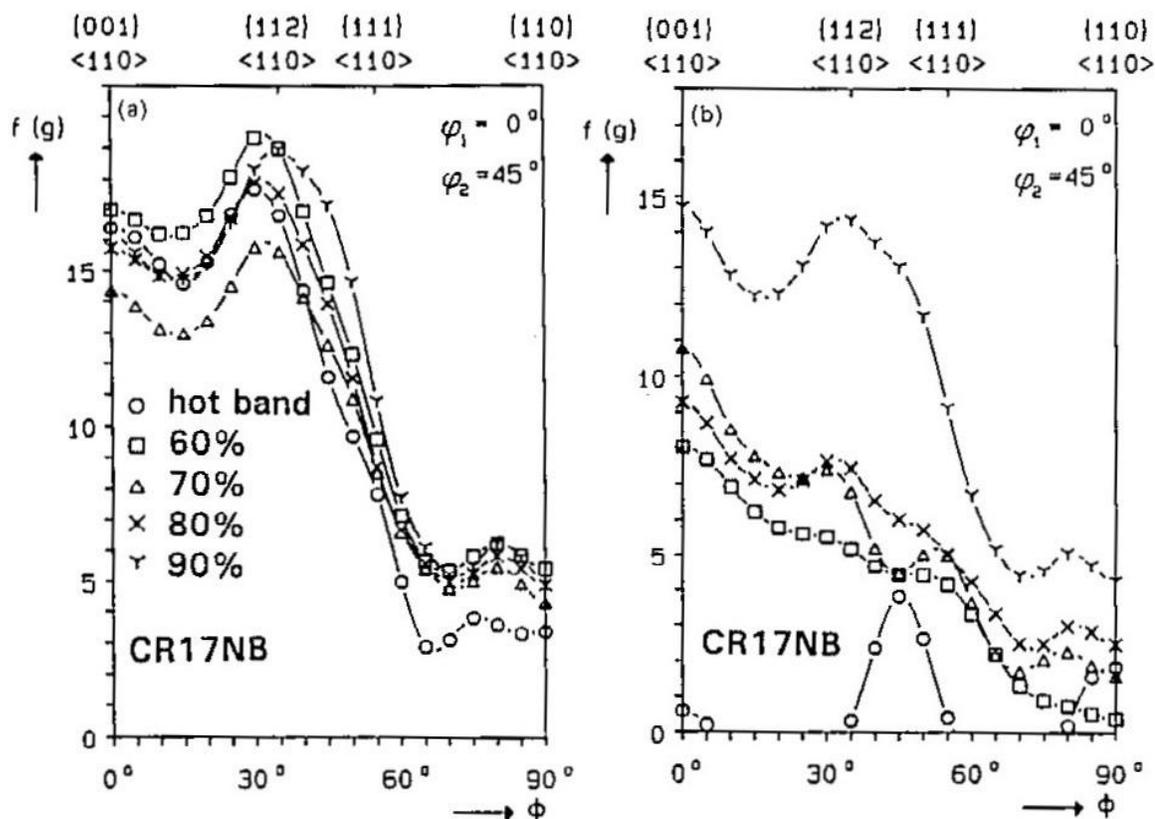


Figura 3.11: Influência do grau de deformação na fibra α : a) no centro da espessura e b) próximo a superfície^[16].

A textura de recristalização depende da textura formada na laminação a frio e da microestrutura^[16]. O recozimento após alto grau de redução pode levar à formação de uma nova textura ou reter parcialmente a textura de deformação^[14]. Métodos de controle da textura de recristalização $\{111\}\langle uvw\rangle$ nos aços inoxidáveis ferríticos, incluem o decréscimo do teor de carbono e nitrogênio em solução sólida, adições de elementos estabilizantes como Nb e/ou Ti, aumento da proporção dos grãos equiaxiais na solidificação, refinamento da microestrutura e aumento das fibras γ nos laminados a quente e bobinas laminadas a quente recozidas, controle do tamanho de grão nas chapas laminadas a frio e recozidas, e otimização da taxa de redução a frio^[4].

Gao e colaboradores^[23] relataram que no estágio inicial da recristalização, grãos com orientação $\{111\}\langle 112\rangle$ nucleiam preferencialmente em grãos deformados com orientação $\{111\}\langle 110\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$ e têm uma vantagem sobre outros grãos recristalizados,

indicando a operação do mecanismo de nucleação orientada, figura 3.12. As setas maiores indicam a nucleação na matriz $\{111\}\langle 110\rangle$ e as setas menores na matriz $\{112\}\langle 110\rangle$. Portanto, alta intensidade das componentes $\{111\}\langle 110\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$ no estado deformado irá favorecer o desenvolvimento da componente $\{111\}\langle 112\rangle$ na recristalização. Neste estudo, foi investigado um aço inoxidável ferrítico com 17%Cr, 0,20%Nb, 0,0060%N e 0,0042%C, laminado a quente com temperatura inicial de 930°C e saída de 850°C, laminado a frio para 1mm com redução de 80% e recozido por 4 min. na temperatura de 920°C.

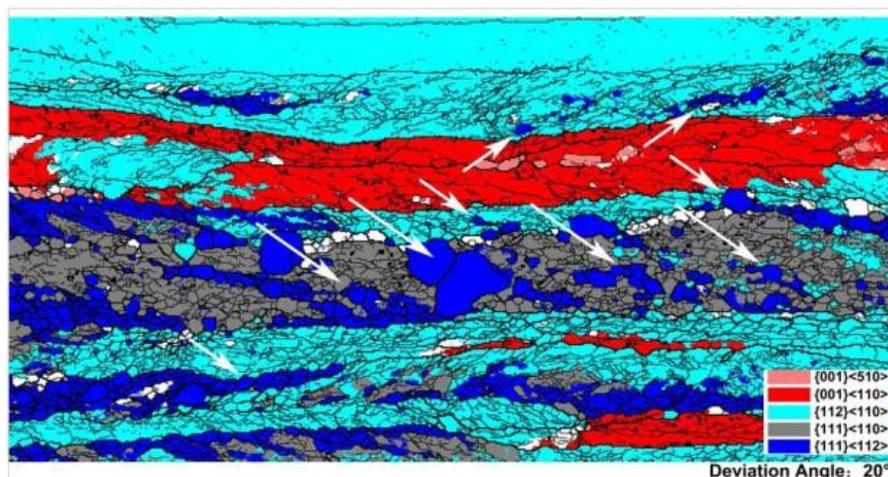


Figura 3.12: Nucleação de grãos com orientação $\{111\}\langle 112\rangle$ em grãos com orientação $\{111\}\langle 110\rangle$ e $\{112\}\langle 110\rangle$ [23].

3.6 Efeito da taxa de aquecimento na microestrutura, recristalização e na textura de recristalização

Salvatori e Moore [24] relataram o efeito do ultrarrápido aquecimento e tempo de encharque na microestrutura, propriedades mecânicas e textura de um aço inoxidável ferrítico AISI 430 com espessura de 0,6mm. Neste estudo, as taxas de aquecimento foram de 500°C/s, 800°C/s e 1000°C/s, os tempos de encharque de 0s, 15s e 30s, e a temperatura nominal de recozimento de 820°C. Conforme relataram os autores, o tamanho de grão aumenta com o aumento do tempo de encharque, sendo este mais pronunciado no intervalo de 0s e 15s. Para a textura, os autores avaliaram o efeito do tempo de encharque na amostra recozida com taxa de 500°C/s e tempo de encharque de 0s e 15s. A amostra com tempo

de Os apresentou uma predominância da textura de deformação $\{001\}\langle 110 \rangle$ e a textura de recristalização não estava presente. Já a amostra com tempo de 15s apresentou pouca textura de deformação e a presença da fibra γ . Conforme os autores as propriedades mecânicas melhoram com o aumento do tempo de encharque e não apresentam dependência com a taxa de aquecimento. Os valores de \bar{R} e Δr também não apresentaram variação com a taxa de aquecimento e o tempo de encharque.

Segundo Park e colaboradores ^[25], resultados contraditórios sobre o efeito da taxa de aquecimento têm sido relatados e as mudanças que ocorrem efetivamente na textura a partir de variações da taxa de aquecimento ainda não foram completamente entendidas e explicadas.

Lebrun e colaboradores ^[26] estudaram o efeito da taxa de aquecimento na recristalização de um aço 0,031%C, com redução de 70% a frio e recozido com taxas de 0,022°C/s e 12°C/s. Os resultados deste estudo mostraram que com o aumento da taxa de aquecimento houve um decréscimo do tamanho de grão, um aumento da temperatura de recristalização e um leve aumento de orientação aleatória. A figura 3.13 apresenta a evolução da dureza em função em função da taxa de aquecimento.

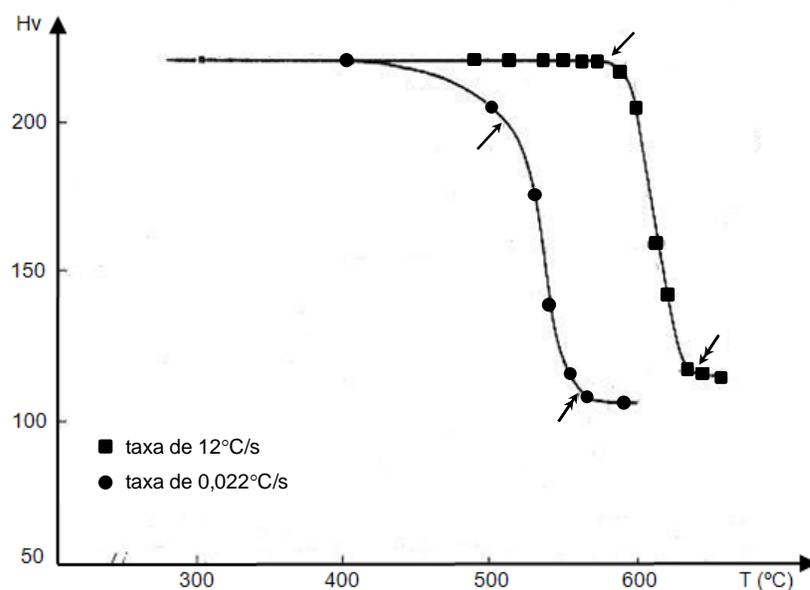


Figura 3.13: Evolução da dureza, início (↗) e final (↘) da recristalização em função da taxa de aquecimento ^[26].

O efeito da taxa de aquecimento no desenvolvimento da microestrutura é associado com a taxa de nucleação e taxa de crescimento dos novos grãos isentos de deformação. Durante o recozimento, pouca recuperação ocorre para altas taxas de aquecimento quando se compara com o recozimento longo. Por isto, a energia armazenada é preservada na amostra antes da recristalização começar. Alta energia armazenada aumenta mais a taxa de nucleação que a taxa de crescimento. Portanto, elevada taxa de aquecimento produz grãos menores que a baixa taxa de aquecimento^[25].

Muljono e colaboradores^[27] estudaram a influência da taxa de aquecimento na recristalização anisotérmica para os aços baixo carbono (0,02 e 0,05%C) e ultra baixo carbono (0,003%C). Neste estudo, a redução a frio foi de 70% e a taxa de aquecimento de 50 a 1000°C/s. O aumento da taxa de aquecimento reduziu o tamanho médio dos grãos e aumentou a temperatura de recristalização, para todos os aços. Obteve-se também um aumento na intensidade da textura de recristalização, $\langle 111 \rangle // \text{DN}$, com aumento da taxa de aquecimento até 200°C/s, tornando constante a partir deste valor para os aços com teor de carbono de 0,02 e 0,03%C. A figura 3.14 apresenta o efeito da taxa de aquecimento na fração de grãos com orientação $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ e a figura 3.15 apresenta o efeito da taxa na temperatura para 50% de recristalização.

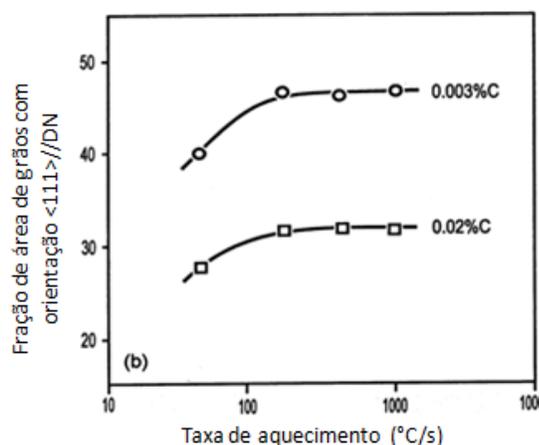


Figura 3.14: Efeito da taxa de aquecimento na textura de recristalização $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ ^[27].

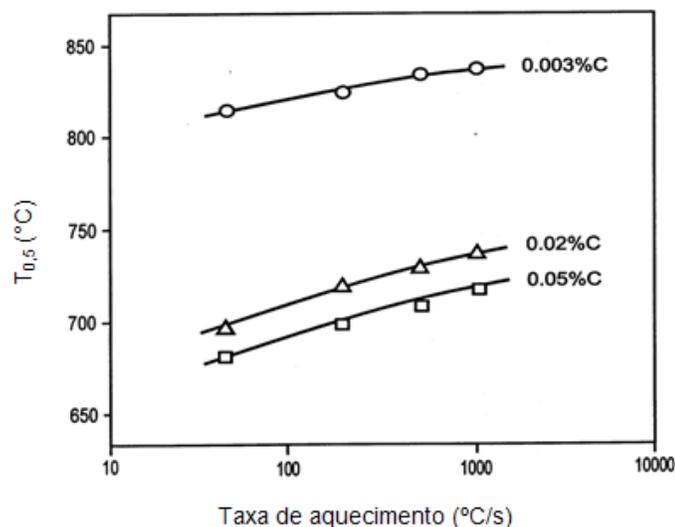


Figura 3.15: Efeito da taxa de aquecimento na temperatura para recristalização ^[27].

O efeito da taxa de aquecimento na textura de recristalização foi estudado por Vitkin e colaboradores ^[28] em um aço baixo carbono com 0,09%C e 83% de redução a frio. Neste trabalho as amostras foram recozidas em um forno contínuo com alta taxa de aquecimento e em um forno em caixa com baixa taxa de aquecimento. Conforme os autores, o metal rapidamente recozido reteve parcialmente a textura do material deformado, pois não houve tempo para completar a transformação para a textura de recristalização e nenhuma componente foi fortemente desenvolvida. Para o recozimento prolongado, a componente $\{111\}\langle 112 \rangle$ foi mais desenvolvida e a porcentagem de cristais com orientação aleatória foi menor que para o rápido recozimento.

Conforme Park e colaboradores ^[25], a taxa de aquecimento tem um efeito significativo no desenvolvimento da textura de recristalização. Os autores pesquisaram o efeito do tamanho de grão antes da deformação a frio e da taxa de aquecimento no recozimento final para aços elétricos grão não orientado. Os resultados mostraram que, para ambos (grão grosseiro e grão fino) o aumento da taxa de aquecimento reduziu o tamanho de grão e afetou o desenvolvimento da textura de recristalização. Nas amostras com grãos grosseiros, a intensidade da componente Goss foi fortalecida com o aumento da taxa de aquecimento e a componente $\{111\}\langle 112 \rangle$ foi levemente enfraquecida. E para as amostras com grãos finos, o aumento da taxa de aquecimento fortaleceu levemente a Goss e a

componente $\{111\}\langle 112\rangle$ foi grandemente reduzida. A figura 3.16 apresenta o efeito da taxa de aquecimento na textura.

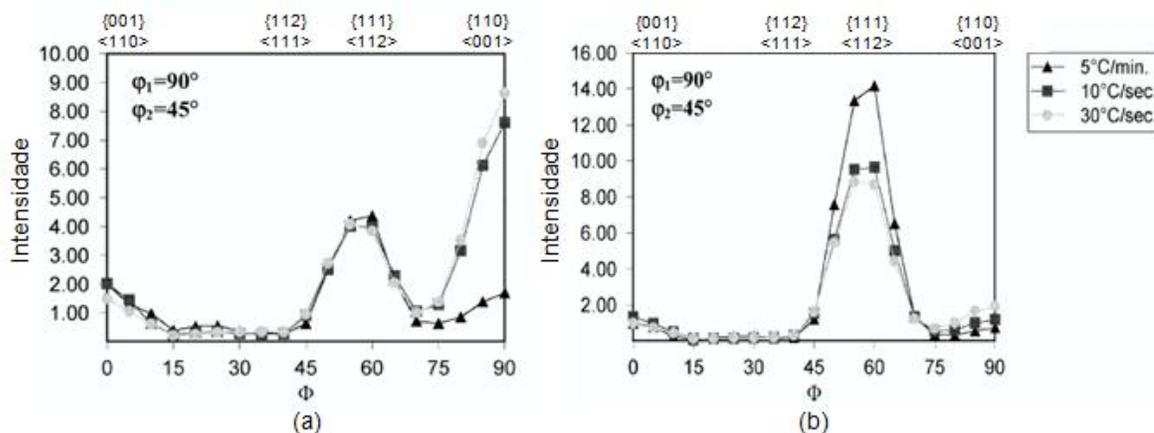


Figura 3.16: Mudança da fibra ϵ com a taxa de aquecimento; a) amostra com grãos grosseiros e b) grãos finos ^[25].

3.7 Fenômeno de estriamento e coeficiente de anisotropia

3.7.1 Fenômeno de estriamento

O defeito superficial conhecido como estriamento (*ridging ou roping*) são ondulações formadas na superfície quando o material é submetido a uma severa deformação plástica. Estas rugas são paralelas à direção de laminação com profundidade na faixa de 20 a 50 μm ^[29]. A figura 3.17 apresenta o aspecto macroscópico do fenômeno de estriamento em uma amostra embutida de um aço inoxidável ferrítico.



Figura 3.17: Fenômeno de estriamento em um aço inoxidável ferrítico ^[30].

Pesquisas com o propósito de entender e reduzir o estriamento têm sido realizadas há aproximadamente quatro décadas. Este defeito foi relacionado com o fluxo plástico heterogêneo, devido à distribuição das componentes de textura^[31]. Shin e colaboradores^[29] citaram que além da textura, outra hipótese para o estriamento é a segregação de elementos como cromo, molibdênio ou carbono.

Shin e colaboradores^[29] relataram sobre a influência da orientação $\langle 100 \rangle // ND$ dos grãos colunares nos aços inoxidáveis ferríticos. Estes grãos após a deformação, produzem uma textura pronunciada com a componente $\{001\} \langle 110 \rangle$ na bobina laminada a quente. Devido à limitada transformação de fase $\alpha \rightarrow \gamma$ durante todo o processamento, os grãos com essa textura não são facilmente recristalizados e longas colônias de grãos com orientações similares se desenvolvem a partir dos grãos colunares durante a laminação a frio e sobrevivem após o recozimento. Essas colônias e a matriz tendem a apresentar diferentes anisotropias plásticas, resultando no estriamento.

Segundo Sinclair^[32], dentre os modelos propostos para o mecanismo de estriamento, o mais plausível foi proposto por Takechi e colaboradores, desde que algumas considerações fossem realizadas no modelo original com base em resultados experimentais atuais. O modelo proposto por Takechi e colaboradores considera que o material é formado por bandas de grãos com orientação $\{111\} \langle 110 \rangle$ ou $\{112\} \langle 110 \rangle$ ao longo da direção de laminação e o estriamento ocorre devido as deformações de cisalhamento com mesmo módulo e sentidos opostos. Conforme Sinclair, resultados experimentais mostraram que regiões com valores elevados de cisalhamento positivo e negativo estavam presentes nos materiais com alto estriamento e as amostras com alta intensidade da componente $\{111\} \langle 110 \rangle$ apresentavam baixo cisalhamento^[30]. A figura 3.18 apresenta o desenho esquemático do modelo proposto por Takechi.

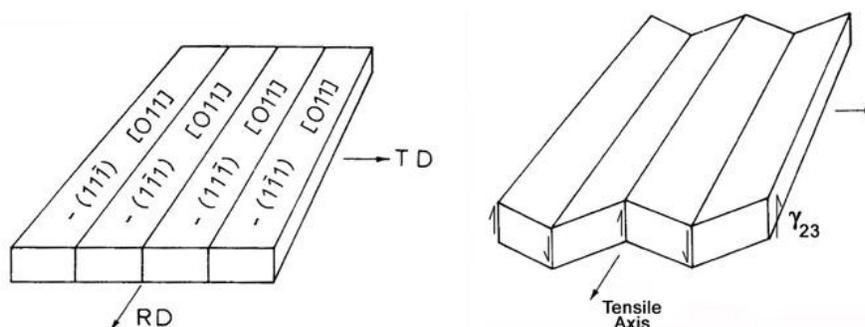
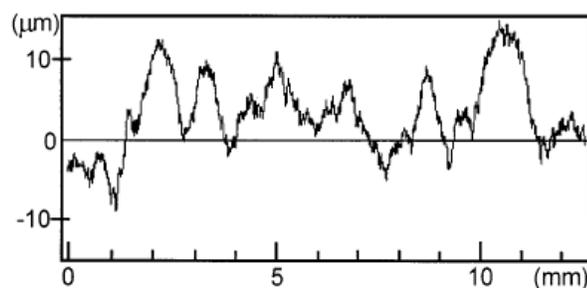
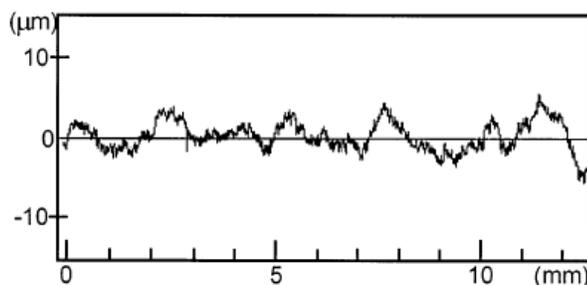


Figura 3.18: Modelo para o fenômeno de estriamento proposto por Takechi e colaboradores^[32].

Huh e Angler^[20], avaliaram a influência do recozimento intermediário na laminação a frio, na formabilidade e no estriamento do aço inoxidável ferrítico com 17% de Cr. O menor grau de estriamento foi observado no aço que passou pelo processo de recozimento intermediário. Esse também obteve $\bar{R} = 1,3$ e aumento na intensidade da fibra γ , enquanto sem o recozimento intermediário o valor de \bar{R} foi ≈ 1 . A figura 3.19 apresenta o perfil de rugosidade.



(a)



(b)

Figura 3.19: Perfil de rugosidade: a) sem recozimento intermediário e b) com recozimento intermediário^[20].

A redução das estrias tem sido buscada por vários métodos, tais como modificação da composição química, agitação eletromagnética durante o lingotamento contínuo para refinar os grãos, processamento termomecânico e recozimento intermediário durante a laminação a frio^[33].

3.7.2 Coeficiente de anisotropia

A medida de conformabilidade em estampagem profunda dos materiais pode ser avaliada pelo coeficiente de anisotropia (valor de r). Este pode ser determinado a partir da razão entre a deformação verdadeira na largura (w) e da deformação verdadeira da espessura (t), equação 3.1^[34]:

$$r = \frac{\ln(w_f / w_0)}{\ln(t_f / t_0)} \quad (3.1)$$

Nessa equação w_0 é a largura inicial da chapa, w_f é a largura final, t_0 a espessura inicial e t_f a espessura final. Materiais com alto valor de r são caracterizados por baixa redução na espessura e são vantajosos para aplicações em estampagem profunda. Diferentes valores de r são encontrados quando medidos em várias direções no plano da chapa, em decorrência da anisotropia da chapa, portanto, um valor médio para r é definido como^[34]:

$$\bar{R} = \frac{r_0 + 2r_{45} + r_{90}}{4} \quad (3.2)$$

Sendo, r_0 , r_{45} e r_{90} o valor de r medido na direção de laminação, na direção de 45° com a direção de laminação e na direção de 90° com a direção de laminação, respectivamente. O coeficiente de anisotropia planar (Δr), empregado em estudos sobre a estampagem é determinado pela equação 3.3^[34]. Para boa estampagem, o valor de r deve ser alto, e Δr deve ser baixo.

$$\Delta r = \frac{r_0 + r_{90} - 2r_{45}}{2} \quad (3.3)$$

A formabilidade dos aços inoxidáveis ferríticos pode ser melhorada pelo aumento do *valor de r*, que está estreitamente relacionado com a textura de recristalização $\langle 111 \rangle // \text{DN}$. Outras componentes de textura, tal como $\langle 001 \rangle // \text{DN}$ são prejudiciais para a estampagem [4], a figura 3.20 demonstra a dependência de \bar{R} com a razão da textura $\langle 111 \rangle / \langle 001 \rangle$. Para Gao e colaboradores [23] a formabilidade também é dependente da característica da textura de recristalização, fibra γ , como intensidade de orientação e uniformidade.

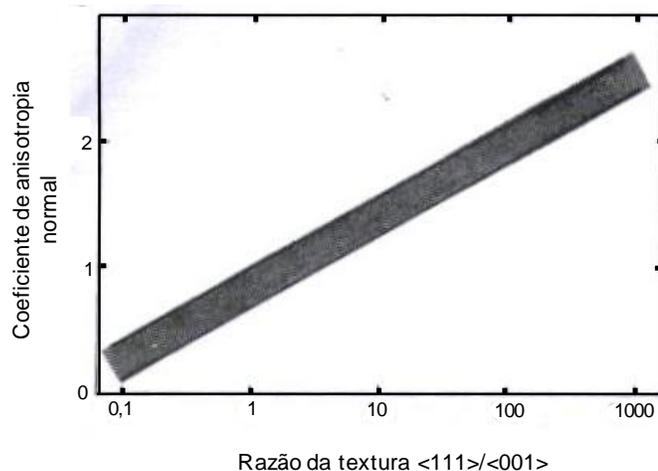


Figura 3.20: Correlação entre \bar{R} e a razão da intensidade da textura $\langle 111 \rangle / \langle 001 \rangle$ [22].

O Coeficiente de anisotropia nos aços inoxidáveis ferríticos tem sido melhorado por meio da otimização da composição química e condições de processamento, tais como, redução do teor de carbono, redução da temperatura de reaquecimento das placas, refino do tamanho de grão da bobina laminada a quente ou o aumento da temperatura de recozimento final [35].

Wei e colaboradores [35] relataram que uma adequada recristalização na bobina laminada a quente e na bobina laminada a frio recozida é uma medida efetiva para melhorar a propriedade de estampagem. Neste trabalho, os autores avaliaram dois tipos de recozimento, contínuo e em caixa, da bobina laminada a quente. O aço estudado foi um aço inoxidável ferrítico com 16,61%Cr, 0,29%Nb, 0,0071%N e 0,0028%C com 90% de redução a quente e temperatura final de laminação a quente de 900°C. O recozimento contínuo foi realizado na temperatura de 960°C por cinco minutos e o recozimento em

caixa na temperatura de 850°C por cinco horas. Após o recozimento, ambas foram laminadas a frio com redução de 80% e recozidas por 2 minutos na temperatura de 950°C. A microestrutura apresentada após o recozimento contínuo da bobina laminada a quente foi uma estrutura completamente recristalizada, enquanto para o recozimento em caixa poucos grãos estavam recristalizados. Após a laminação a frio e recozimento final, a bobina com recozimento contínuo apresentou a fibra γ claramente desenvolvida e com máximo na componente $\{111\}\langle 112\rangle$, enquanto a com recozimento em caixa apresentou o máximo na orientação para $\{223\}\langle 582\rangle$. O coeficiente de anisotropia normal médio para o processo de recozimento contínuo foi de $\bar{R} = 1,73$ e para o em caixa de $\bar{R} = 1,45$.

Gao e colaboradores^[23] investigaram o efeito das condições de laminação a quente na evolução da textura e na formabilidade de um aço inoxidável ferrítico com 17%Cr, 0,20%Nb, 0,0060%N e 0,0042%C. Neste estudo, os autores variaram a temperatura inicial e final da laminação a quente. A amostra denotada por processo de laminação a quente convencional (CRP) entrou na laminação com a temperatura de 930°C e saiu com temperatura de 850°C e a amostra denotada por processo de laminação a morno (WRP) entrou com uma temperatura de 740°C e 620°C. Ambas as amostras saíram com espessura de 5mm, foram recozidas na temperatura de 950°C por 13 minutos, laminadas a frio para espessura de 1mm e posteriormente recozidas por 4 minutos na temperatura de 920°C. O coeficiente de anisotropia normal médio da amostra WRP foi $\bar{R} = 1,83$ enquanto a amostra CRP foi de $\bar{R} = 1,24$. E a textura de recristalização foi aproximadamente uniforme ao longo da fibra γ , enquanto a amostra CRP exibiu uma textura de recristalização não uniforme, figura 3.20.

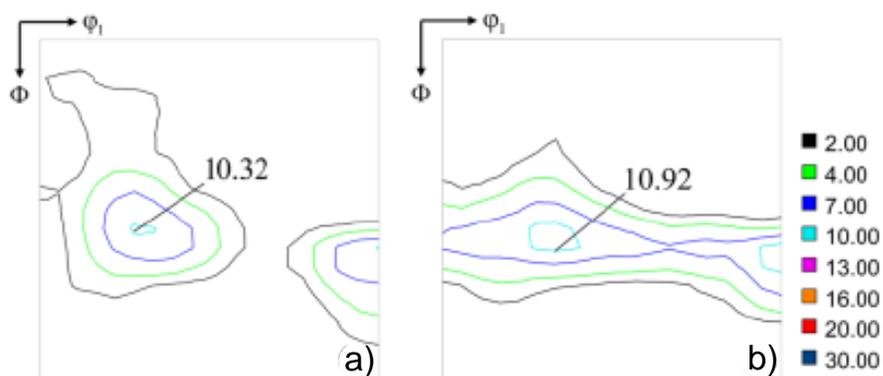


Figura 3.21: ODF das amostras CRP e WRP; a) CRP; b) WRP. Seção de $\phi_2=45^\circ$ ^[23].

CAPÍTULO 4: METODOLOGIA

4.1 Materiais

O aço estudado neste trabalho é um aço inoxidável ferrítico AISI 430 estabilizado ao nióbio fornecido pela empresa Aperam South America, produzido industrialmente até a etapa de laminação a frio. A amostragem foi realizada após as etapas de laminação a quente, laminação a frio e recozimento final com objetivo de acompanhar o desenvolvimento da textura e microestrutura ao longo do processo de produção.

A espessura nominal da bobina laminada a quente (BQ) é de 4mm e da bobina laminada a frio encruada (BFE) e recozida (BFR) é de 0,6mm. A tabela 4.1 apresenta a composição química do aço e a tabela 4.2 apresenta o plano de passes realizado na laminação a frio, ambas fornecidas pela Aperam South America.

Tabela 4.1: Composição química do aço AISI 430 estabilizado ao nióbio (% em massa).

C	Mn	Si	P	S	Cr	N ₂	Ni	Nb
0,017	0,172	0,340	0,031	0,002	16,5	0,022	0,233	0,314

Tabela 4.2: Plano de passe da laminação a frio realizado na planta industrial.

Passe	Espessura Inicial (mm)	Espessura Final (mm)	Redução por passe (%)	Redução Total (%)
1	4	3,169	20,78	
2	3,169	2,563	19,12	
3	2,563	2,132	16,82	
4	2,132	1,776	16,70	
5	1,776	1,491	16,05	
6	1,491	1,261	15,43	85%
7	1,261	1,072	14,99	
8	1,072	0,916	14,55	
9	0,916	0,790	13,75	
10	0,790	0,677	4,11	
11	0,677	0,600	11,37	

4.2 Método

Com o propósito de avaliar a influência da taxa de aquecimento do recozimento final na evolução da microestrutura e textura, realizou-se o recozimento da bobina laminada a frio em escala laboratorial com interrupção no ciclo de recozimento em fornos resistivos estacionários e sem atmosfera controlada. Utilizou-se dois fornos resistivos, um forno da marca Combustol com temperatura máxima de operação a 1400°C e um forno da marca EDG com temperatura máxima de operação a 1200°C. A figura 4.1 apresenta os fornos utilizados do Centro de Pesquisas da empresa Aperam South America.

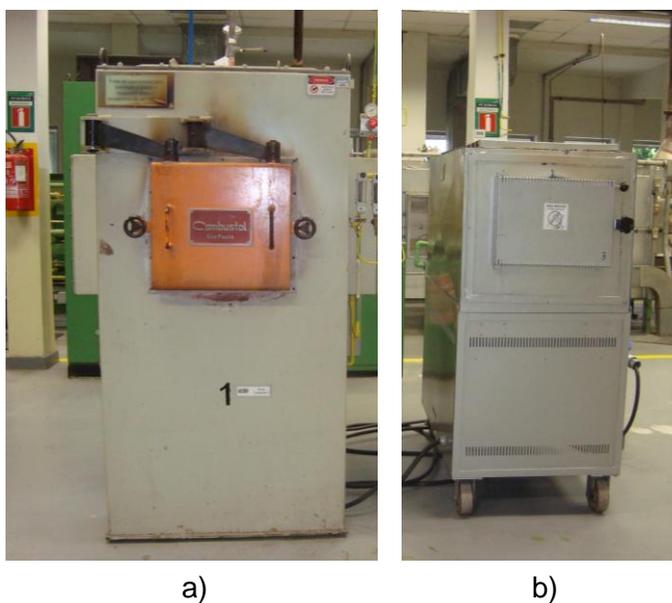


Figura 4.1:Fornos utilizados no recozimento. a) Combustol. b) EDG.

4.2.1 Recozimento

O recozimento da bobina laminada a frio foi realizado com quatro taxas de aquecimento médias. Foram adotadas as taxas médias de aquecimento de 0,10, 6,8, 23,5 e 41,5°C/s. A temperatura de encharque foi de 880°C e o tempo de encharque de 24s. Para cada taxa de aquecimento interrompeu-se o ciclo em três temperaturas, sendo 780°C, 830°C e 880°C, para acompanhar a evolução da microestrutura e textura. A figura 4.2 apresenta o gráfico com as quatro taxas de aquecimento realizadas para o ciclo de recozimento completo com o tempo na escala logarítmica.

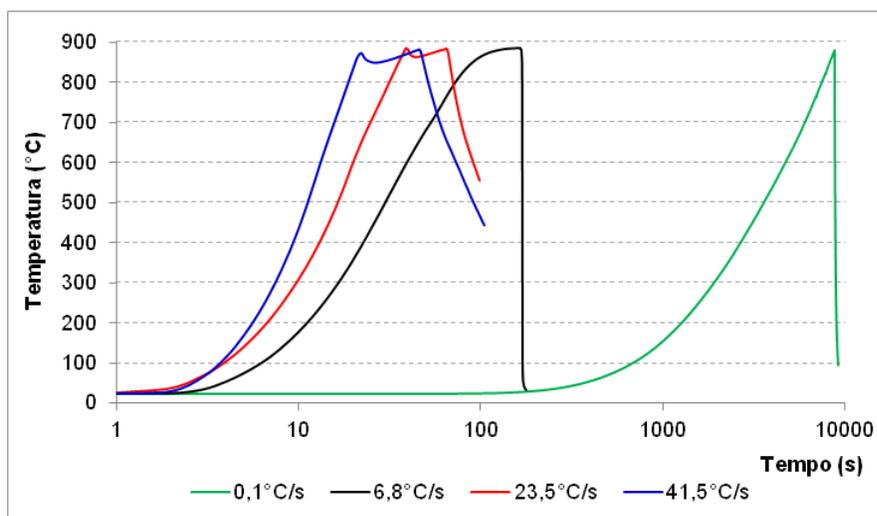


Figura 4.2: Taxas de aquecimento do recozimento da bobina laminada a frio.

Definiu-se uma taxa média, devido a variação do aumento da temperatura que ocorre ao longo do processo de recozimento. Inicialmente têm-se altas taxas de aquecimento, com o aumento do tempo e com a aproximação da temperatura para o valor desejado, 880°C, a variação é reduzida consideravelmente. Sendo assim, adotou-se o valor médio da taxa de aquecimento dado pela seguinte equação:

$$T \cdot A = \frac{T_f - T_i}{t_f - t_i} = \frac{\Delta T}{\Delta t} \quad (4.1)$$

Onde:

T_f : temperatura final da amostra;

T_i : temperatura inicial da amostra;

t_f : tempo necessário para alcançar a T_f ;

t_i : tempo inicial, $t_i=0$.

A posição das amostras dentro do forno foi fixada com uma base de material refratário na região central do forno. Esta base foi colocada com o propósito de garantir que todas as amostras estariam sobre a mesma região do forno e também para facilitar a retirada das amostras. A figura 4.3 mostra a base colocada nos fornos. O monitoramento da temperatura foi realizado por um termopar tipo K, acoplado na região central da amostra.



Figura 4.3: Posição da base dentro dos fornos. a) Combustol. b) EDG.

Foram recozidas amostras com dimensões de 150X150X0,6mm para interrupção no ciclo e amostras com dimensões de 150X300X0,6mm sem interrupção do ciclo de recozimento. As amostras que passaram por interrupção no ciclo de recozimento foram resfriadas imediatamente após a remoção do forno, em água com a temperatura de aproximadamente 10°C. As amostras sem interrupção foram resfriadas no ar.

A seguir serão apresentados detalhes do recozimento para todas as taxas de aquecimento:

a) Recozimento com taxa de 0,10°C/s

O recozimento com a taxa de aquecimento de 0,10°C/s foi realizado no forno resistivo – EDG; a temperatura inicial do forno era de 23°C. As amostras foram colocadas em um porta-amostras e colocadas no forno, a figura 4.4 apresenta o ciclo de recozimento completo e também inclui as curvas para a interrupção em 780°C, 830°C e 880°C.

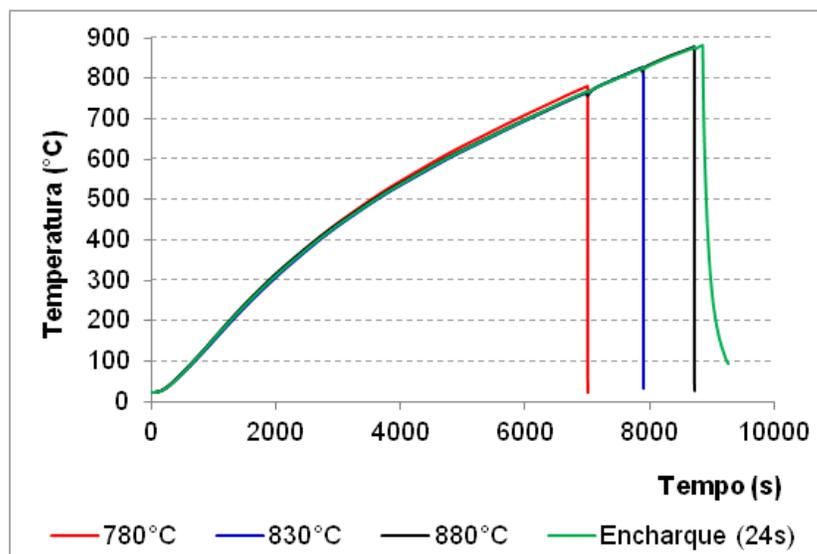


Figura 4.4: Ciclo de recozimento para taxa de aquecimento de $0,10^{\circ}\text{C/s}$ com interrupção em 780°C , 830°C e 880°C .

b) Recozimento com taxa de $6,8^{\circ}\text{C/s}$

O recozimento com a taxa de aquecimento de $6,8^{\circ}\text{C/s}$ foi realizado no forno resistivo – Combustol, com a temperatura inicial do forno em 880°C . O procedimento realizado neste recozimento consistiu em enfiar uma amostra de cada vez. Adotou-se esse procedimento com objetivo de garantir a retirada da amostra na temperatura desejada, uma vez que, o intervalo para retirada das amostras era pequeno. Após cada enfiada adotou-se um intervalo de quinze minutos para realizar a próxima, com objetivo de homogeneizar a temperatura no forno. A figura 4.5 apresenta o ciclo de recozimento completo e também inclui as curvas para a interrupção em 780°C , 830°C e 880°C .

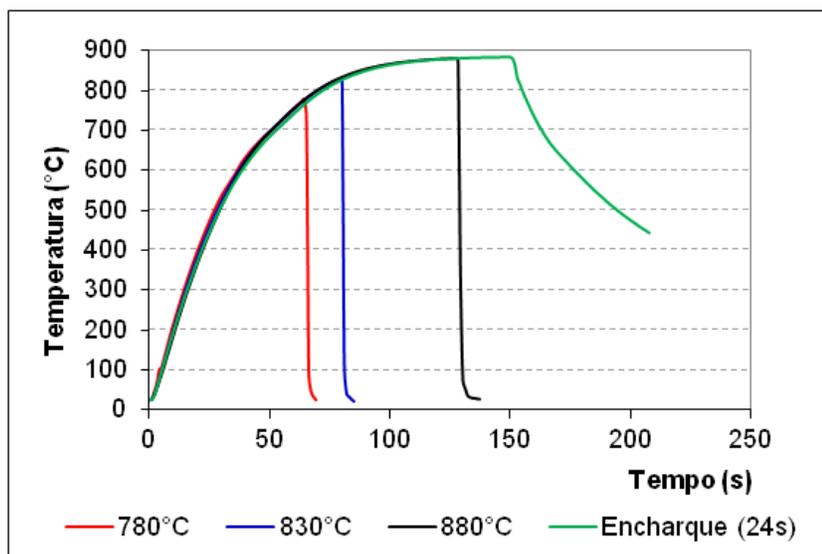


Figura 4.5: Ciclo de recozimento para taxa de aquecimento de 6,8°C/s com interrupção em 780°C, 830°C e 880°C.

c) Recozimento com taxa de 23,5°C/s

O ciclo de recozimento completo para a taxa de aquecimento de 23,5°C/s foi realizado no forno resistivo - Combustol e no forno resistivo - EDG. A rampa de aquecimento até a temperatura de aproximadamente 880°C foi realizada no forno Combustol, com temperatura inicial do forno em 1030°C. E o encharque foi realizado no forno EDG, com temperatura inicial em 920°C. Realizou-se o recozimento individual, conforme descrito para taxa de 6,8°C/s, com transferência da amostra de um forno para outro. A figura 4.6 apresenta o ciclo de recozimento para a taxa de 23,5°C/s.

d) Recozimento com taxa de e 41,5°C/s

O ciclo de recozimento completo para a taxa de aquecimento de 41,5°C/s foi realizado conforme descrito acima para taxa de 23,5°C/s. A temperatura inicial do forno resistivo - Combustol era de 1200°C e do forno resistivo - EDG era de 920°C. A figura 4.7 apresenta o ciclo de recozimento para a taxa de 41,5°C/s

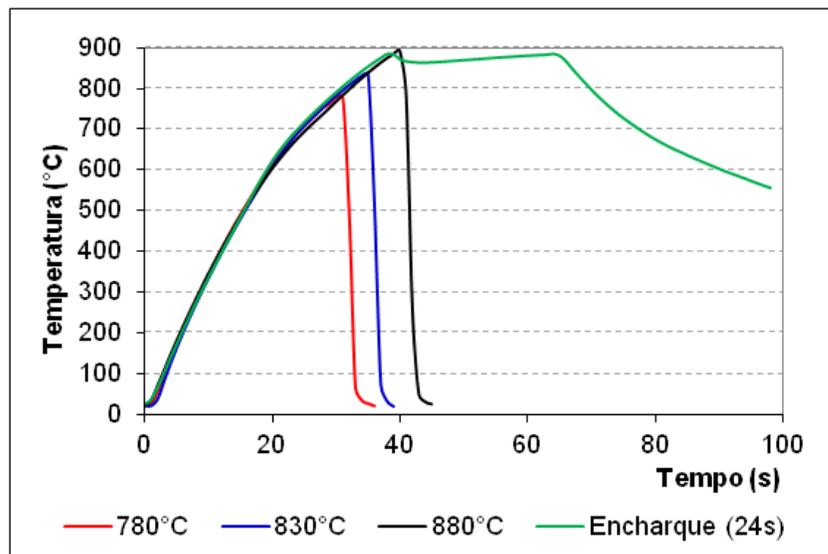


Figura 4.6: Ciclo de recozimento para taxa de aquecimento de 23,5°C/s com interrupção em 780°C, 830°C e 880°C.

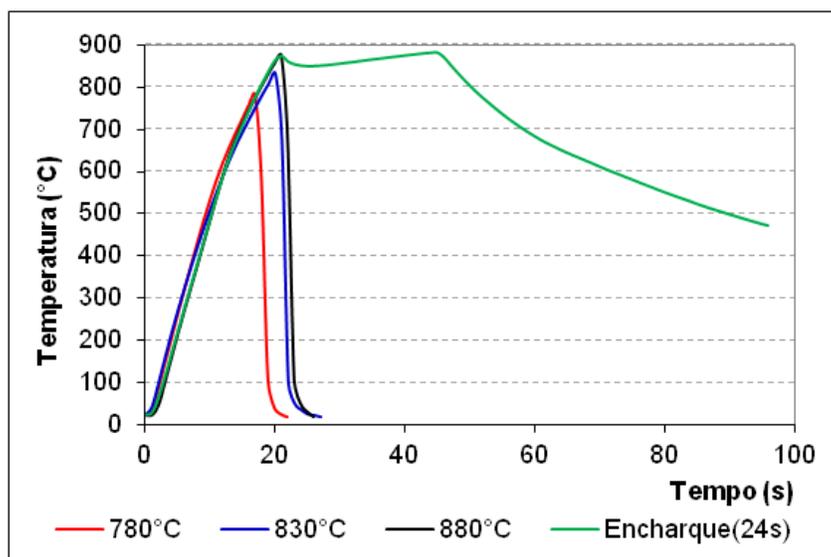


Figura 4.7: Ciclo de recozimento para taxa de aquecimento de 41,5°C/s com interrupção em 780°C, 830°C e 880°C

4.2.2 Caracterização das amostras

A caracterização das amostras foi realizada por meio das técnicas de microscopia ótica, EBSD, Raios-X, ensaio de tração e ensaio de dureza. A tabela 4.3 apresenta a relação entre o tipo de amostra e a técnica utilizada.

Tabela 4.3: Técnica de caracterização

Amostra	Técnica de Análise
Bobina Laminada a Quente	Microscopia ótica EBSD (convencional)
Bobina Laminada a Frio	Microscopia ótica Difração de Raios-X Ensaio de Dureza
Bobina Laminada a Frio Recozida Industrialmente	Microscopia ótica EBSD (convencional) Ensaio de Tração Ensaio de Dureza
Bobina Laminada a Frio Recozida no Laboratório – Recozimento Completo	Microscopia ótica EBSD (convencional) Ensaio de Tração Ensaio de Dureza
Bobina Laminada a Frio Recozida no Laboratório – Recozimento interrompido	Microscopia ótica EBSD (convencional e de alta resolução) Ensaio de Dureza

4.2.3 Caracterização da microestrutura, microtextura, macrotextura e propriedades mecânicas.

a) Caracterização microestrutural via microscopia ótica

O procedimento de preparação das amostras para a análise metalográfica foi realizado por meio das seguintes etapas: corte, embutimento, lixamento, polimento e ataque químico. Cortou-se uma amostra da região central da amostra recozida, com auxílio de

uma guilhotina manual. Para o embutimento a quente, utilizou-se baquelite. Em seguida, realizou-se a etapa de lixamento com lixas de grana de 120, 220, 320, 500 e 600 na lixadeira, da marca Struers Abramin-A, por aproximadamente 150s para cada lixa. Após o lixamento, a amostra foi polida com agente polidor de diamante (DP-Spray P) nos tamanhos de 9 μ m, 3 μ m e 1 μ m na politriz, da marca Struers Abramin-B, durante aproximadamente 420s para cada pano. Em seguida, a amostra foi ataca com reativo Vilela (95ml de álcool etílico, 1 g de ácido pícrico e 3ml de HCl), com o tempo de imersão de 50s. E para finalizar a amostra foi lavada com água, álcool e secada ao ar quente. A figura 4.8 apresenta os equipamentos utilizados na preparação das amostras.

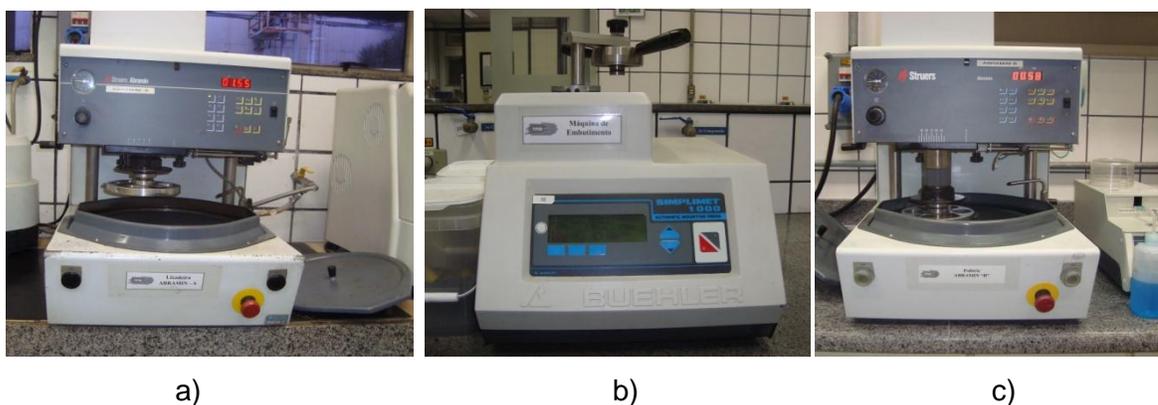


Figura 4.8: Equipamentos utilizados na preparação. a) Lixadeira; b) máquina de embutir; c) politriz.

As amostras foram examinadas na seção longitudinal à direção de laminação, ao longo da espessura. Utilizou-se um microscópio ótico, marca LEICA, equipado com uma câmera digital com resolução de 640 X 480 pixels. A figura 4.9 apresenta uma fotografia do equipamento utilizado no Centro de Pesquisas da empresa Aperam South America.



Figura 4.9 : Microscópio ótico LEICA.

b) Caracterização da microtextura

Já o procedimento de preparação das amostras para o MEV consistiu das etapas acima relacionadas para a preparação metalográfica até a etapa de polimento. Adicionalmente realizou-se outro polimento com sílica coloidal por aproximadamente 2700s na politriz, marca Minimet 1000B.

A determinação da microtextura foi feita via equipamento *Electron Back Scattered Diffraction* (EBSD) convencional, acoplado ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) com filamento de LaB₆, marca PHILIPS, modelo XL-30. Os dados foram coletados na seção longitudinal ao longo da espessura para todas as amostras com aceleração do feixe de 20KV e o passo utilizado variou entre 2 e 10 μ m, a tabela 4.4 apresenta a relação entre a amostra, parâmetros do MEV e a fração de pontos indexados para cada amostra para o índice de confiança maior que 0,095. Os dados obtidos pela técnica EBSD foram analisados no software OIM Analysis. Além disso, o tamanho de grão também foi determinado via EBSD usando a técnica de intercepto linear. A figura 4.10 apresenta o microscópio eletrônico de varredura utilizado da empresa Aperam South America.

Tabela 4.4: Parâmetros do MEV e fração de pontos indexados.

Amostra	Temperatura de interrupção (°C)	Passo (µm)	Pontos indexados (%)
BQ	-	10	97,25
BF encruada	-	2	25,37
Amostra recozida industrialmente	-	4	95,14
Bobina laminada a frio recozida com taxa de 0,10°C/s	780	4	92,90
	830	4	96,39
	880	4	97,04
	Encharque	4	97,07
Bobina laminada a frio recozida com taxa de 6,8°C/s	780	2	36,88
	830	4	88,47
	880	4	93,70
	Encharque	4	95,16
Bobina laminada a frio recozida com taxa de 23,5°C/s	780	2	35,18
	830	2	73,51
	880	4	92,61
	Encharque	4	93,55
Bobina laminada a frio recozida com taxa de 41,5°C/s	780	2	36,96
	830	2	38,93
	880	2	90,39
	Encharque	4	92,50

Nas amostras retiradas na temperatura de 780°C recozidas com taxas de aquecimento de 6,8, 23,5 e 41,5 utilizou-se a técnica de EBSD em um MEV de alta resolução com filamento de tungstênio. A análise foi feita em três regiões ao longo da espessura, sendo na superfície, 20% abaixo da superfície e no meio da espessura. Em cada região varreu-se uma área de 13X100µm Os parâmetros utilizados para análise foram passo de 80nm e aceleração do feixe de 20kV. A tabela 4.5 apresenta o percentual de pontos indexados para índice de confiança maior que 0,095.



Figura 4.10: Microscópio eletrônico de varredura PHILIPS XL-30

Tabela 4.5: Fração de pontos indexados no MEV de alta resolução.

Amostra	Temperatura de interrupção (°C)	Pontos indexados (%)		
		Superfície	20% abaixo da superfície	Centro
Bobina laminada a frio recozida com taxa de 6,8°C/s	780	89,3	89,6	87,1
Bobina laminada a frio recozida com taxa de 23,5°C/s	780	73,6	79,2	77,9
Bobina laminada a frio recozida com taxa de 41,5°C/s	780	73,5	89,5	70
Bobina laminada a frio recozida com taxa de 41,5°C/s	830	98,1	97	97,7

b) Caracterização da macrotextura

A preparação da amostra para análise no difratômetro de raios-X consistiu primeiramente em cortar uma amostra com dimensão de 50X50mm a partir da bobina laminada a frio encruada. Em seguida, identificou-se a direção de laminação com um corte nas bordas, conforme a figura 4.11. Após a identificação, a amostra foi lixada com lixas de grana de 120, 220, 320, 500 e 600 e lavada com água e sabão neutro. Em seguida a amostra foi atacada com uma solução de HNO_3 (12%) e HF(3%) na temperatura de aproximadamente 55°C com objetivo de retirar as marcas das lixas. Posteriormente, a amostra foi lavada com água e sabão neutro, e para finalizar jogou-se álcool e um jato de ar quente para secar a amostra.



Figura 4.11: Amostra para análise no difratômetro de Raios-X.

A determinação da macrotextura foi feita no equipamento difratômetro X'Pert PRO MPD da marca Philips, equipado com um goniômetro Theta-Theta de alta performance e berço de textura ATC-3 Prefix. A FDOC foi calculada a partir das figuras de pólo incompletas dos planos (110), (200) e (211) usando o método de series de expansão de Bunge (I_{\max_22}). A análise foi feita na superfície, centro e 20% abaixo da superfície. A figura 4.12 apresenta o difratômetro de raios-X utilizado do Centro de Pesquisas da empresa Aperam South America.



Figura 4.12: Difratorômetro X'Pert PRO MPD Philips.

c) Propriedades mecânicas

A preparação das amostras de secção retangular para o ensaio de tração foi realizada conforme a norma AISI E8M. As amostras foram retiradas em três direções, paralelas a direção de laminação, perpendicular a direção de laminação e com ângulo de 45° em relação a direção de laminação. A figura 4.13 mostra a posição de retirada das amostras em relação a amostra recozida. As dimensões do corpo-de-prova são apresentadas na tabela 4.5 e a figura 4.14 apresenta o formato do corpo-de-prova produzido.

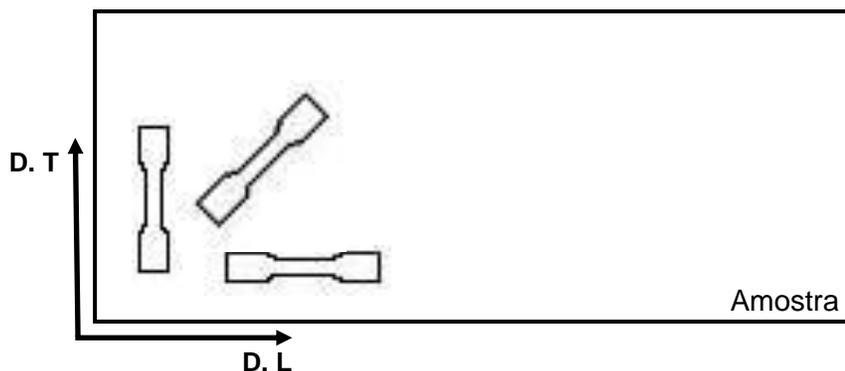


Figura 4.13: Posição de retirada das amostras em relação a direção de laminação.

Tabela 4.6: Características do corpo-de-prova padrão

Região do Corpo-de-prova	Unidade (mm)
G (comprimento da região do extensômetro)	$50,0 \pm 0,1$
W (Largura da parte útil do corpo de prova)	$12,5 \pm 0,2$
T (espessura do corpo de prova)	0,6
R (raio da concordância)	12,5
L (comprimento total)	300
A (comprimento da parte útil)	83
B (comprimento da garra)	102,5
C (largura da garra)	20

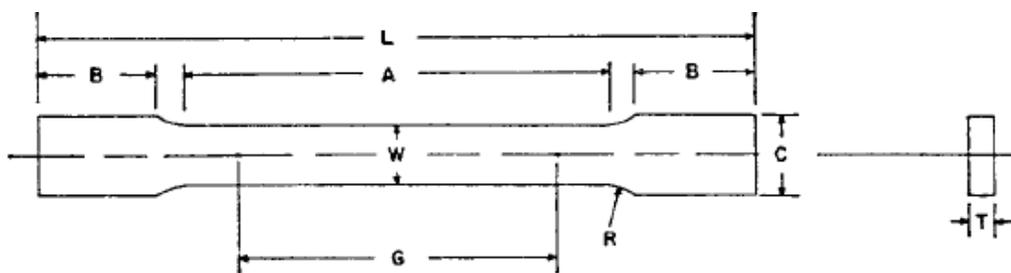


Figura 4.14: Corpo-de-prova para ensaio de tração.

As amostras para avaliar o grau de estriamento foram preparadas com comprimento de 300mm e largura de 50mm, com a direção de laminação paralela ao comprimento.

As amostras foram ensaiadas em uma máquina INSTRON modelo 5582 com capacidade de 15t e equipada com vídeo extensômetro. O coeficiente de anisotropia normal médio e o coeficiente de anisotropia planar foram determinados nas amostras com ciclo completo de recozimento, via ensaio de tração para 15% deformação. A figura 4.15 apresenta o equipamento utilizado do Centro de Pesquisa da Aperam South America.



Figura 4.15: Máquina de ensaio de tração INSTRON 5582.

O grau de estriamento foi avaliado via ensaio de tração com deformação de 15%. Após o ensaio foi realizada a identificação do grau de estriamento com análise visual utilizando o padrão interno da Aperam South America que varia de 0 (sem estriamento) e 3,0 (máximo de estriamento). Para efeito de comparação, a figura 4.16 apresenta o padrão interno para os diferentes graus de estriamento do Centro de Pesquisa da Aperam South America.

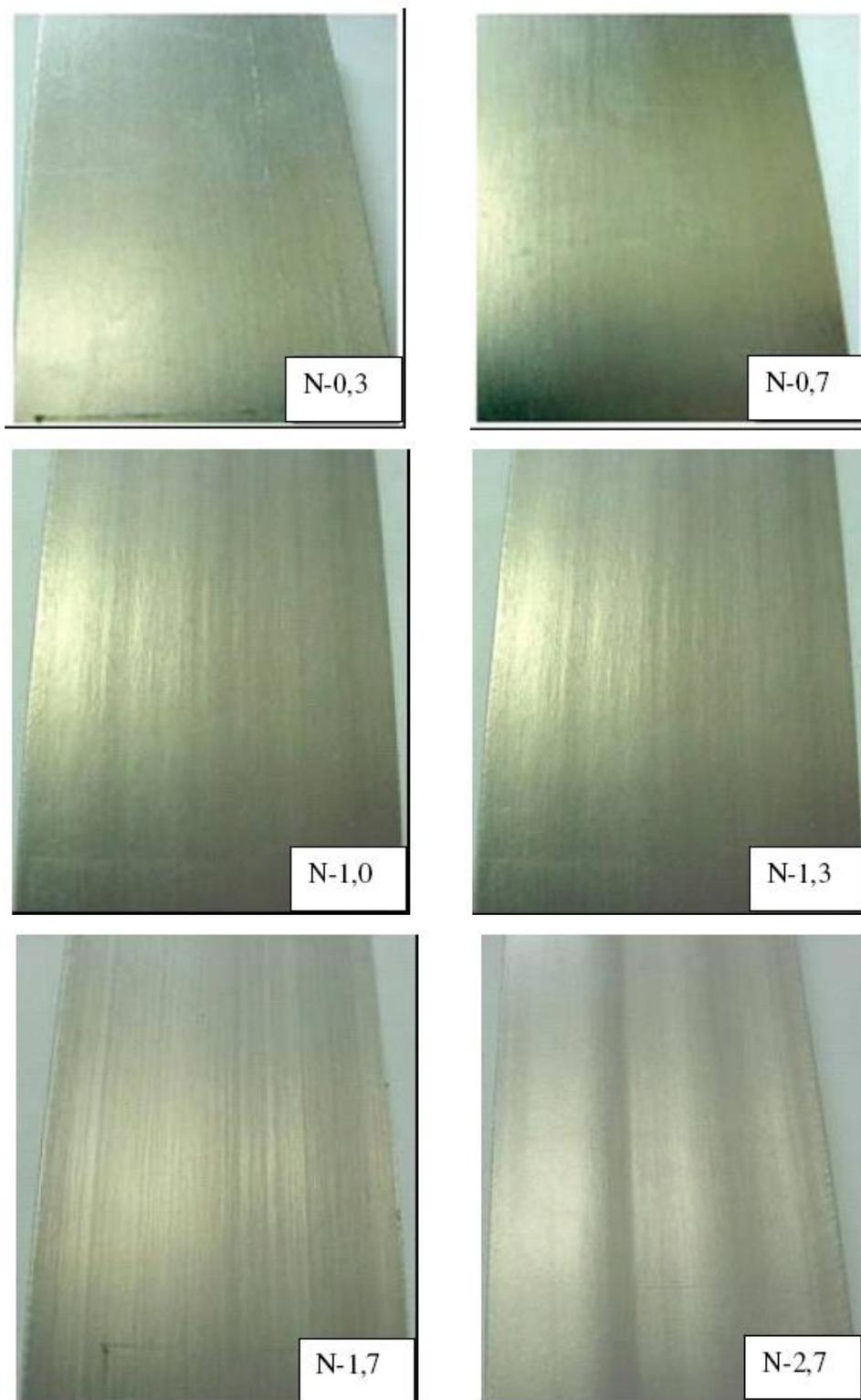


Figura 4.16: Padrão interno de grau de estriamento para o aço AISI 430 estabilizado ao nióbio.

O ensaio de dureza foi realizado nas amostras conforme a norma AISI E18. Em cada amostra foi realizado três medidas de dureza, utilizando-se a escala Vickers. Os ensaios foram realizados no durômetro da marca Instron, modelo Wolpert 930. A figura 4.17 apresenta o durômetro utilizado do Centro de Pesquisa da Aperam South America.



Figura 4.17: Durômetro Instron, modelo Wolpert 930.

CAPÍTULO 5: RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Resultados

5.1.1 Microscopia ótica

❖ Bobina laminada a quente

Observa-se na amostra retirada após a etapa de laminação a quente e recozimento, figura 5.1, que a microestrutura está completamente recristalizada e com gradiente no diâmetro do grão recristalizado ao longo da espessura. A região central da amostra é composta por grãos maiores, enquanto as bordas são compostas por grãos menores. Nota-se a presença de precipitados em toda a matriz, sendo estes distribuídos no interior dos grãos recristalizados e também nos contornos, figura 5.1b.

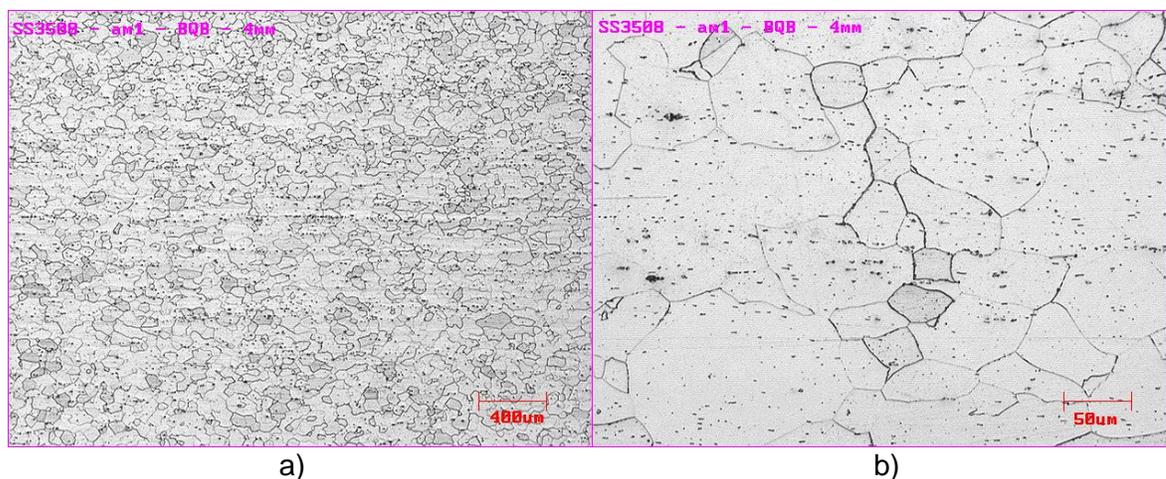


Figura 5.1: Micrografia da bobina laminada a quente: a) espessura completa; b) região central. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.

❖ Bobina laminada a frio

A figura 5.2 mostra a microestrutura da amostra laminada a frio com redução de 85% na espessura. Observa-se que a microestrutura está com grãos altamente deformados e alongados na direção de laminação. A figura 5.2 apresenta as micrografias para toda a espessura da amostra, superfície e centro da amostra.

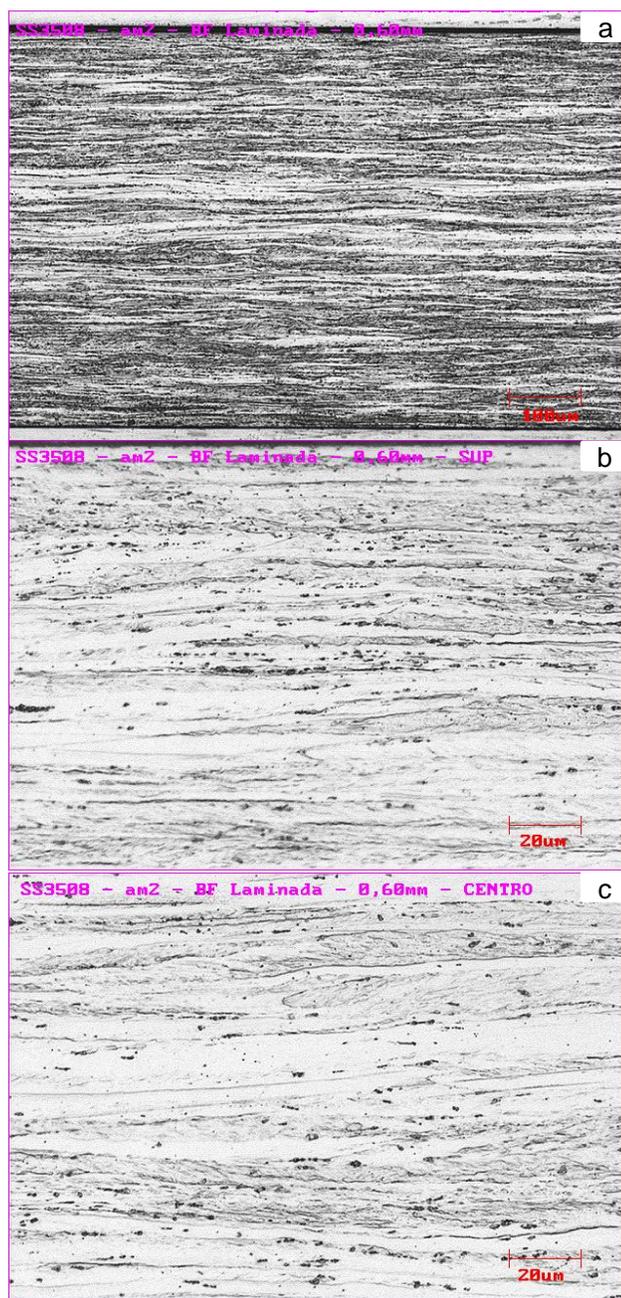


Figura 5.2: Micrografias da BF encruada: a) para toda espessura; b) próxima à superfície; c) centro. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.

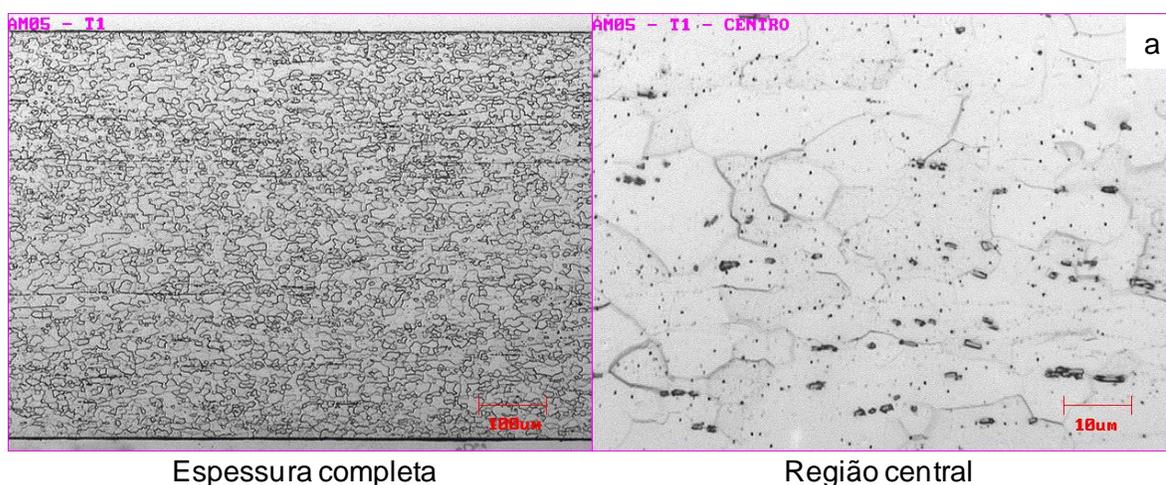
❖ Bobina laminada a frio recozida com taxa de aquecimento de $0,10^{\circ}\text{C/s}$

As mudanças que ocorreram na microestrutura a partir de aproximadamente 780°C durante o recozimento com taxa de aquecimento de $0,10^{\circ}\text{C/s}$ podem ser observadas na

figura 5.3. Observa-se que em todas as micrografias, que as microestruturas estão completamente recristalizadas e com precipitados. De forma geral, a evolução observada na microestrutura a partir da figura 5.3a para a figura 5.3d, consiste no crescimento dos grãos recristalizados.

A amostra retirada em 780°C, figura 5.3a (espessura completa e região central), apresenta uma microestrutura com distribuição heterogênea do tamanho de grão ao longo da espessura. A região central é composta por grãos maiores enquanto a superfície é composta por grãos menores. Ressalta-se também uma distribuição heterogênea de precipitados na matriz.

Para a amostra retirada em 830°C, figura 5.3b (espessura completa e região central), a matriz é constituída por grãos recristalizados e com uma distribuição heterogênea do tamanho de grão ao longo da espessura e com precipitados distribuídos em toda a matriz. As amostras retiradas em 880°C e com tempo de encharque de 24s, figura 5.3c e 5.3d respectivamente, apresentam uma matriz com diâmetro médio de grão heterogêneo ao longo da espessura e com crescimento anormal de alguns grãos. Observa-se que os precipitados estão distribuídos de forma heterogênea na matriz ferrítica.



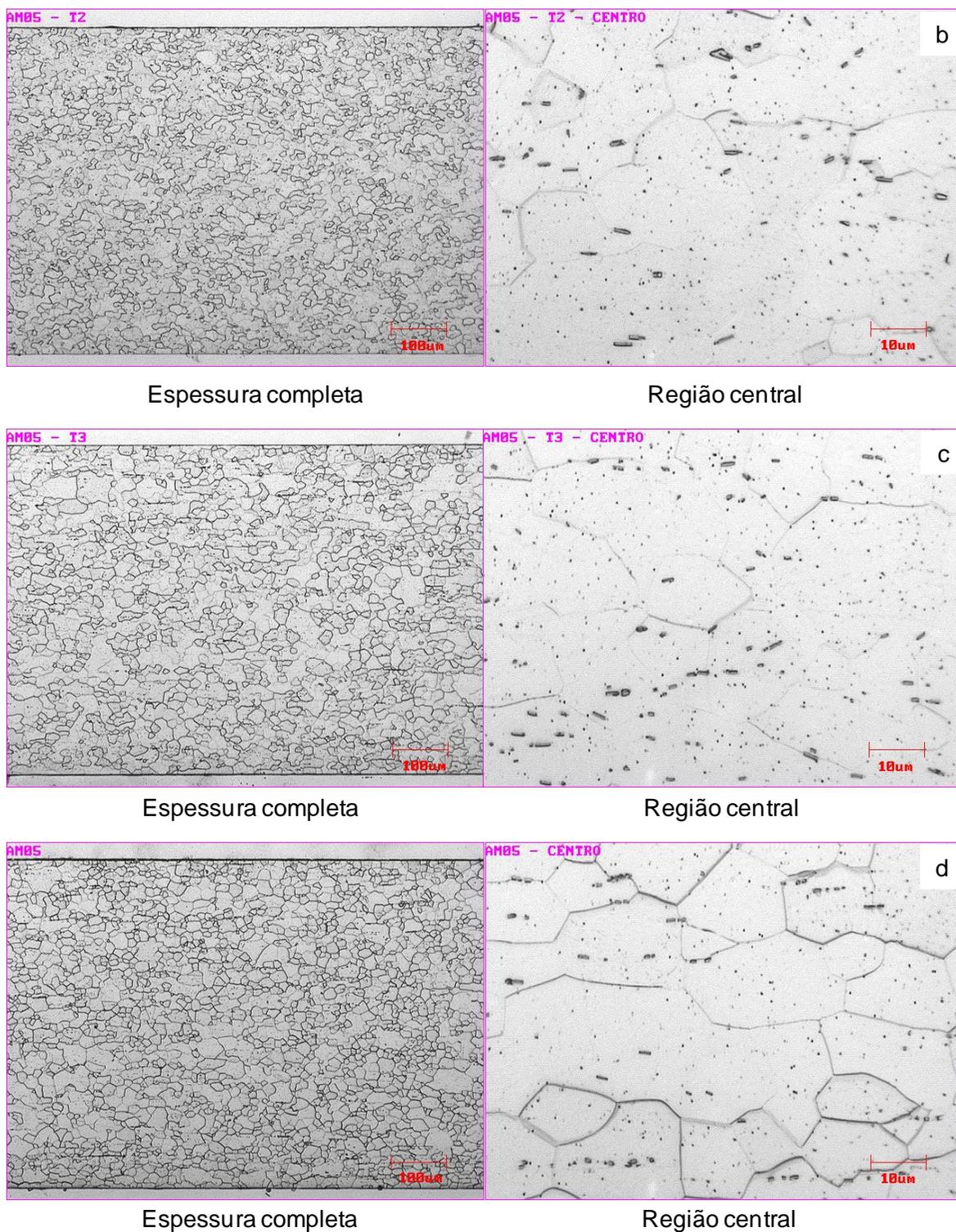


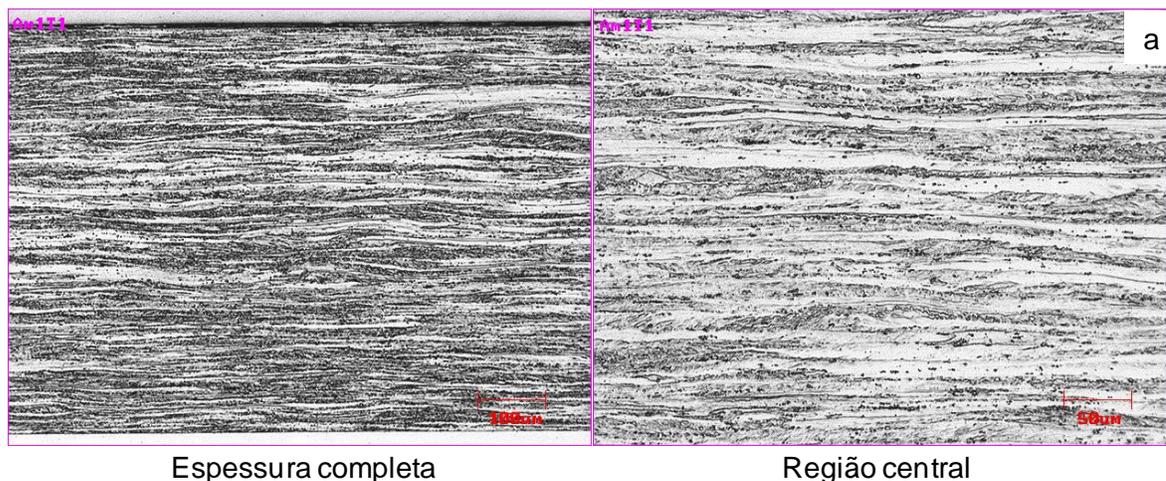
Figura 5.3: Micrografias da BF recozida com taxa de 0,10°C/s: a) retirada em 780°C; b) retirada em 830°C; c) retirada em 880°C; d) retirada após encharque de 24s. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.

❖ Bobina laminada a frio recozida com taxa de aquecimento de $6,8^{\circ}\text{C/s}$

A evolução da microestrutura para a taxa de aquecimento de $6,8^{\circ}\text{C/s}$ é apresentada na figura 5.4. Observa-se na amostra retirada em 780°C , figura 5.4a (espessura completa e região central), que a microestrutura é constituída de grãos deformados e alinhados na direção da laminação, características do estado deformado. Ressalta-se que esta amostra permaneceu em torno de 63s no forno. A partir desta análise da microestrutura via microscopia ótica não se evidenciou nenhuma mudança no estado da matriz, ou seja, de encruada para recristalizada.

Já a amostra retirada em 830°C , figura 5.4b (espessura completa e região central), apresenta uma matriz ferrítica completamente recristalizada com uma distribuição do tamanho do diâmetro de grão heterogênea ao longo da espessura, sendo na região central a predominância de grãos maiores. Ressalta-se também que os precipitados estão distribuídos de forma heterogênea na matriz ferrítica.

Nota-se nas amostras retiradas em 880°C e com tempo de encharque de 24s, figura 5.4c e 5.4d respectivamente, que as matrizes estão constituídas de grãos recristalizados e com distribuição heterogênea do diâmetro de grão ao longo da espessura. Observa-se que em ambas as micrografias, que os precipitados estão distribuídos de forma heterogênea na matriz ferrítica.



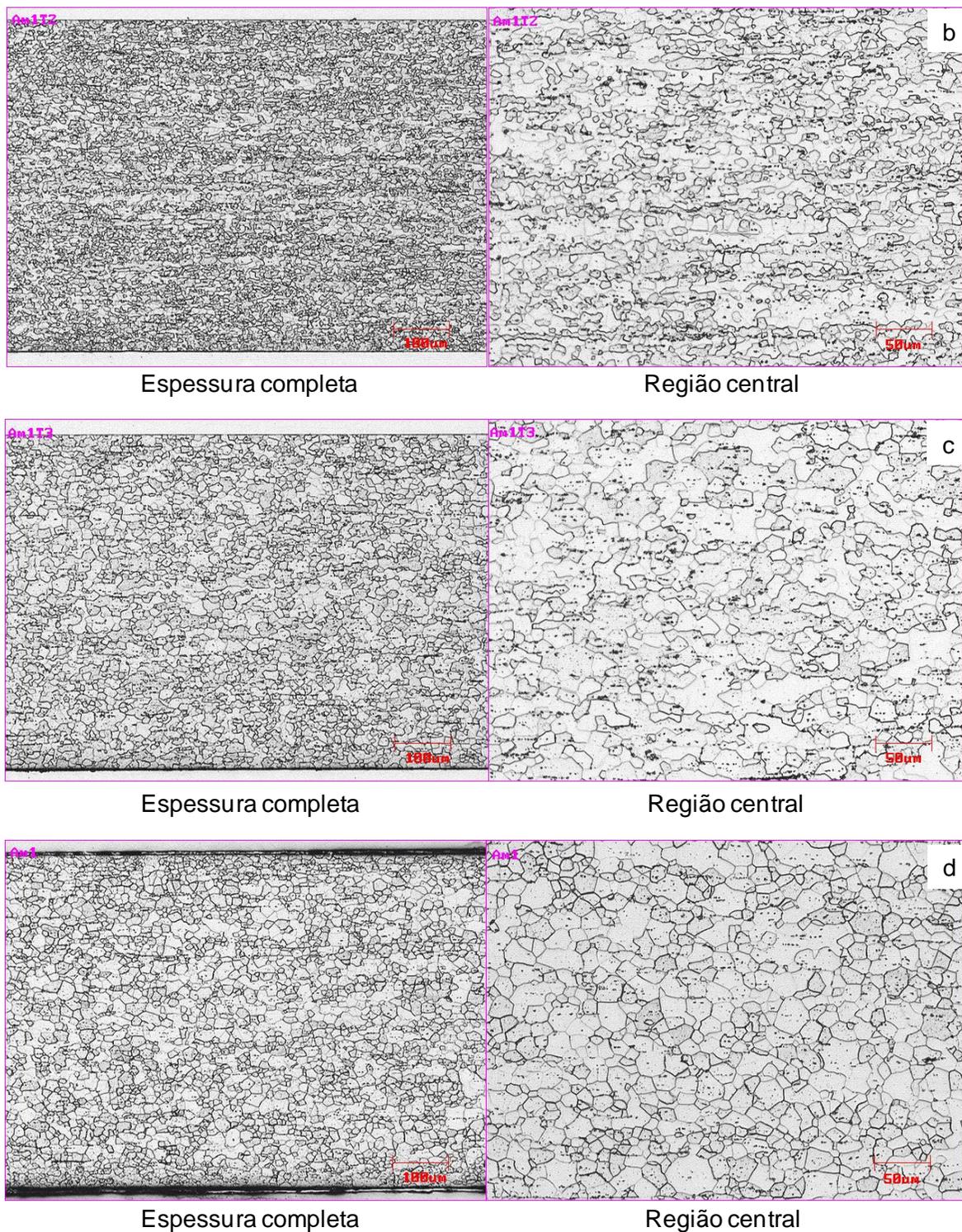


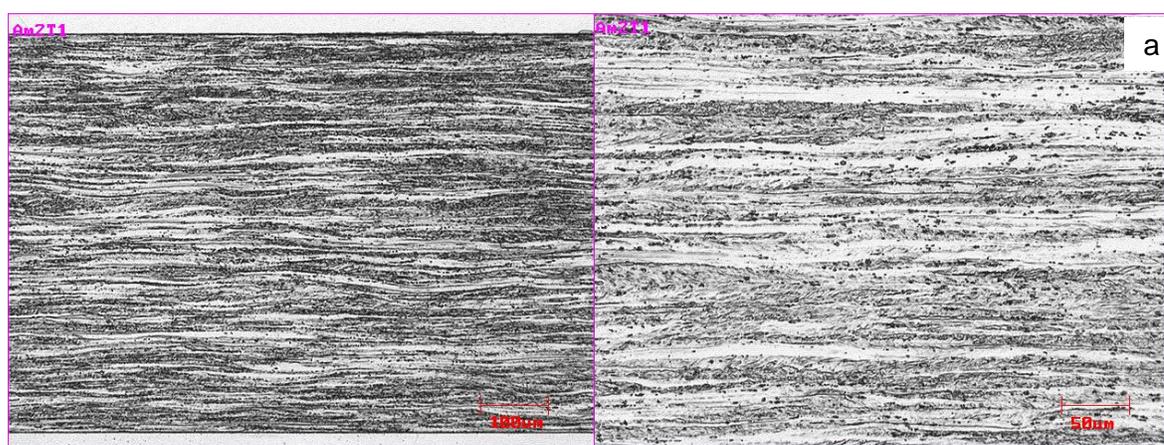
Figura 5.4: Micrografias da BF recozida com taxa de 6,8°C/s: a) retirada em 780°C; b) retirada em 830°C; c) retirada em 880°C; d) retirada após encharque de 24s. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.

❖ Bobina laminada a frio recozida com taxa de aquecimento de 23,5°C/s

As mudanças nas microestruturas a partir de 780°C para a taxa de aquecimento de 23,5°C/s são apresentadas na figura 5.5. Observa-se na amostra retirada em 780°C, figura 5.5a (espessura completa e região central), que a microestrutura é composta por grãos deformados e alinhados na direção da laminação. A partir desta análise da microestrutura via microscopia ótica não se evidenciou nenhuma mudança no estado da matriz, ou seja, de encruada para recristalizada. Ressalta-se que a amostra permaneceu em torno de 31s no forno.

Já a amostra retirada em 830°C, figura 5.5b (espessura completa e região central), observa-se que a microestrutura está parcialmente recristalizada, com predominância do estado deformado. Esta é composta por regiões recristalizadas e regiões deformadas, com os grãos alongados na direção de laminação. Ressalta-se que a amostra permaneceu em torno de 35s no forno.

Para as amostras retiradas em 880°C e com tempo de encharque de 24s, figura 5.5c e 5.5d respectivamente. Nota-se que a amostra retirada em 830°C apresenta uma região pequena com traço de deformação, porém o restante constitui-se de grãos recristalizados. Já amostra retirada após o tempo de encharque, figura 5.5d, a matriz apresenta uma microestrutura ferrítica completamente recristalizada, com tamanho de grão heterogêneo ao longo da espessura e com precipitados distribuídos de forma heterogênea.



Espessura completa

Região central

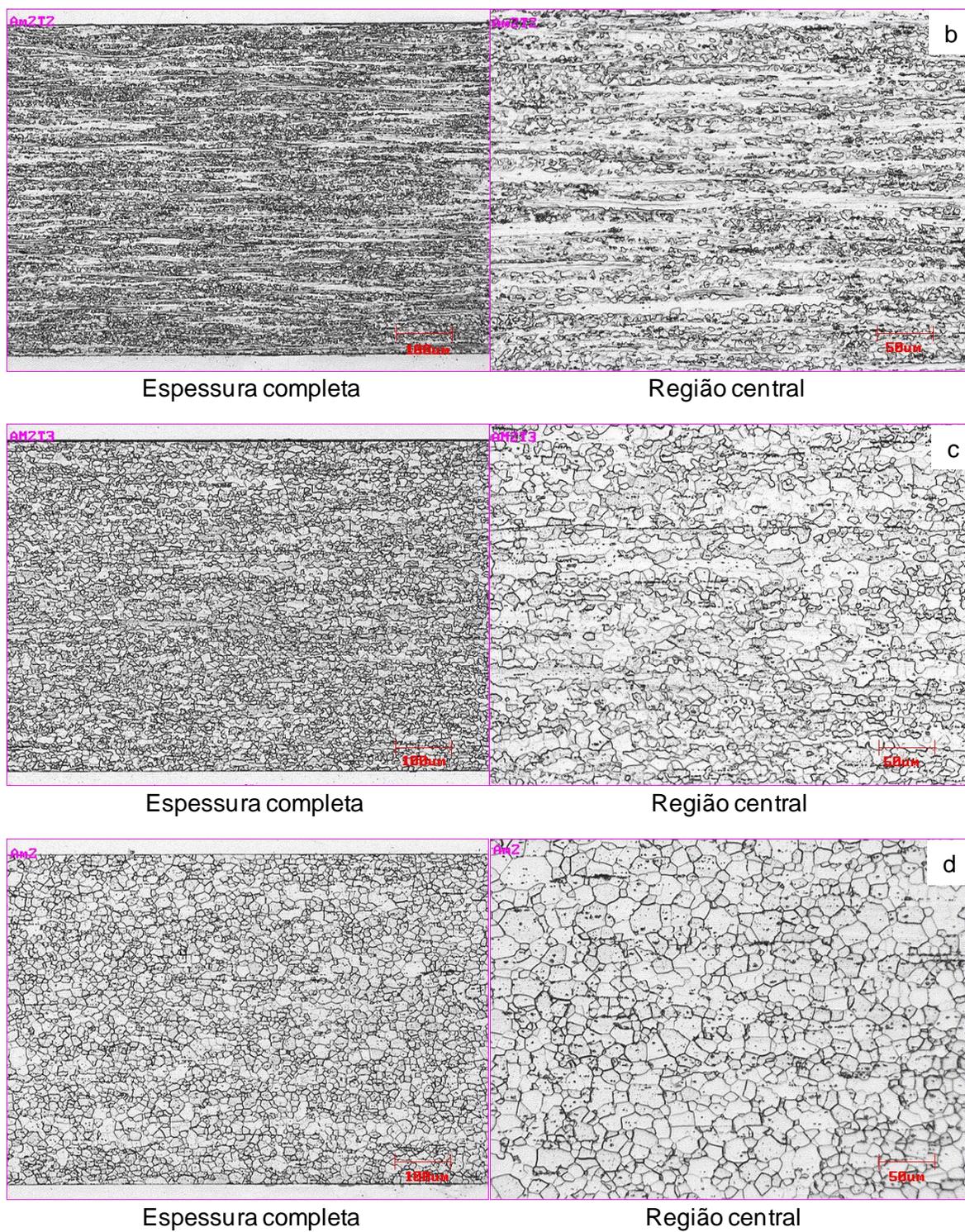
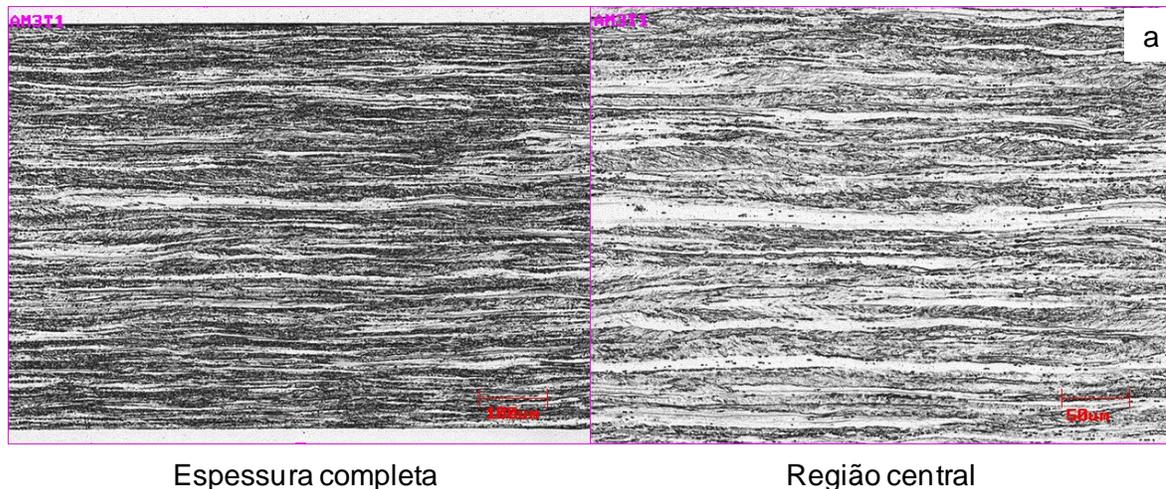


Figura 5.5: Micrografias da BF recozida com taxa de 23,5°C/s: a) retirada em 780°C; b) retirada em 830°C; c) retirada em 880°C; d) retirada após encharque de 24s. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.

❖ Bobina laminada a frio recozida com taxa de aquecimento de $41,5^{\circ}\text{C/s}$

A evolução da microestrutura para a taxa de aquecimento de $41,5^{\circ}\text{C/s}$ a partir de 780°C pode ser observada na figura 5.6. Observa-se na amostra retirada em 780°C e 830°C , figura 5.6a e 5.6b, que a microestrutura é constituída de grãos deformados e alinhados na direção da laminação. A partir desta análise da microestrutura via microscopia ótica, da espessura completa e região central, não se evidenciou nenhuma mudança no estado da matriz, ou seja, de encruada para recristalizada. Ressalta-se que a amostra retirada em 780°C permaneceu no forno em torno de 17s e amostra retirada em 830°C permaneceu em torno de 20s no forno.

A amostra retirada em 880°C , figura 5.6 (espessura completa e região central), apresenta uma microestrutura parcialmente recristalizada com regiões deformadas. Já a amostra retirada após o tempo de encharque de 24s, figura 5.6d, apresenta uma microestrutura completamente recristalizada com uma distribuição heterogênea do tamanho do grão ao longo da espessura e precipitados distribuídos em toda a matriz.



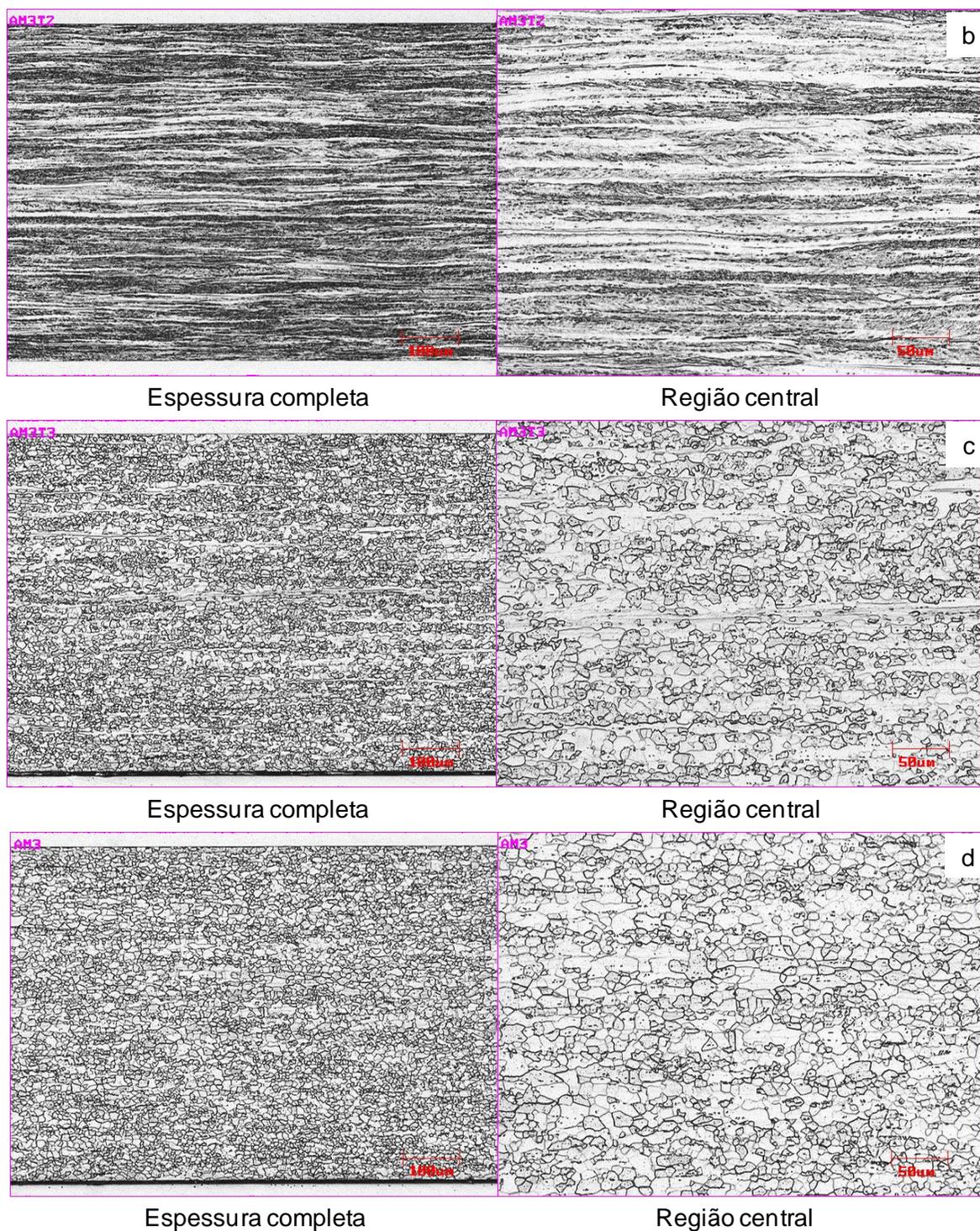


Figura 5.6: Micrografias da BF recozida com taxa de 41,5°C/s: a) retirada em 780°C; b) retirada em 830°C; c) retirada em 880°C; d) retirada após encharque de 24s. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.

❖ Bobina laminada a frio recozida com taxa de aquecimento de 23,5°C/s na planta industrial

A amostra recozida na planta industrial com a taxa de 23,5°C/s, figura 5.7 (espessura completa e região central), apresenta uma matriz ferrítica completamente recristalizada com uma distribuição heterogênea do tamanho de grão ao longo da espessura. Observa-se também uma distribuição heterogênea de precipitados na matriz, figura 5.7b.

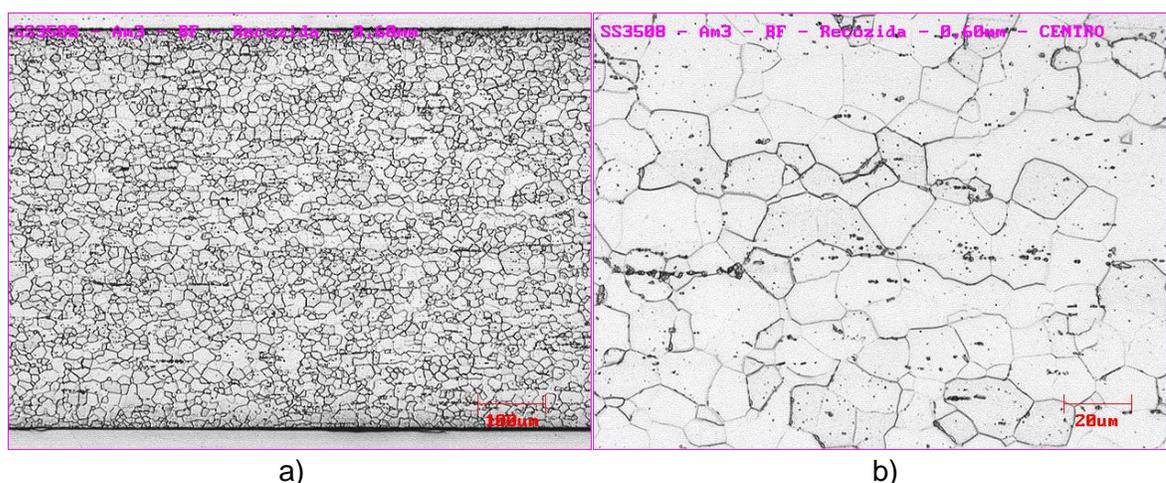


Figura 5.7: Micrografia da amostra recozida na planta industrial: a) espessura completa; b) região central. Seção paralela à direção de laminação. Ataque Vilela.

A tabela 5.1 apresenta o tamanho de grão das amostras recozidas com ciclo de completo para todas as taxas de aquecimento com tolerância de 5° e tamanho de grão maior que 2µm.

Tabela 5.1: Relação do tamanho de grão recristalizado com a taxa de aquecimento do recozimento final.

Amostra	Taxa de aquecimento (°C/s)	TG-1 (µm)	TG-2 (µm)	TG-3 (µm)	TG (µm)	Erro (%)
1	0,1	11,86	11,73	11,56	11,72	0,01
2	6,8	10,21	9,53	10,47	10,07	0,04
3	23,5	9,23	9,20	9,32	9,25	0,01
4	41,5	6,32	5,93	6,58	6,28	0,04
5	23,5*	9,12	9,68	9,88	9,56	0,03

*Taxa de aquecimento realizada na planta industrial.

A maior redução no tamanho de grão final recristalizado ($\Delta T.G$) ocorreu no intervalo entre a taxa de aquecimento de 23,5°C/s e 41°C/s, com um acréscimo de 1,77X na taxa de aquecimento de 23,5°C/s. Comparando o tamanho do grão recristalizado do recozimento realizado com taxa de 23,5°C/s na planta industrial e com o produzido no laboratório, observa-se que a variação foi muito pequena.

5.1.2 Macrotextura e microtextura

❖ Microtextura da bobina laminada a quente

Observa-se no mapa de orientação, figura 5.8, que a orientação dos grãos é bastante heterogênea ao longo da espessura. Nota-se uma predominância dos grãos com orientação (101)<uvw> na região compreendida entre a superfície e até aproximadamente 25% da espessura, e uma predominância dos grãos com orientação (001)<uvw> na região compreendida de 25% até 75%. Ressalta-se também uma baixa fração volumétrica de grãos com orientação (111)<uvw>, com uma fração volumétrica de 0,07 distribuídos ao longo da espessura.

O perfil das componentes de cisalhamento ao longo da espessura, Goss (110)[001], Latão (110)[$\bar{1}12$], Cobre (112)[11 $\bar{1}$] e Dillamore (4 4 $\bar{1}\bar{1}$)[11 11 8] é apresentado na figura 5.9. A maior fração volumétrica da componente Goss está situada em aproximadamente 20% abaixo da superfície. A região central da amostra apresenta baixa fração volumétrica para as componentes Goss e Latão e nenhum grão com orientação igual à componente Cobre (112)[11 $\bar{1}$] e Dillamore (4 4 $\bar{1}\bar{1}$)[11 11 8].

Observa-se na ODF para toda a espessura, figura 5.10, que a textura predominante é a fibra α com alta intensidade nas orientações (001)[1 $\bar{1}0$] e (114)[1 $\bar{1}0$], e que a fibra γ foi fracamente desenvolvida. A intensidade da fibra α diminui com o aumento do ângulo Φ . A fração volumétrica da fibra α medida em toda a amostra foi de 0,39 e da fibra γ foi de 0,07. Ressalta-se também nessa ODF uma alta intensidade na orientação (001)[$\bar{1}\bar{1}0$], $\varphi_1=90^\circ$ e $\Phi=0^\circ$, orientação pertencente a fibra Teta e alta intensidade na componente Goss (110)[001]. A figura 5.11 apresenta as ODFs para a região compreendida em 0% a 25% e para 25% a 50%.

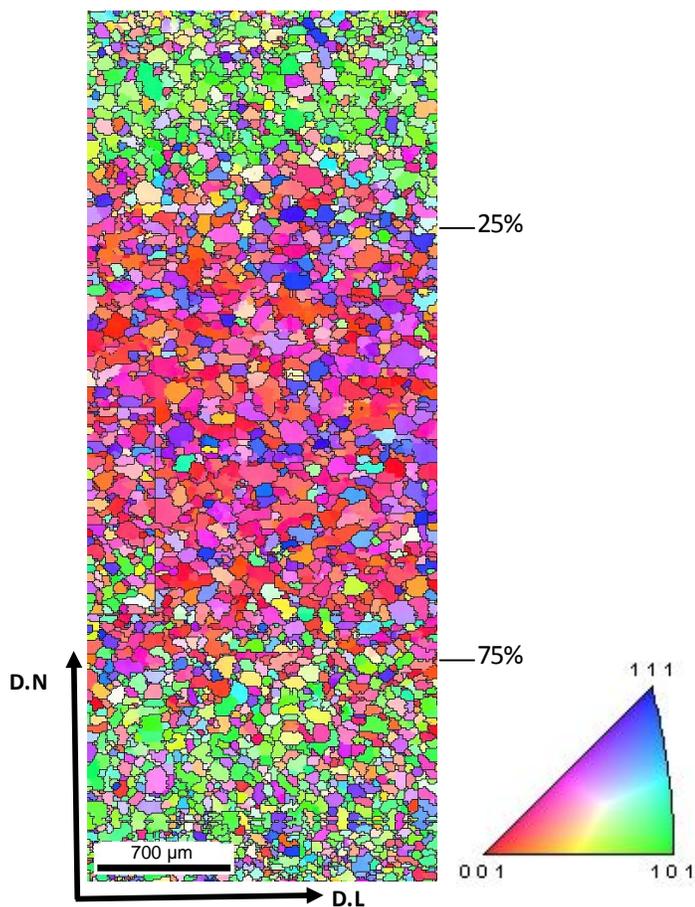


Figura 5.8: Mapa de orientação dos grãos da bobina laminada a quente.

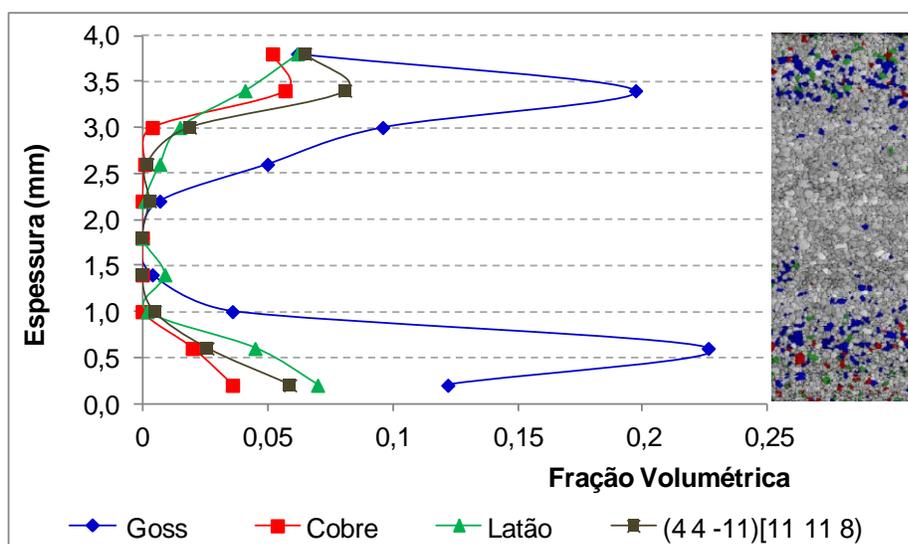


Figura 5.9: Variação das componentes de cisalhamento ao longo da espessura da bobina laminada a quente, paralelo um mapa com as respectivas orientações.

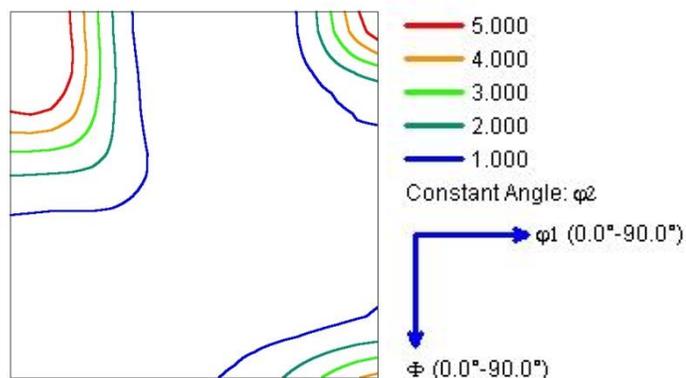


Figura 5.10:ODF para seção de $\varphi_2=45^\circ$ para a bobina laminada a quente, espessura completa.

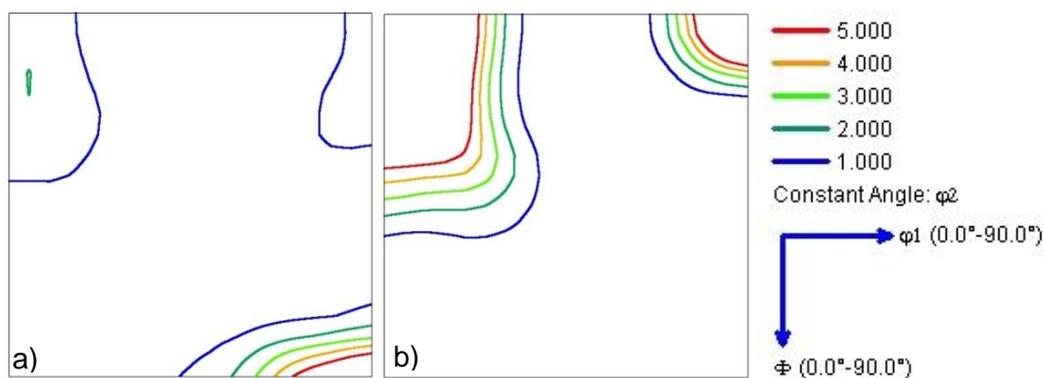


Figura 5.11: ODF para seção de $\varphi_2=45^\circ$ para a bobina laminada a quente: a) região 0 a 25% e b) região 25% a 50%.

Na figura 5.12 o perfil das fibras é apresentado ao longo da espessura da bobina laminada a quente. Observa-se que na região central que a fibra α predomina com maior fração volumétrica e ocorre uma redução da fração no sentido centro-superfície. A segunda fibra com maior fração volumétrica presente na região central foi à fibra Teta. Ressalta-se também que a fibra ε apresenta uma distribuição mais homogênea ao longo da espessura. Para a região próxima à superfície a predominância é da fibra ζ que possui componentes de cisalhamento como $(110)[001]$ e $(110)[\bar{1}12]$. Além disso, a fração volumétrica da fibra η foi maior próximo à superfície do que na região central.

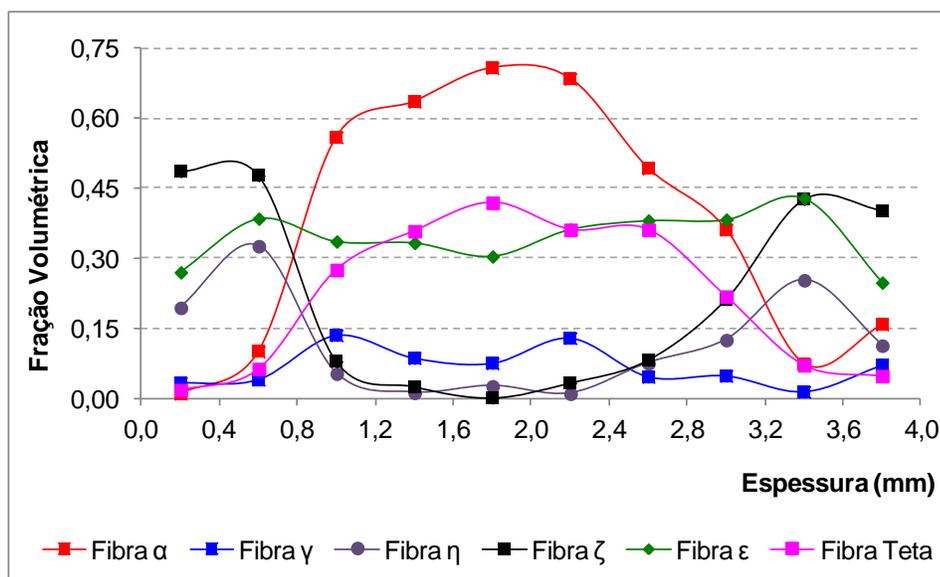


Figura 5.12: Fração volumétrica das fibras ao longo da espessura da bobina laminada a quente.

❖ Macrotextura e microtextura da bobina laminada a frio

• Macrotextura

A textura da bobina laminada a frio foi avaliada via difração de raios-X em três regiões, na superfície, 20% abaixo da superfície e centro. A coleta de dados foi realizada no plano normal - DN por meio do difratômetro de raios-X, porém as ODFs foram plotadas no Software OIM. A figura 5.13 apresenta a ODF para a superfície com seção de $\varphi_2=45^\circ$. Observa-se na ODF que a fibra α foi fortemente desenvolvida com alta intensidade nas componentes $(001)[1\bar{1}0]$, $(112)[1\bar{1}0]$, $(114)[1\bar{1}0]$, e com o aumento do ângulo Φ a intensidade nas componentes é reduzida. A fibra γ foi fracamente desenvolvida; dentre as componentes, as componentes $(111)[1\bar{1}0]$ e $(111)[2\bar{3}1]$ foram mais desenvolvidas. Destaca-se que a componente $(111)[1\bar{1}0]$ está localizada no ponto de interseção entre a fibra α e fibra γ . A fração volumétrica da fibra α e γ foi de 0,397 e 0,261, respectivamente.

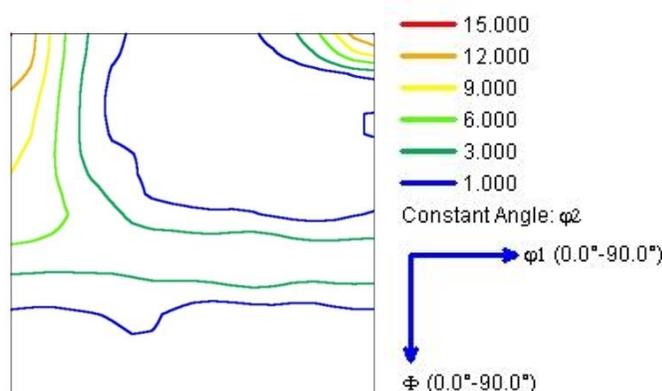


Figura 5.13: ODF da superfície para a amostra laminada a frio com 85% de redução para seção de $\varphi_2=45^\circ$.

Observa-se na figura 5.14 a textura para a posição de 20% abaixo da superfície para seção de $\varphi_2=45^\circ$. Nota-se na ODF que a fibra α foi fortemente desenvolvida com alta intensidade nas componentes $(001)[1\bar{1}0]$, $(112)[1\bar{1}0]$, $(114)[1\bar{1}0]$ e com aumento do ângulo Φ a intensidade na fibra foi reduzida. Já a fibra γ foi fracamente desenvolvida, com as componentes $(111)[1\bar{1}0]$ e $(111)[2\bar{3}1]$ mais desenvolvidas em relação às demais da fibra γ . A fração volumétrica da fibra α e γ foi de 0,411 e 0,235, respectivamente.

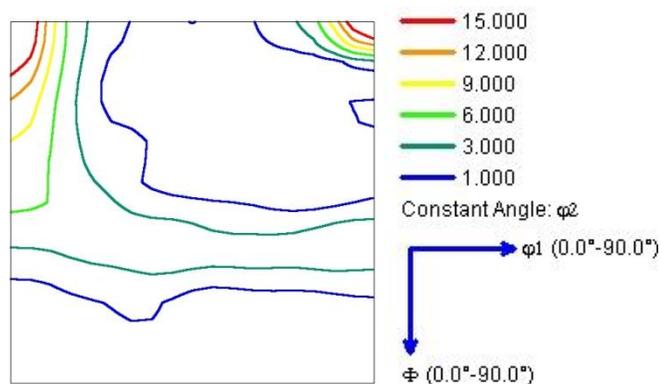


Figura 5.14: ODF para 20% abaixo da superfície para a amostra laminada a frio com 85% de redução, para seção de $\varphi_2=45^\circ$.

Na região central, figura 5.15, observa-se na ODF que a fibra α foi fortemente desenvolvida com máxima intensidade na $(001)[1\bar{1}0]$ e com o aumento do ângulo Φ ocorre uma redução na intensidade das componentes. As componentes da fibra γ apresentaram baixa intensidade, sendo as componentes mais desenvolvidas próximas a

componente $(111)[01\bar{1}]$. A fração volumétrica da fibra α e γ foi de 0,439 e 0,235, respectivamente.

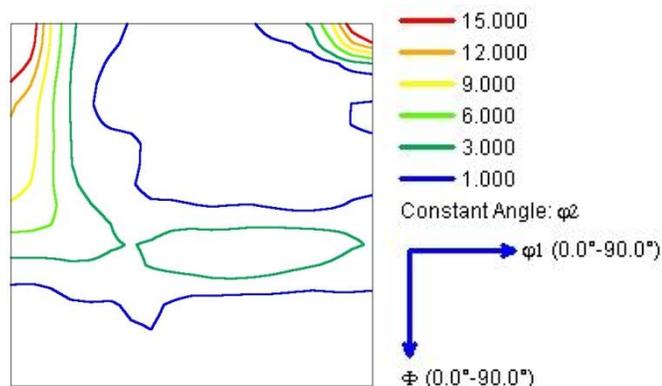


Figura 5.15: ODF para o meio da espessura da amostra laminada a frio com 85% de redução, para seção de $\varphi_2=45^\circ$.

A variação da intensidade ao longo da fibra α e da fibra γ pode ser observada na figura 5.16 e na figura 5.17, respectivamente, para as três regiões analisadas. Observa-se que na região central quase todas as componentes da fibra α foram mais intensas em relação às demais regiões. Outro fato importante é que a componente $(001)[1\bar{1}0]$ foi a mais intensa nas três regiões analisadas. No diagrama da fibra γ , as componentes localizadas em torno de $\varphi_1=55^\circ$ apresentaram intensidades maiores que as demais componentes nas três regiões analisadas. Um segundo pico de intensidade, bem inferior, foi observado na componente em torno de $\varphi_1=80^\circ$.

Diante destes resultados, observa-se que nesta condição da amostra (encruada) a fibra α foi predominante em todas as posições medidas com intensidade máxima na componente $(001)[1\bar{1}0]$, enquanto a fibra γ foi fracamente desenvolvida.

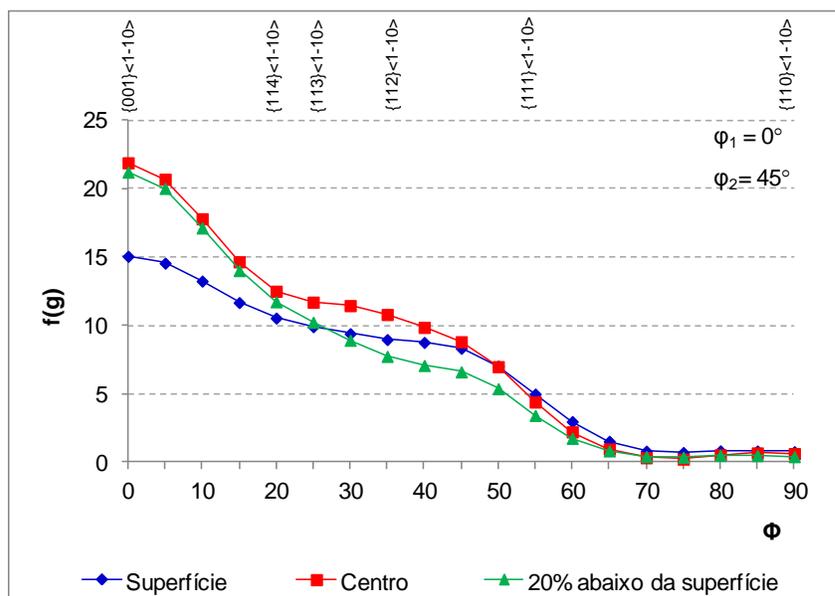


Figura 5.16: Intensidade das componentes da fibra α em relação a posição ao longo da espessura.

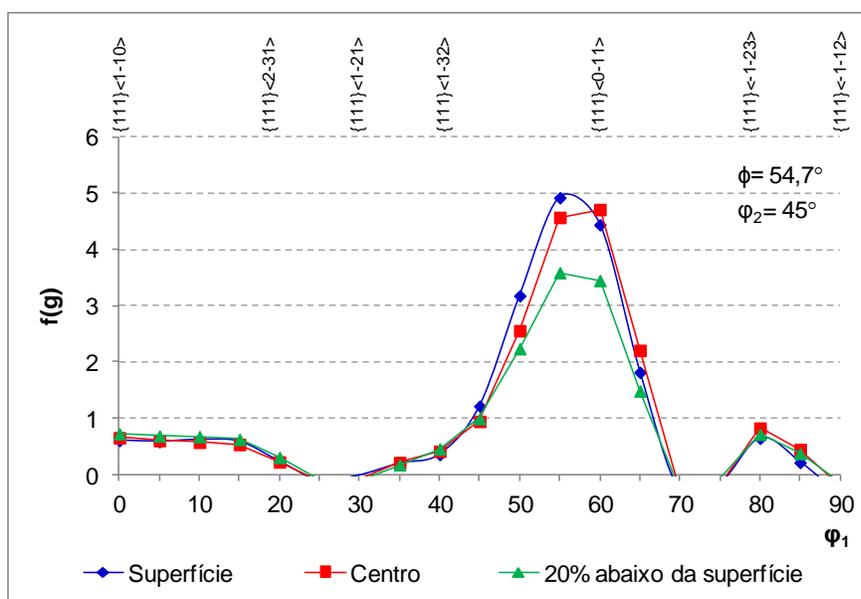


Figura 5.17: Intensidade das componentes da fibra γ em relação a posição ao longo da espessura.

- Microtextura

A técnica de EBSD de alta resolução foi utilizada com objetivo de observar a microtextura da amostra laminada a frio, com 85% de redução na espessura. Optou-se por analisar apenas a região.

A figura 5.18 apresenta o mapa de orientação, mapa com as fibras e o mapa de contornos para a região central. Nota-se nesta matriz uma microestrutura bandeada com grãos deformados, achatados e alongados na direção de laminação. Observa-se que alguns grãos apresentam uma estrutura bastante fragmentada, enquanto outros grãos apresentam baixa fragmentação. A heterogeneidade na deformação no interior do grão pode ser observada pela variação da coloração dentro do grão, indicando diferentes rotações dentro do mesmo grão, já que cada cor corresponde uma orientação.

A partir do mapa de orientação e do mapa de contornos, 5.18a e 5.18d, respectivamente, observa-se uma distribuição heterogênea de contornos de baixo ângulo dentro do mesmo grão e de um grão para outro. Os grãos com orientações pertencentes à fibra γ apresentaram uma densidade maior de contornos de baixo e alto ângulo, do que grãos com orientações pertencentes à fibra α e a fibra Teta. Nota-se a partir da figura 5.18b e 5.18c que a fibra α foi predominante em relação à fibra γ e a fibra Teta.

A figura 5.19 apresenta a diferença de orientação no interior de dois grãos, um com orientação pertencente à fibra α e outro com orientação pertencente à fibra γ . O primeiro grão possui orientação $(112)[1\bar{1}0]$. Traçou-se a linha teste (cor amarela) ao longo de DN e ao longo de DL, figura 5.19a. Observa-se ao longo de DL que a diferença de orientação ponto-a-ponto não excede 6° e a diferença acumulada com relação à origem da linha teste é de aproximadamente $6,5^\circ$ para acomodar a deformação plástica. Já ao longo do eixo y , DN, a diferença de orientação ponto-a-ponto não excede 8° e a diferença acumula com relação à origem da linha teste é de aproximadamente $21,5^\circ$. A partir dos dois perfis, pode-se inferir que a energia armazenada neste grão é baixa, uma vez que ocorreu a predominância de baixa diferença de orientação.

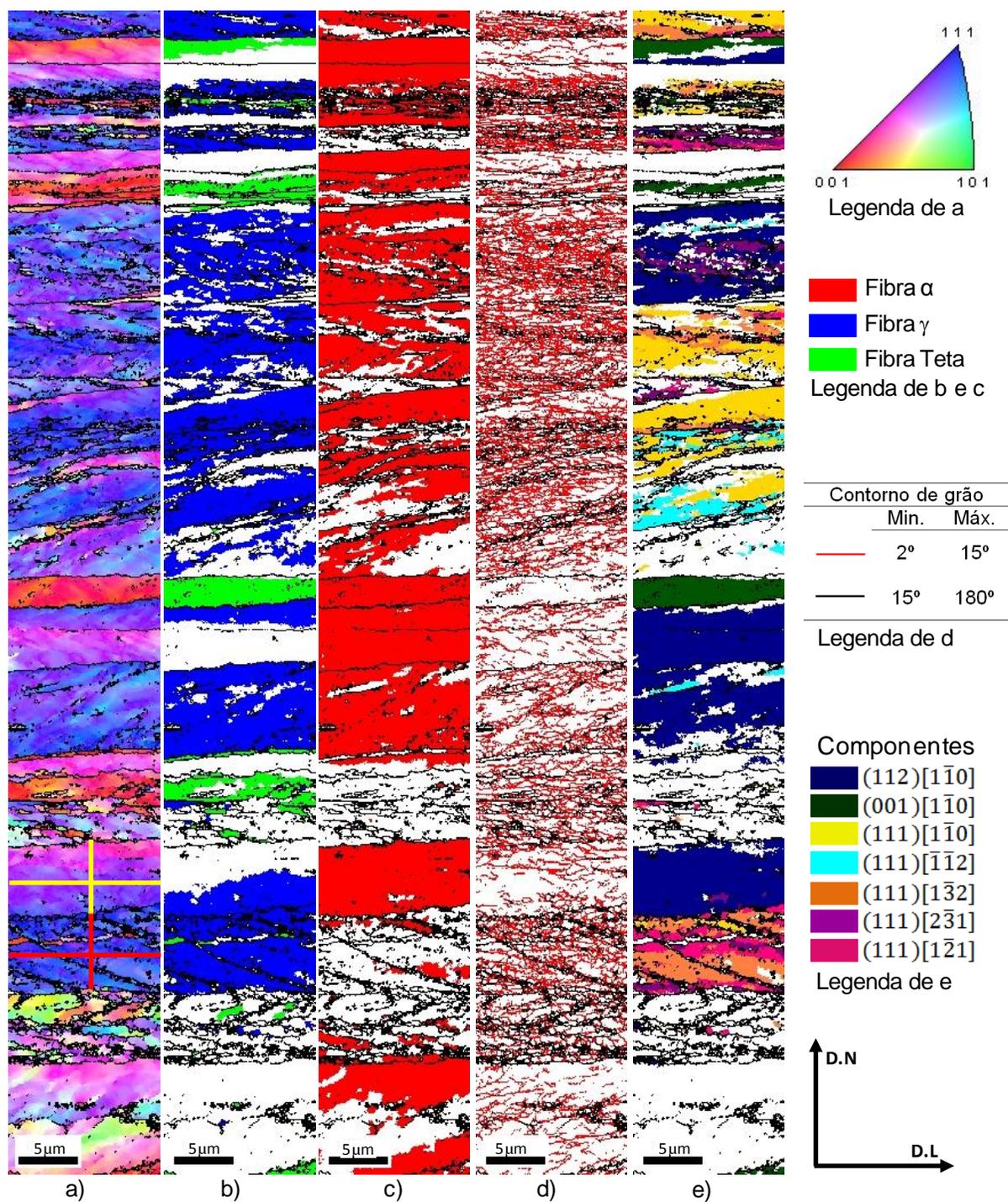


Figura 5.18: Mapeamento da região central: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°.

No grão com orientação $(111)[\bar{1}\bar{3}2]$, linha teste de cor vermelha, nota-se que diferença de orientação medida ponto-a-ponto ao longo de DL excede 50° e os picos ocorrem diversas vezes, indicando que o grão está bem fragmentado. A diferença de orientação acumulada (ponto-a-origem) também excede 50° . Nota-se que a diferença de orientação ao longo de DN excede 50° nas duas formas medidas. Com base nestes dados, observa-se que o grão com orientação $(111)[\bar{1}\bar{3}2]$ apresentou valores de diferença de orientação ponto-a-ponto superiores que o grão com orientação $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$ em ambos os eixos. Este fato indica que o grão $(111)[\bar{1}\bar{3}2]$ foi mais fragmentado, com maior formação de grãos e por consequência armazenou mais energia durante a deformação.

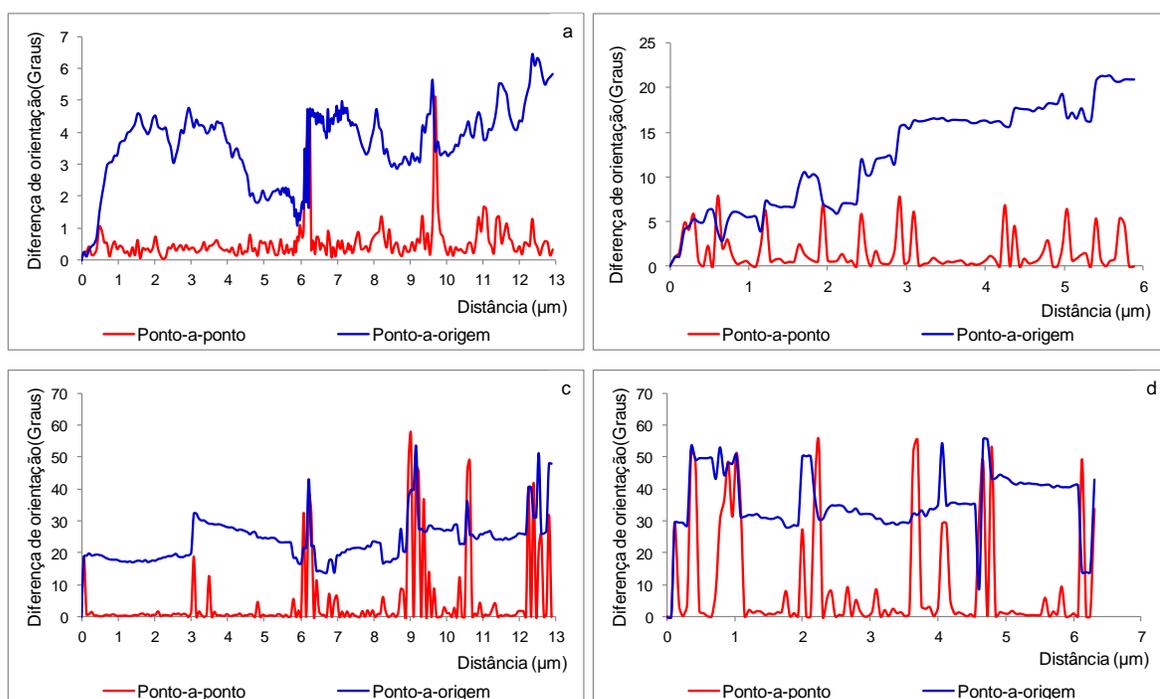


Figura 5.19: Perfil de diferença de orientação no grão com orientação $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$ e no grão com orientação $(111)[\bar{1}\bar{3}2]$: a) perfil ao longo de DL no grão $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$; b) perfil ao longo de DN no grão $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$; c) perfil ao longo de DL no grão $(111)[\bar{1}\bar{3}2]$; d) perfil ao longo de DN no grão $(111)[\bar{1}\bar{3}2]$.

A figura 5.20 mostra a ODF para a seção de $\varphi_2=45^\circ$, com o percentual de indexação, da região central da amostra encruada. Nota-se alta intensidade nas componentes da fibra α em torno de $\phi=45$. Nota-se ainda próximo à fibra α ideal, alta intensidade na

componente com orientação $(223)[18\bar{2}12]$ deslocada em $5,5^\circ$ em relação ao ϕ_1 . Já a fibra γ foi fracamente desenvolvida na região central. Dentre as componentes da fibra γ , a componente $(111)[1\bar{1}0]$ foi mais desenvolvida, componente de interseção com a fibra α .

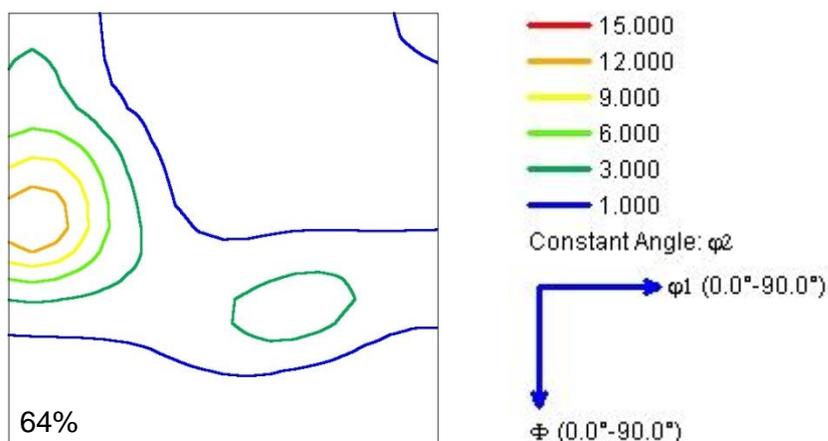
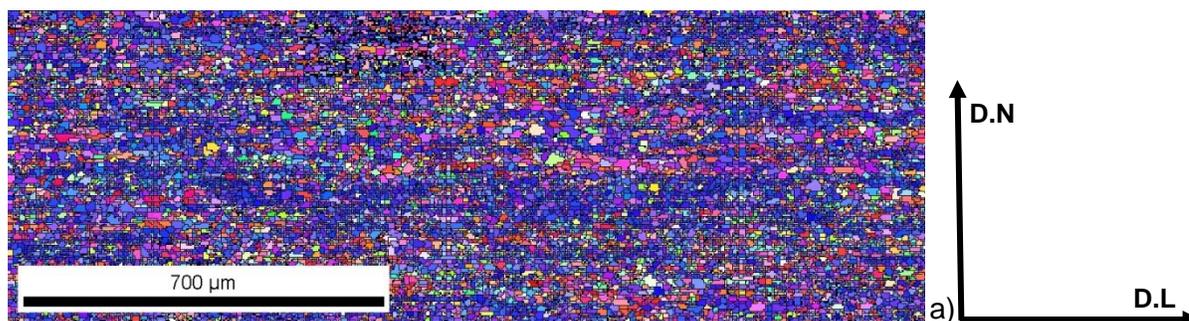


Figura 5.20: ODF da região central da amostra com 85% de redução a frio. Seção de $\phi_2=45^\circ$.

❖ Microtextura da amostra recozida com taxa de $0,10^\circ\text{C/s}$

A orientação dos grãos nas amostras recozidas com taxa de aquecimento de $0,10^\circ\text{C/s}$ pode ser observada na figura 5.21. Observa-se que a orientação é heterogênea ao longo da espessura com predominância dos grãos com orientação $\langle 111 \rangle // \text{DN}$, fibra γ ou próximo de gama. Ressalta-se também que nas amostras retiradas em 880°C e com tempo de encharque de 24s, apresentam alguns grãos com orientação de gama ou próximo de gama com crescimento anormal em relação aos outros grãos.



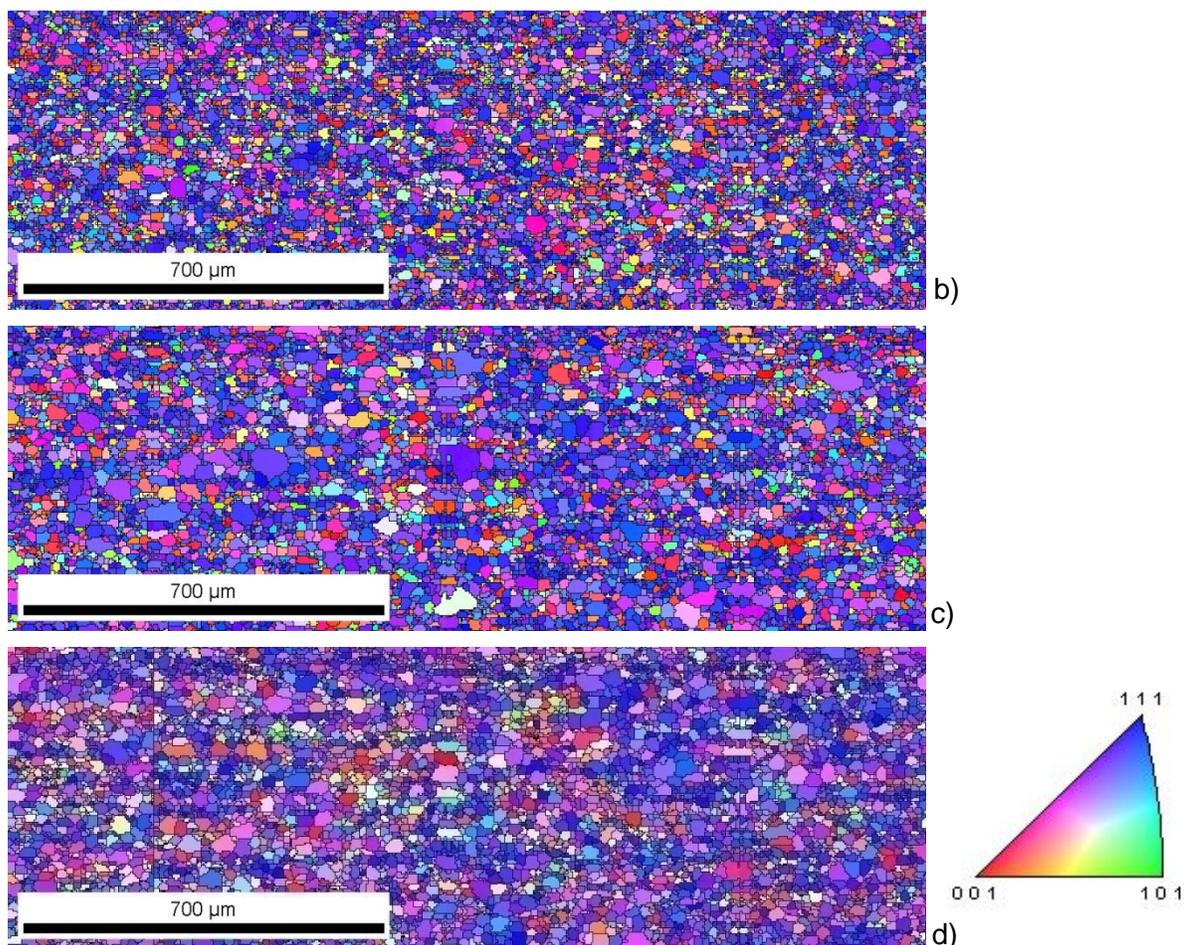


Figura 5.21: Mapa de orientação para o recozimento com taxa de aquecimento $0,10^{\circ}\text{C/s}$:
 a) amostra retirada em 780°C ; b) amostra retirada em 830°C ; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com encharque de 24s.

A figura 5.22 apresenta a relação das fibras com o aumento da temperatura de interrupção. Nota-se que neste recozimento, o aumento da temperatura de interrupção, aumenta a fração volumétrica da fibra γ até a temperatura de 880°C , alcançando uma fração volumétrica de 0,51. Para a fibra α , observa-se que com o aumento da temperatura de interrupção houve um leve aumento da fração para temperatura de 880°C e em seguida uma redução. Já a fração da Fibra Teta apresentou uma leve redução com o aumento da temperatura.

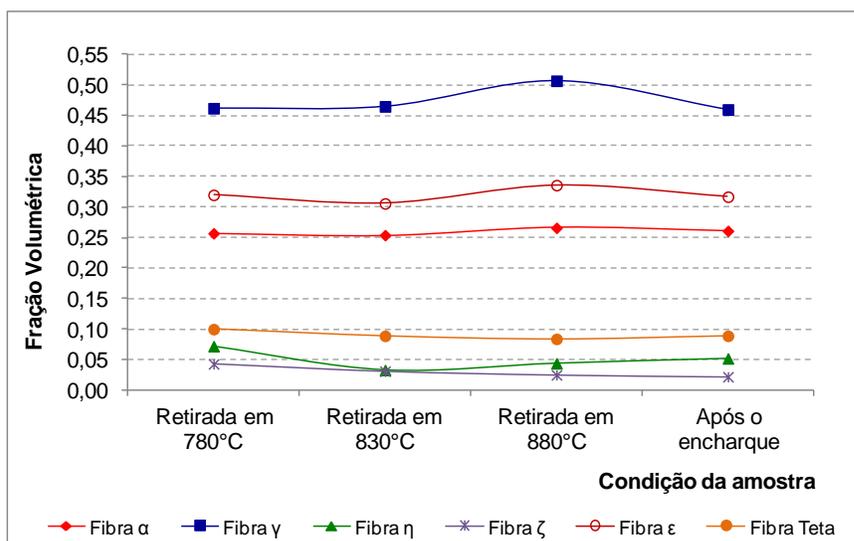
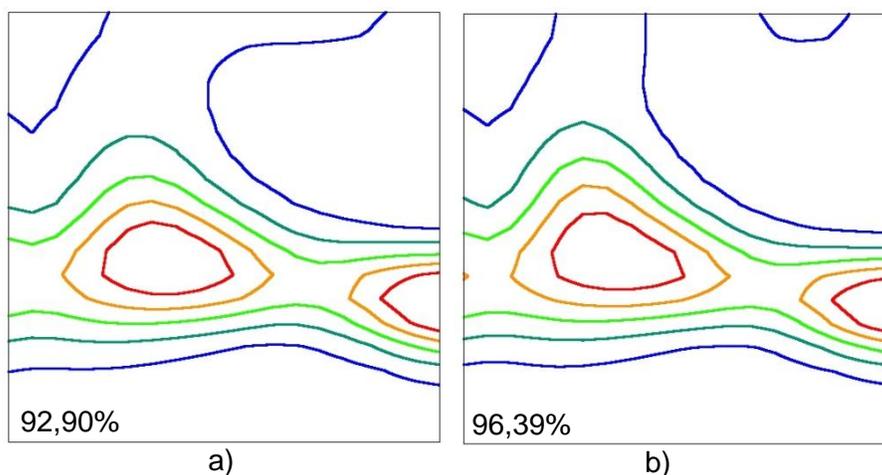


Figura 5.22: Relação entre a temperatura de interrupção do recozimento e a fração volumétrica das fibras para a taxa de aquecimento de $0,10^{\circ}\text{C/s}$.

As mudanças que ocorreram na textura também podem ser observadas nas ODFs para a espessura completa das respectivas amostras, figura 5.23; a fração de pontos indexados está indicada na ODF. Observa-se que em todas as ODFs a fibra γ foi fortemente desenvolvida com alta intensidade na componente $(111)[1\bar{1}2]$ e variável ao longo do ângulo φ_1 , e a fibra α foi fracamente desenvolvida. Nota-se nas ODFs apresentadas uma alta intensidade na orientação $(554)[\bar{2}\bar{2}5]$ e $(11\ 11\ 9)[\bar{9}\bar{9}22]$, deslocadas aproximadamente $5,5^{\circ}$ da orientação de gama $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$. As figuras 5.24 e 5.25 apresentam as variações que ocorreram ao longo das fibras α e γ , respectivamente.



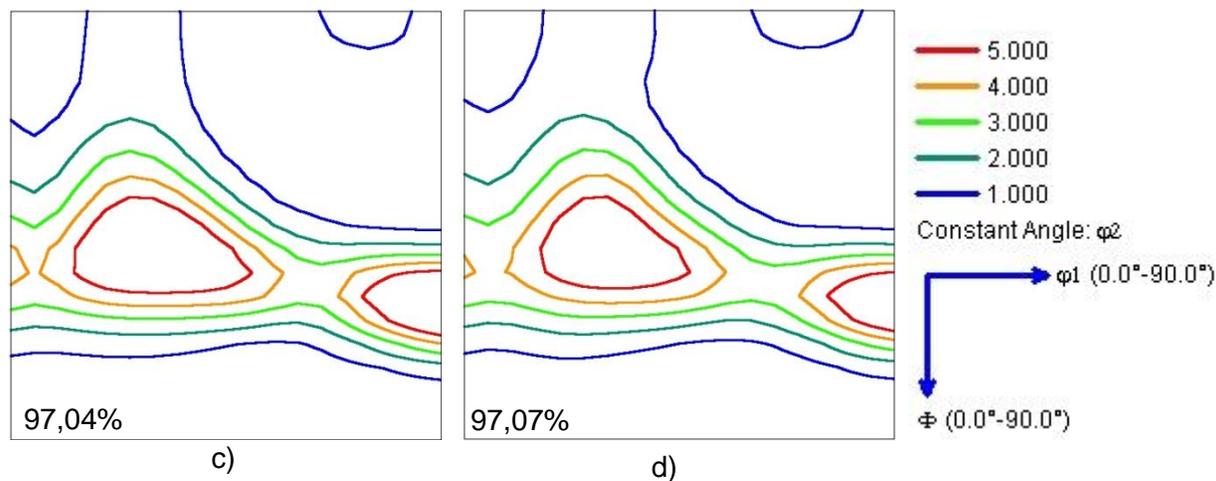


Figura 5.23: ODF para o recozimento com taxa de aquecimento de 0,10°C/s. a) amostra retirada em 780°C; b) amostra retirada em 830°C; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com tempo de encharque de 24s. Seção de $\varphi_2=45^\circ$

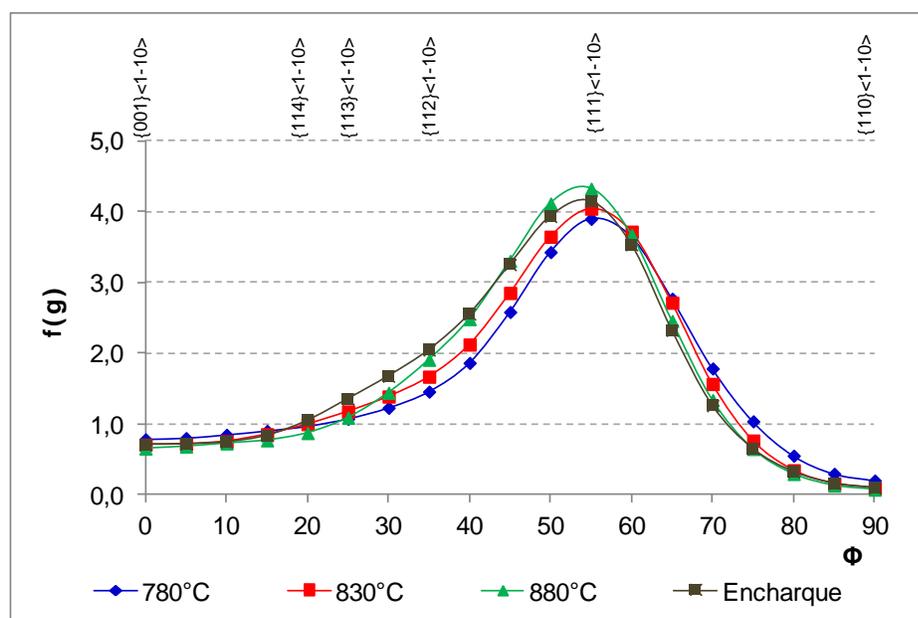


Figura 5.24: Diagrama da fibra α para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de 0,10°C/s e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C.

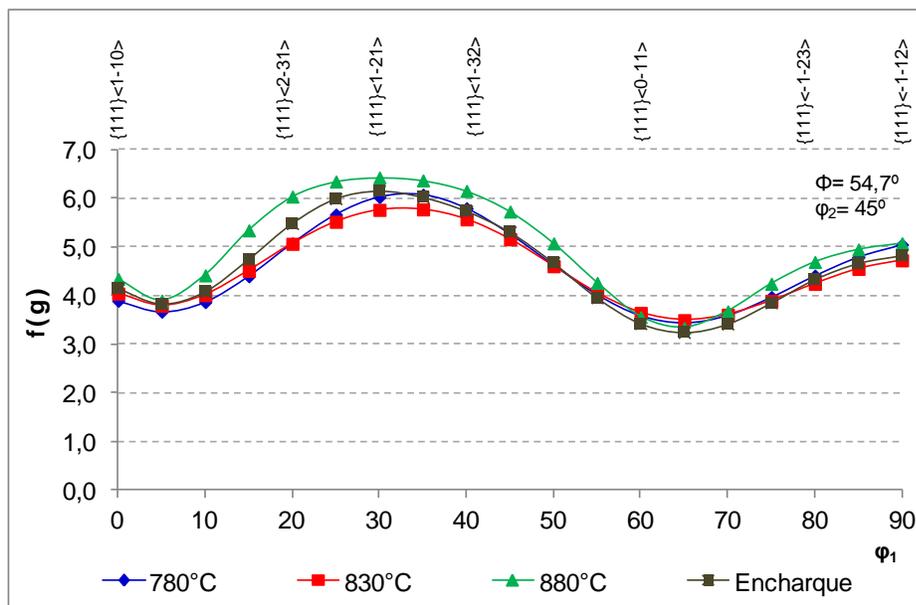
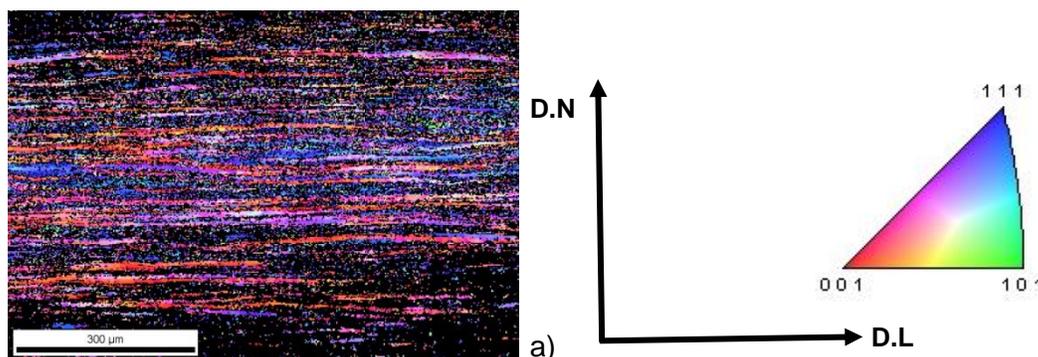


Figura 5.25: Diagrama da fibra ψ para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de $0,10^{\circ}\text{C/s}$ e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C .

❖ Microtextura da amostra recozida com taxa de $6,8^{\circ}\text{C/s}$

As mudanças que ocorreram na orientação dos grãos no recozimento com taxa de $6,8^{\circ}\text{C/s}$ podem ser observadas no mapa de orientação das amostras retiradas nas temperaturas de 780, 830, 880°C e com tempo de encharque de 24s, figura 5.26.



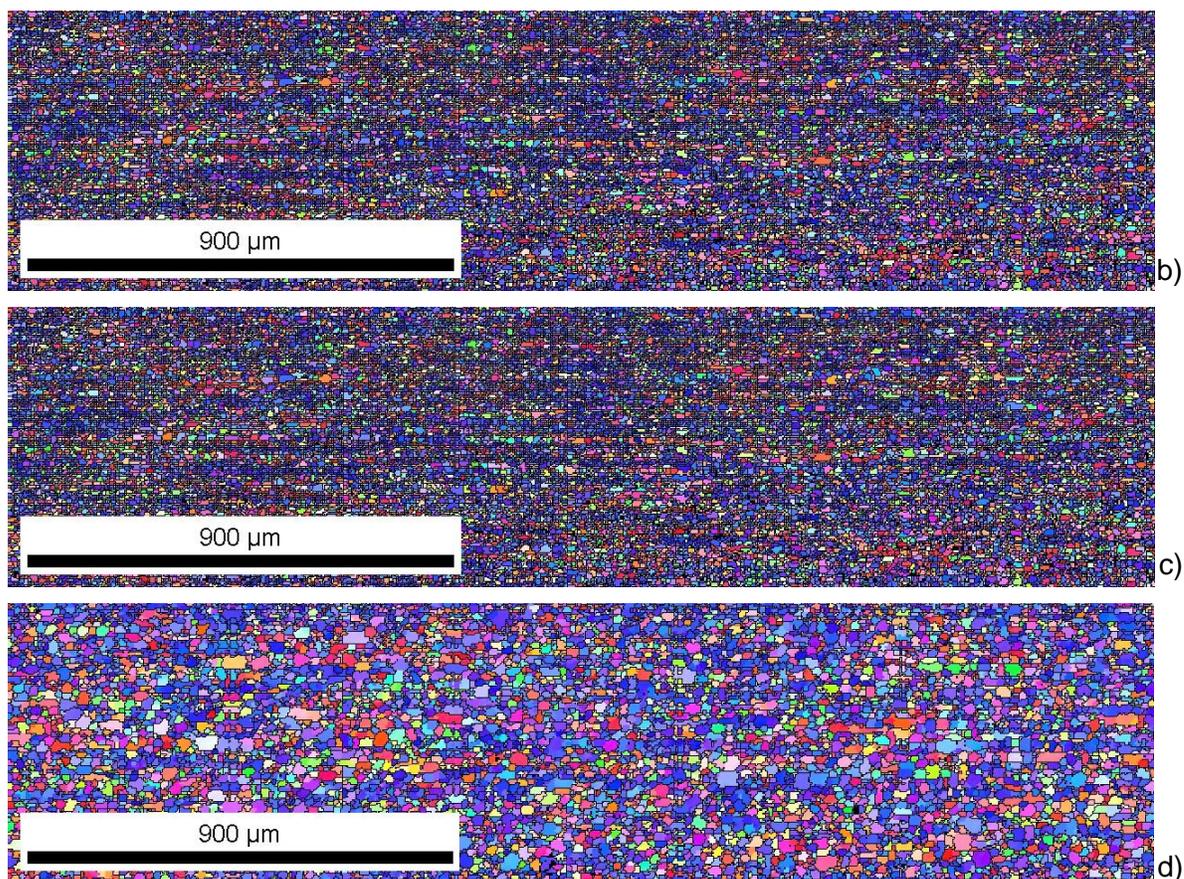


Figura 5.26: Mapa de orientação para o recozimento com taxa de aquecimento $6,8^{\circ}\text{C/s}$. a) amostra retirada em 780°C ; b) amostra retirada em 830°C ; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com encharque de 24s.

Observa-se nestes mapas de orientação, que a orientação dos grãos é bem heterogênea ao longo da espessura das amostras, com predominância da fibra γ a partir da temperatura de interrupção de 830°C . Para a amostra retirada em 780°C , ressalta-se que há uma alta fração de regiões com alto grau de deformação, sendo assim, uma alta fração de regiões não indexadas de coloração negra no mapa de orientação.

A figura 5.27 apresenta a relação do aumento da temperatura de interrupção com a fração volumétrica das fibras. Neste diagrama, observa-se que a fração volumétrica da fibra α diminui com o aumento da temperatura até 880°C e permanece praticamente constante com o encharque. A fração da fibra γ aumenta com a temperatura até 880°C e também não apresenta um aumento significativo com o encharque. A fibra Teta também apresenta

redução na fração volumétrica até a temperatura de 830° em seguida permanece com valor constante e a fibra ϵ permanece constante com o aumento da temperatura.

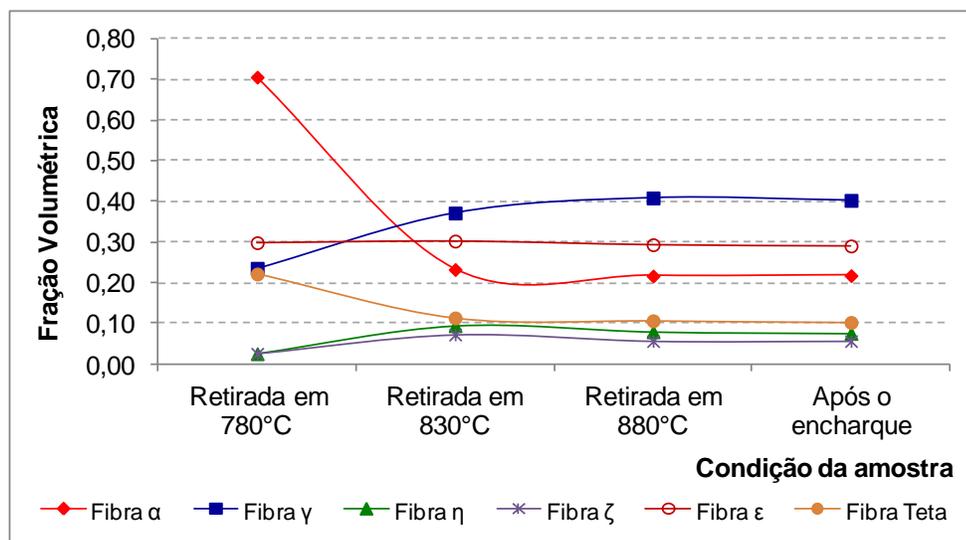


Figura 5.27: Relação entre a temperatura de interrupção do recozimento e a fração volumétrica das fibras para a taxa de aquecimento de 6,8°C/s.

Essas mudanças na textura para as fibras α e γ também podem ser observadas pelas ODFs das respectivas amostras. A figura 5.28 apresenta as ODFs com seção de $\varphi_2=45^\circ$ para o recozimento com taxa de aquecimento de 6,8°C/s para toda a espessura da amostra, a fração de pontos indexados está indicada na ODF. A amostra retirada em 780°C apresenta a fibra α fortemente desenvolvida e as demais amostras apresentam a fibra γ fortemente desenvolvida com alta intensidade na componente $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$. Nota-se nas ODFs apresentadas que houve uma alta intensidade na orientação $(554)[\bar{2}\bar{2}5]$ e $(11\ 11\ 9)[\bar{9}\ \bar{9}\ 22]$, deslocadas aproximadamente 5,5° da orientação de gama $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$, exceto para a amostra retirada em 780°C com alta intensidade na componente na fibra α , mostrando que nesta condição o material sofreu pouca modificação com o tratamento térmico.

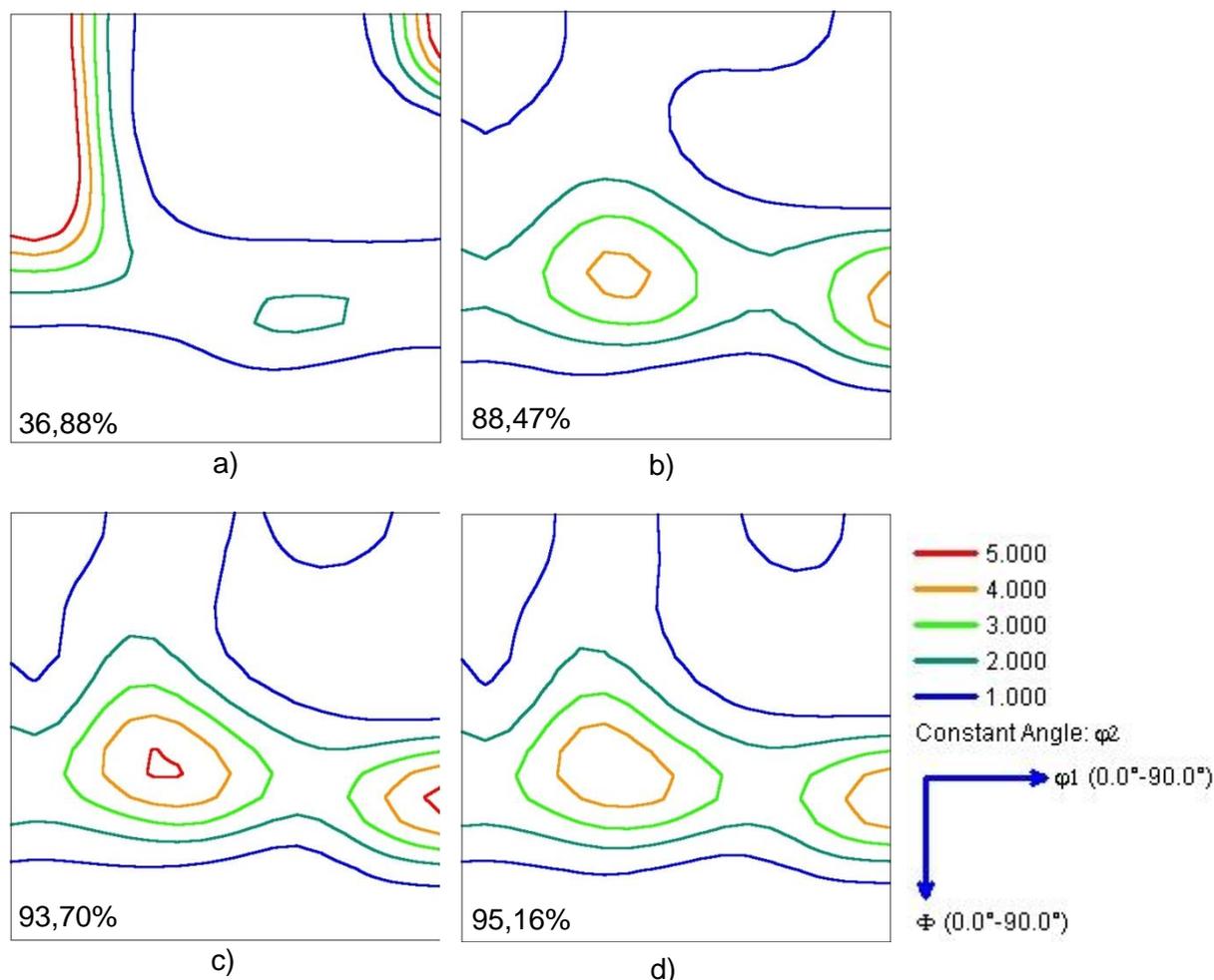


Figura 5.28: ODF para o recozimento com taxa de aquecimento de $6,8^{\circ}\text{C/s}$: a) amostra retirada em 780°C ; b) amostra retirada em 830°C ; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com tempo de encharque de 24s. Seção de $\varphi_2=45^{\circ}$.

A figura 5.29 apresenta o diagrama da fibra α evidenciando as mudanças que ocorreram nas componentes com o aumento da temperatura. Observa-se neste diagrama que as componentes com orientação $\{001\}\langle 1\bar{1}0\rangle$, $\{114\}\langle 1\bar{1}0\rangle$, $\{113\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ e $\{112\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ passam por uma alta redução na intensidade com o aumento da temperatura e a componente $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ permanece constante com o aumento da temperatura. Para a componente $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ há uma pequena redução e em seguida um leve aumento na intensidade com o aumento da temperatura, vale destacar que essa componente encontra-se no ponto de interseção entre a fibra α e fibra γ .

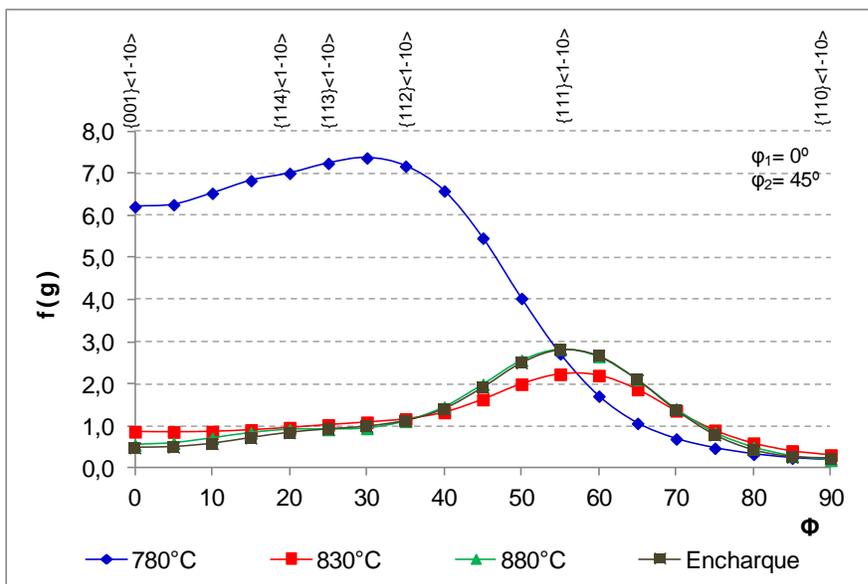


Figura 5.29: Diagrama da fibra α para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de 6,8°C/s e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C.

A partir do diagrama da fibra γ , figura 5.30, observa-se que houve um aumento na intensidade para quase todas as componentes, exceto para componente com orientação $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$. O maior aumento na intensidade ocorreu com o aumento da temperatura de 780°C para 830°C. Já para a temperatura de 880°C e tempo de encharque o aumento não foi muito alto para algumas componentes e este permaneceu constante para algumas orientações, conforme mostrado no diagrama da fibra. A intensidade máxima na fibra foi na componente com orientação $\{111\}\langle 1\bar{1}1\rangle$ para o ciclo de recozimento completo e para a temperatura de interrupção de 880°C.

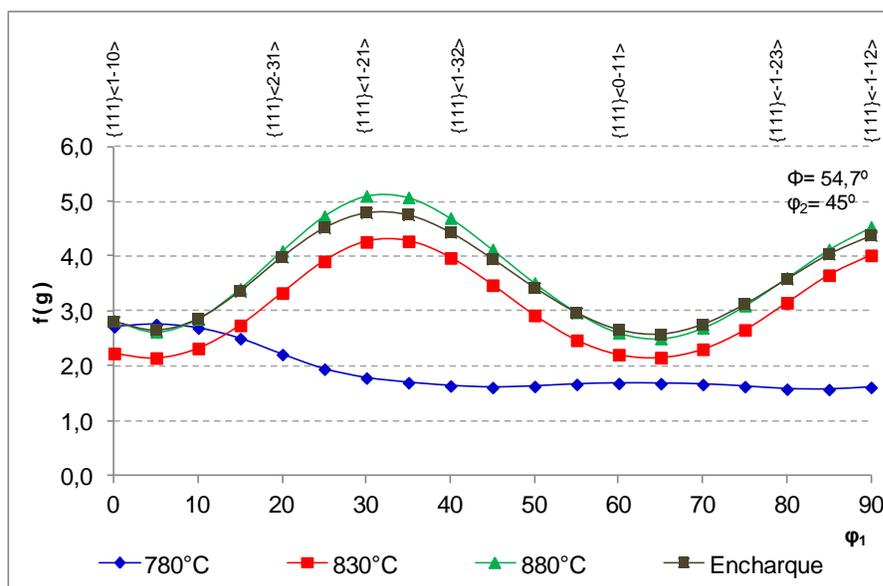


Figura 5.30: Diagrama da fibra γ para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de 6,8°C/s e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C.

Na amostra retirada em 780°C realizou-se análise de EBSD de alta resolução com objetivo de observar as mudanças que ocorreram e que não puderam ser observadas no EBSD convencional. Analisou-se três regiões ao longo da espessura, sendo próxima a superfície, 20% abaixo da superfície e na região central da espessura. A figura 5.31 apresenta o mapa de orientação, mapa de contornos de grão, mapa com as fibras γ , α e Teta e o mapa com algumas orientações de α e γ da região da superfície.

A partir do mapa de orientação e do mapa com orientações de γ e α , figura 5.31a e 5.31e, observa-se que os grãos recristalizados com orientações pertencentes à fibra γ ou próximos de γ nuclearam dentro de alguns grãos e com maior frequência nos contornos de alto ângulo. Nota-se na região destacada, indicada na figura 5.31e, que aparentemente uma frente de grãos com orientações pertencentes à fibra γ migrou consumindo a matriz deformada com orientação $(112)[1\bar{1}0]$. Ainda neste mapa, observa-se grãos nucleados com orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ e $(111)[1\bar{2}1]$ próximos aos contornos de grãos com orientação $(112)[1\bar{1}0]$ e grãos nucleados com $(111)[1\bar{3}2]$ dentro da matriz deformada com orientação $(111)[1\bar{1}0]$. A região com orientação $(111)[1\bar{1}0]$ e $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ apresenta alta densidade de contornos de baixo ângulo.

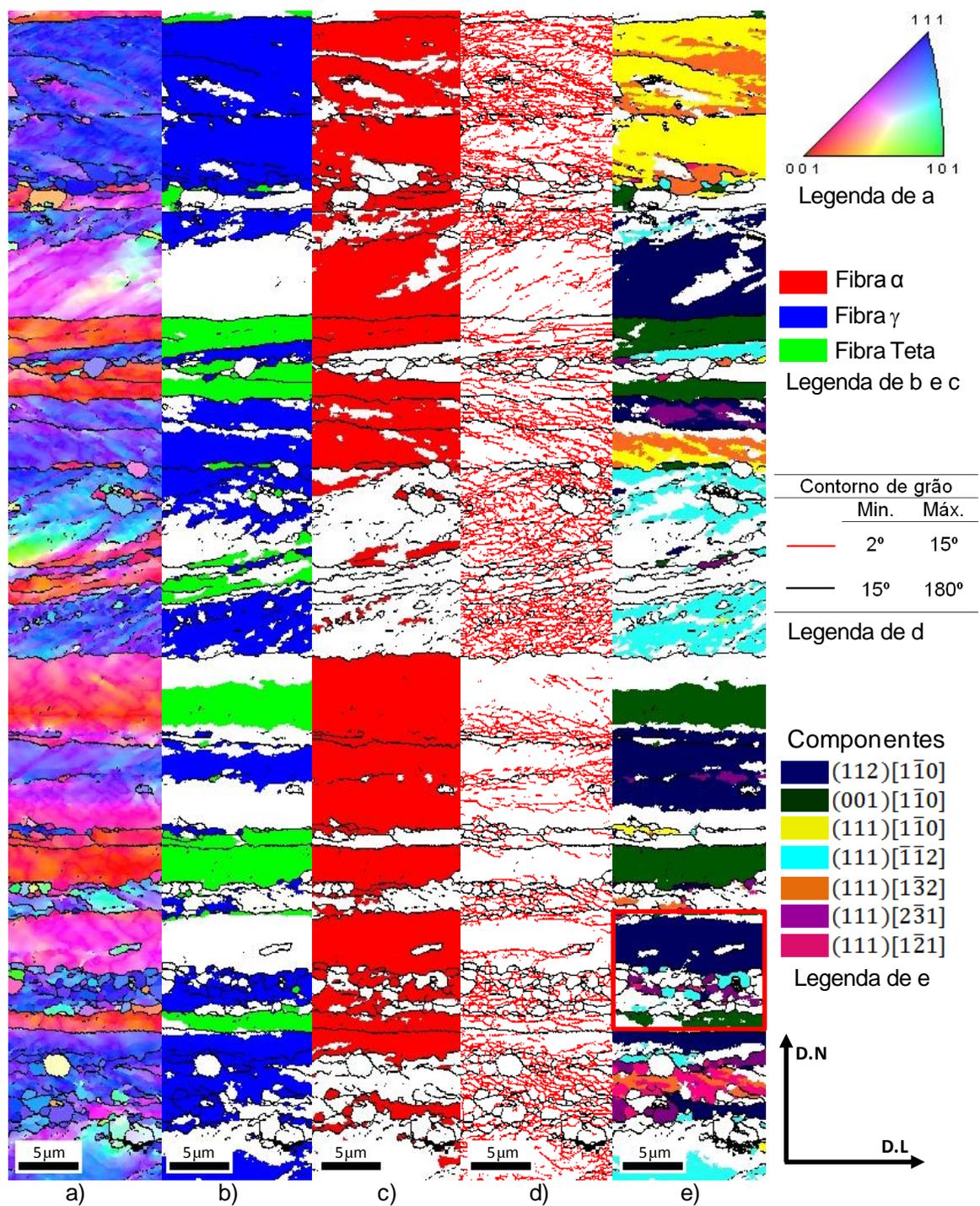


Figura 5.31: Mapeamento próximo à superfície: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°.

A figura 5.32 apresenta duas regiões ampliadas do mapa de orientação da figura 5.31. Na figura 5.32a, observa-se grãos recristalizados (rodeados por contornos de alto ângulo) em uma matriz com orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$, destaca-se ainda nesta matriz à alta densidade de contornos de baixo ângulo, sendo alguns separados por contornos de alto ângulo. Os grãos recristalizados com orientações próximas da componente Goss, com desvio menor que 15° , estão indicados pelas setas de cor vermelha; e o grão com orientação próxima da fibra γ indicado pela seta amarela. Na matriz com orientação $(112)[1\bar{1}0]$, figura 5.32b, observa-se grãos recristalizados próximos aos contornos de alto ângulo e também um com orientação pertencente à fibra γ em uma região com alta densidade de contornos de baixo ângulo (indicado pela seta amarela).

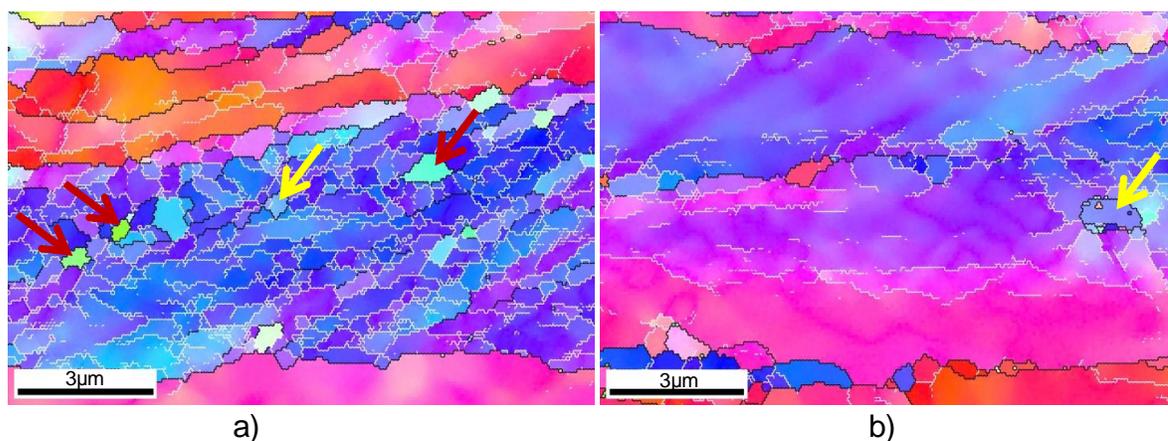


Figura 5.32: Grãos recristalizados no interior da matriz: a) orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$; b) $(112)[1\bar{1}0]$. Contorno $\psi > 15$ em preto e $\psi < 15$ em branco.

A partir destas duas regiões, nota-se como a deformação ocorreu de forma heterogênea nos grãos. O grão da figura 5.32a apresenta maior fragmentação que o grão da figura 5.32b. Esse fato evidencia a influência da orientação do grão no armazenamento da energia de deformação. Situação relatada também na figura 5.19.

A figura 5.33 apresenta a região de 20% abaixo da superfície. A partir do mapa de orientação e do mapa com componentes da fibra γ e da fibra α (figura 5.33a e 5.33e), observa-se grãos recristalizados com orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ e $(111)[1\bar{2}1]$ nucleados nos contornos e dentro da matriz deformada com orientação $(112)[1\bar{1}0]$. Os grãos com orientação $(111)[2\bar{3}1]$ apresentaram alta densidade de contornos de baixo ângulo e

alguns grãos nucleados próximos a um grão deformado com orientação $(112)[1\bar{1}0]$. Há também grãos nucleados com orientação pertencente à fibra Teta, fibra α e com os $\langle 112 \rangle$ // DN com menor frequência em relação aos com orientação da fibra γ .

Na região central, figura 5.34, observa-se a partir do mapa de orientação e do mapa com as componentes das fibras γ e α (figura 5.34a e 5.34e) muitos que grãos nucleados com orientações próximas à da fibra γ . Nota-se também grãos nucleados com orientação $(111)[1\bar{3}2]$ e $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ nos contornos da matriz com orientação $(111)[0\bar{1}1]$.

Também nesta região foi possível observar a nucleação em torno de um precipitado, figura 5.35. O precipitado está localizado na região de coloração negra, região não indexada da figura. Observa-se que em torno do precipitado ocorreu a recristalização de grãos com orientações distintas. A região não recristalizada próxima ao precipitado possui orientações pertencentes à fibra α . A região da matriz indicada pela seta preta possui orientação $(112)[1\bar{1}0]$, pela seta amarela $(001)[1\bar{1}0]$ e pela branca $(111)[0\bar{1}1]$. A orientação dos grãos recristalizados está indicada na figura.

Os pontos comuns observados nas três regiões analisadas, figuras 5.31, 5.33 e 5.34, foram: predominância da fibra α em relação à fibra γ e Teta, grãos recristalizados com maior frequência nos contornos de alto ângulo, grãos deformados pertencentes à fibra γ com alta densidade de contornos de baixo ângulo e com alguns seguimentos de alto ângulo, e uma distribuição heterogênea de contornos de baixo ângulo dentro dos grãos deformados.

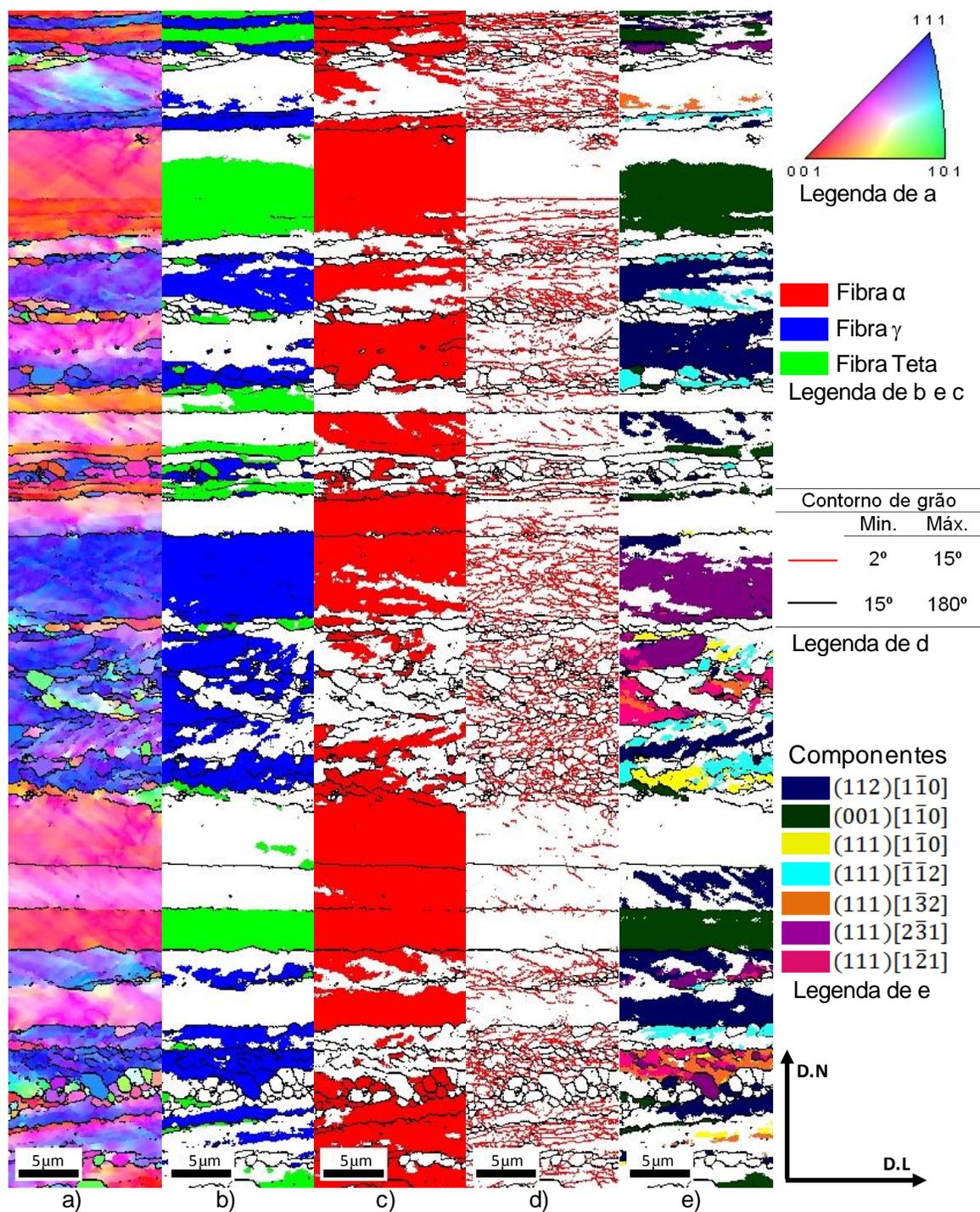


Figura 5.33: Mapeamento em 20% abaixo da superfície: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°.

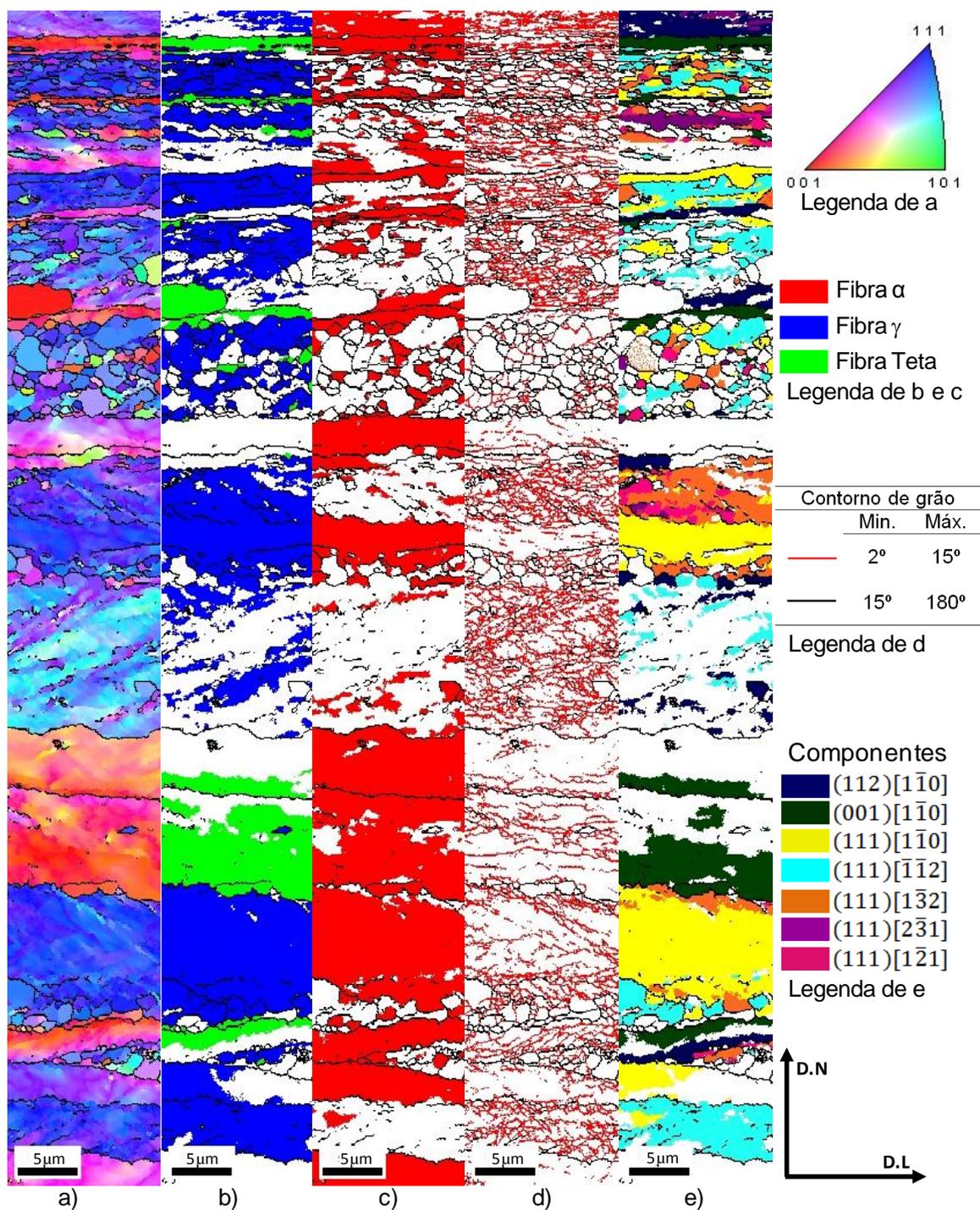


Figura 5.34: Mapeamento no centro da espessura: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°.

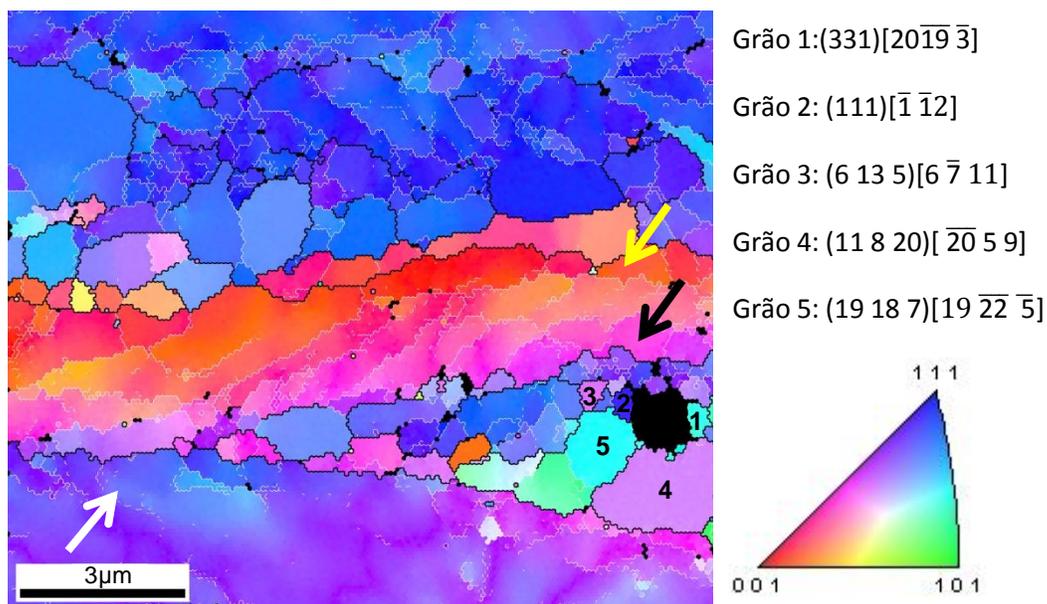
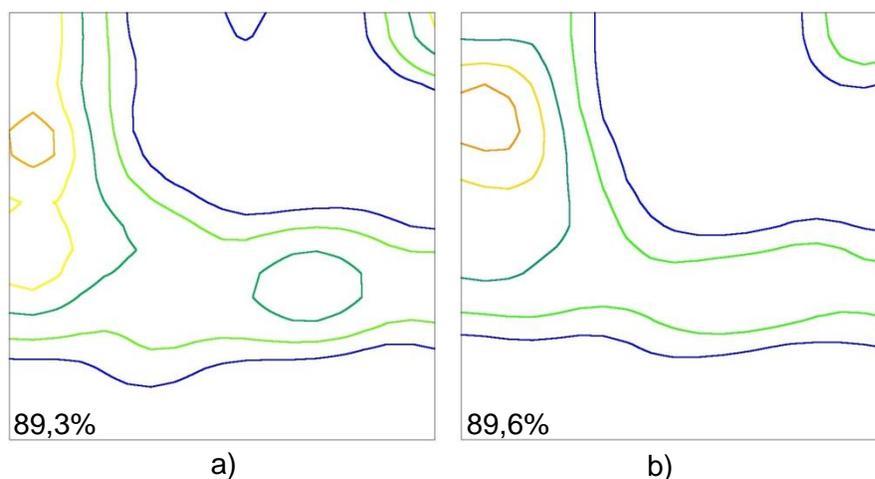


Figura 5.35: Grãos recristalizados em torno do precipitado. Contorno $\psi > 15$ em preto e $\psi < 15$ em branco.

A figura 5.36 apresenta as ODFs com seção de $\phi_2 = 45^\circ$ para as três regiões analisadas, com percentual de pontos indexados. Na superfície e em 20% abaixo da superfície, observa-se que a fibra α apresentou alta intensidade em torno de $\Phi = 25^\circ$ e nas componentes deslocadas aproximadamente 5° em relação a ϕ_1 . Nas três regiões, a intensidade foi variável ao longo da fibra α . A fibra γ também apresentou uma intensidade variável ao longo de ϕ_1 em todas as regiões e a componente $(111)[1\bar{1}0]$ foi a mais desenvolvida. A variação de $f(g)$ ao longo da fibra α e da fibra γ pode ser observada na figura 5.37 e 5.38, respectivamente.



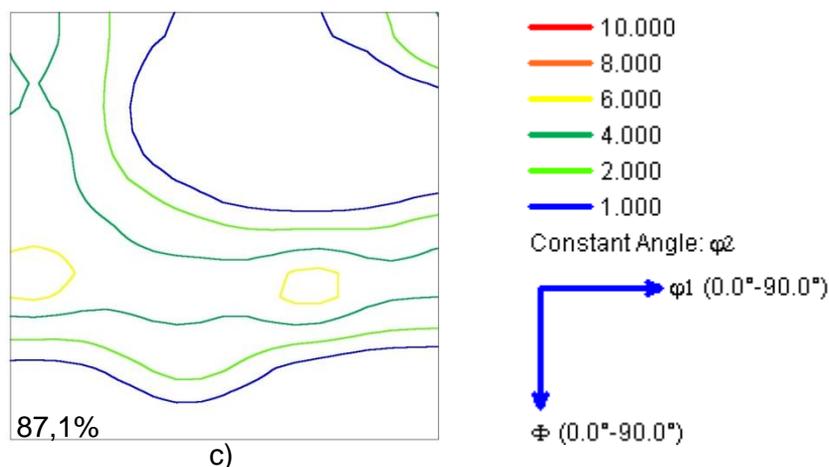


Figura 5.36: ODFs da amostra retirada em 780°C recozida com taxa de 6,8°C/s: a) próximo a superfície; b) 20% abaixo da superfície; c) região central. Seção de $\varphi_2=45^\circ$.

A partir do diagrama da fibra α e da fibra γ , observa-se que das três regiões analisadas à fibra α foi mais intensa em 20% abaixo da superfície e na superfície em torno de $\Phi=25^\circ$, já o pico na região central ocorreu em torno de $\Phi=55^\circ$. As componentes da fibra γ foram mais intensas na região central. Nota-se que nas três regiões os picos da fibra γ ocorreram em torno de $\varphi_1=5^\circ$ e $\varphi_1=65^\circ$ e estão a 60° um do outro.

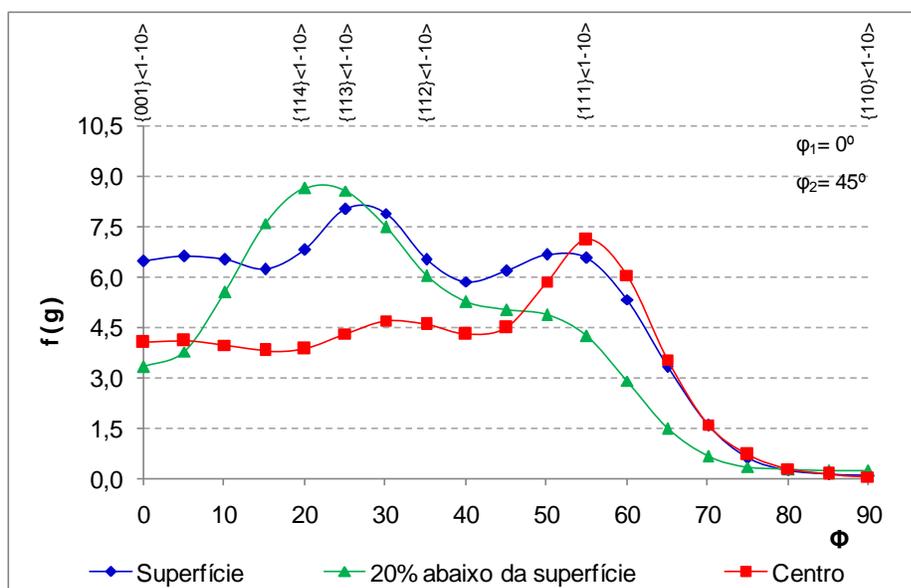


Figura 5.37: Diagrama da fibra α para as três regiões da amostra retirada em 780°C e recozida com taxa de 6,8°C/s.

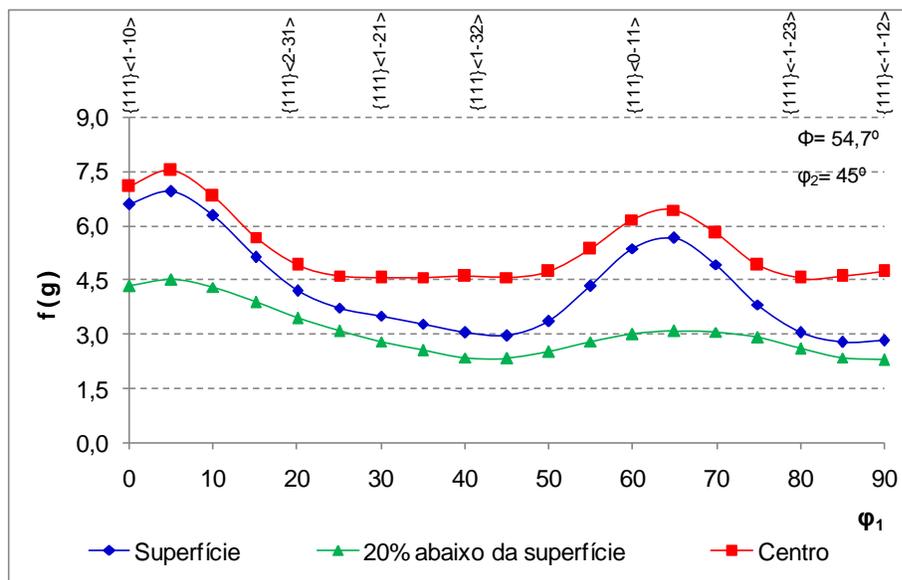
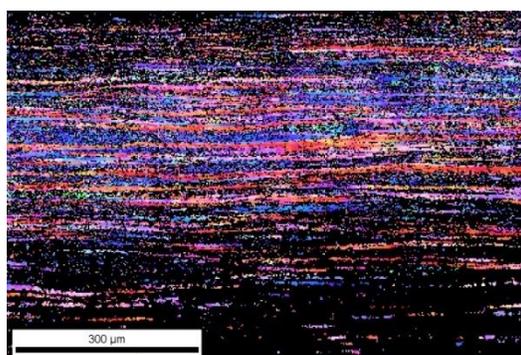


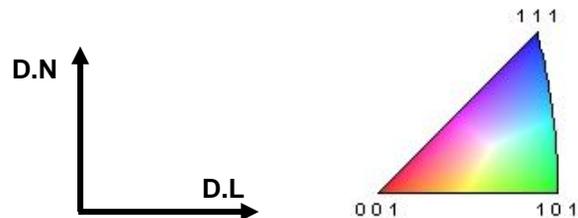
Figura 5.38: Diagrama da fibra ψ para as três regiões da amostra retirada em 780°C e recozida com taxa de 6,8°C/s.

❖ Microtextura da amostra recozida com taxa de 23,5°C/s

Os mapas de orientação das amostras recozidas com taxa de aquecimento de 23,5°C/s estão apresentados na figura 5.39. Observa-se que a amostra retirada em 780°C encontra-se com alto grau de deformação, a amostra retirada em 830°C está parcialmente recristalizada e a partir de 880°C a amostra está completamente recristalizada. Ressalte-se que ao longo da espessura existe uma heterogeneidade na orientação dos grãos, com predominância da fibra ψ a partir da temperatura de 830°C.



a)



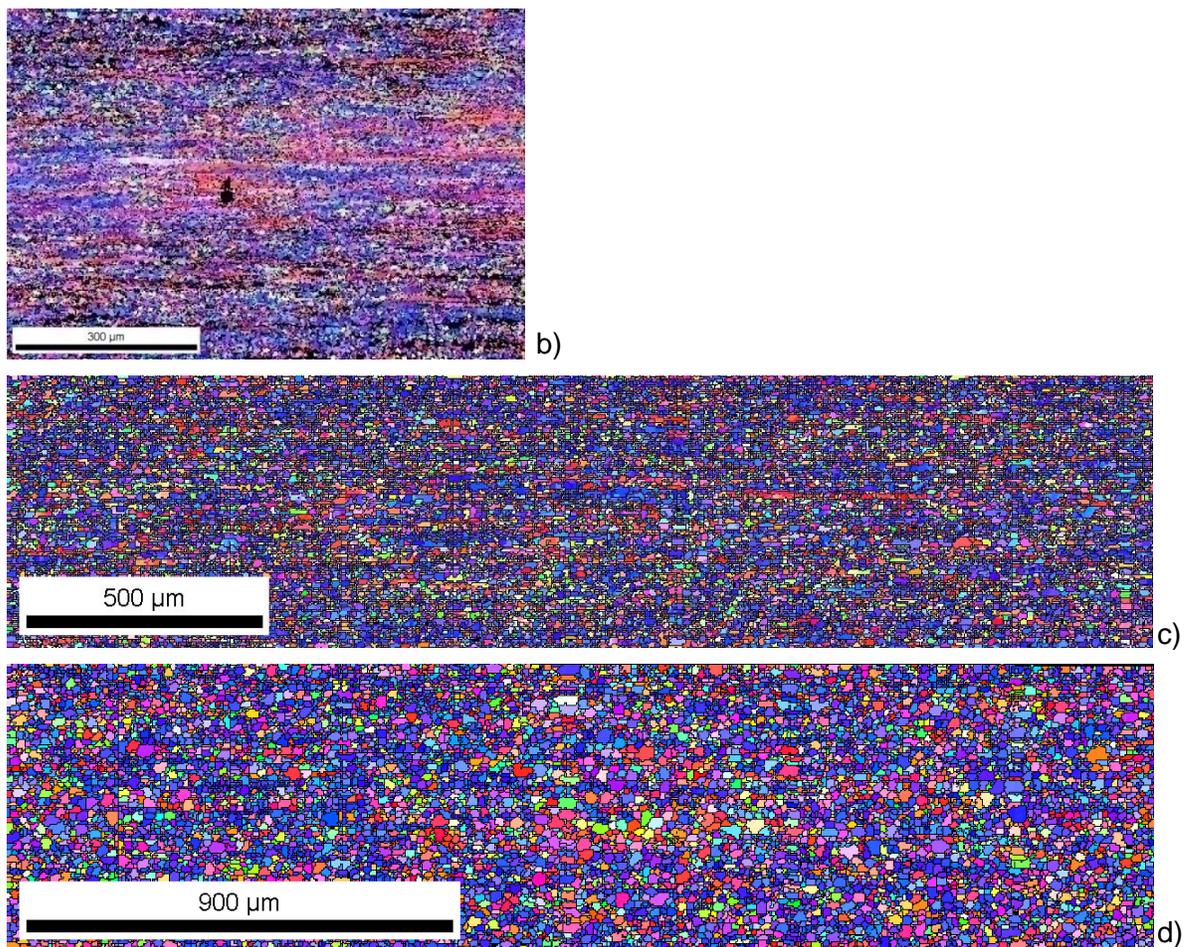


Figura 5.39: Mapa de orientação para o recozimento com taxa de $23,5^{\circ}\text{C/s}$: a) amostra retirada em 780°C ; b) amostra retirada em 830°C ; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com encharque de 24s.

A relação entre as fibras e o aumento da temperatura de interrupção pode ser observada na figura 5.40. Observa-se que com o aumento da temperatura de interrupção a fração volumétrica da fibra α diminui, chegando a aproximadamente 0,22 na amostra com ciclo de recozimento completo. Para a fibra γ , houve um aumento da fração volumétrica com o aumento da temperatura, chegando a uma fração de 0,42 na amostra recozida com ciclo de recozimento completo. A fibra Teta também apresenta redução da fração volumétrica até a temperatura de 880° em seguida permanece com valor constante e a fibra ε permanece constante com o aumento da temperatura.

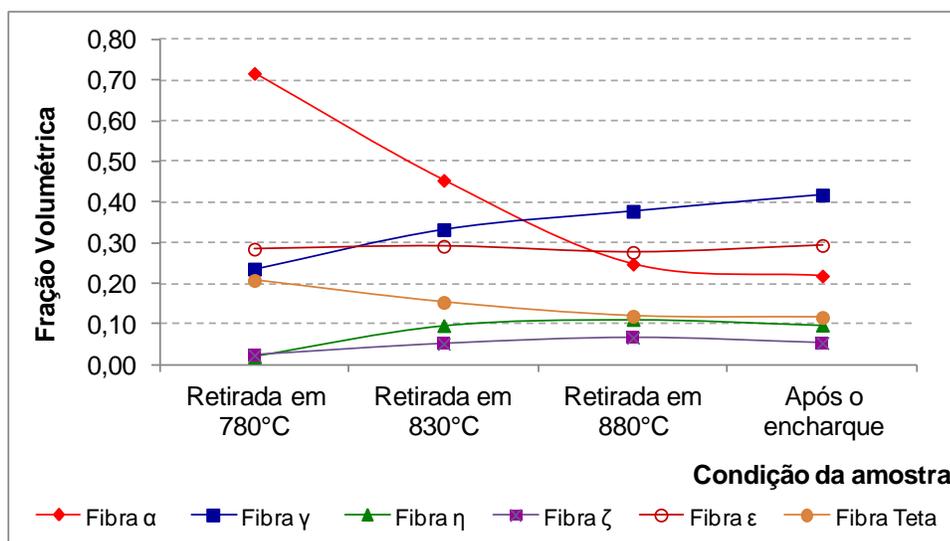
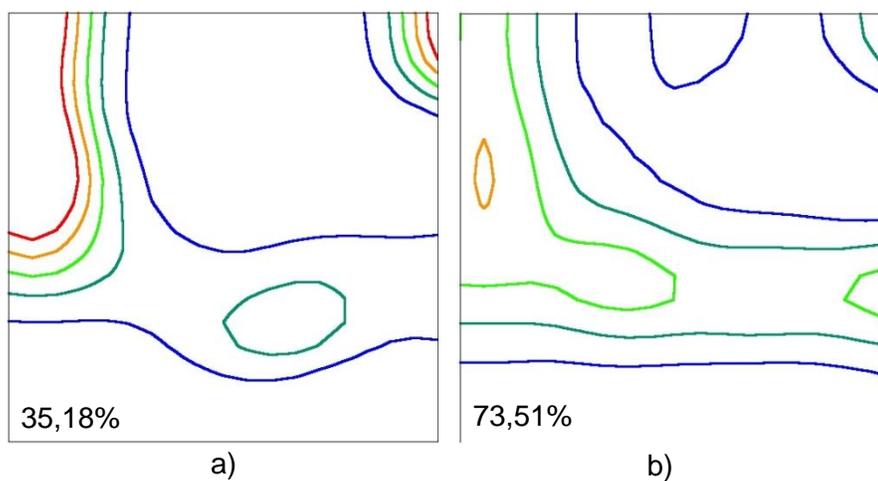


Figura 5.40: Relação entre a temperatura de interrupção do recozimento e a fração volumétrica das fibras para a taxa de aquecimento de 23,5/s.

As mudanças na textura para as fibras α e γ também podem ser observadas pelas ODFs apresentadas na figura 5.41 para seção de $\varphi_2=45^\circ$, a fração de pontos indexados está indicada na ODF. As amostras retiradas em 780°C e 830°C apresentam a fibra α mais intensa que a fibra γ . E as amostras retiradas em 880°C e com encharque apresentam a fibra γ fortemente desenvolvida com alta intensidade na componente $(111)[1\bar{2}1]$, observa-se também alta intensidade na orientação $(554)[\bar{2}\bar{2}5]$ e $(11\ 11\ 9)[\bar{9}\bar{9}22]$, deslocadas aproximadamente $5,5^\circ$ da orientação de gama $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$.



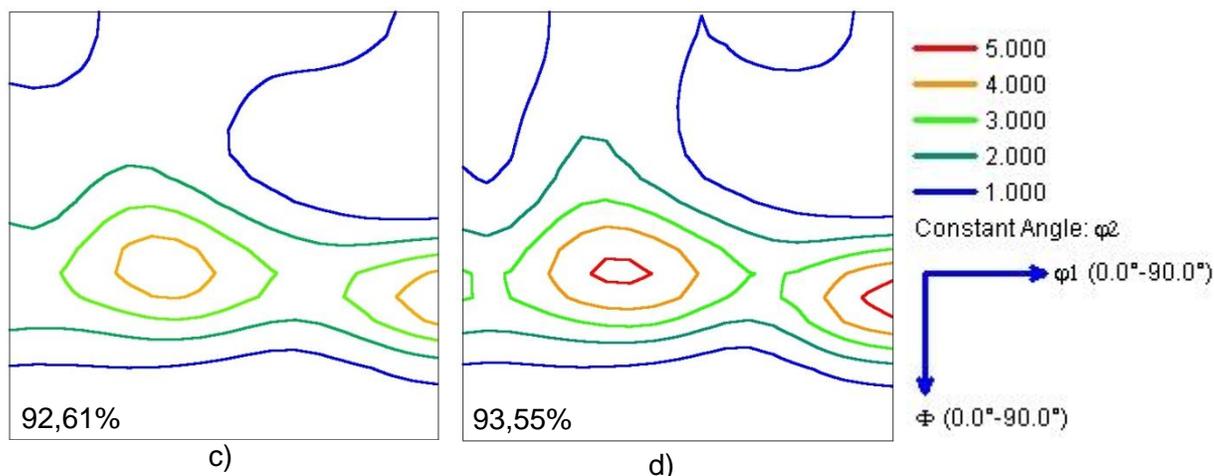


Figura 5.41: ODF para o recozimento com taxa de $23,5^{\circ}\text{C/s}$: a) amostra retirada em 780°C ; b) amostra retirada em 830°C ; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com tempo de encharque de 24s. Seção de $\varphi_2 = 45^{\circ}$.

A figura 5.42, mostra as mudanças que ocorreram com as componentes da fibra α com o aumento da temperatura de interrupção. Nota-se que para quase todas as componentes houve uma redução da intensidade com o aumento da temperatura de interrupção, exceto para a componente $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$. Ressalta-se também que houve pouca variação na intensidade para todas as componentes quando se compara a amostra retirada em 880°C e a amostra com tempo de encharque de 24s, conforme pode ser observado na figura 5.42.

As mudanças que ocorreram com as componentes da fibra γ podem ser observadas na figura 5.43. Nota-se que houve um aumento na intensidade com a temperatura para quase todas as componentes, exceto a componente de orientação $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ que encontra-se no ponto de interseção entre a fibra α e fibra γ . A máxima intensidade na fibra foi na componente com orientação $\{111\}\langle 1\bar{2}1\rangle$ na amostra com ciclo de recozimento completo.

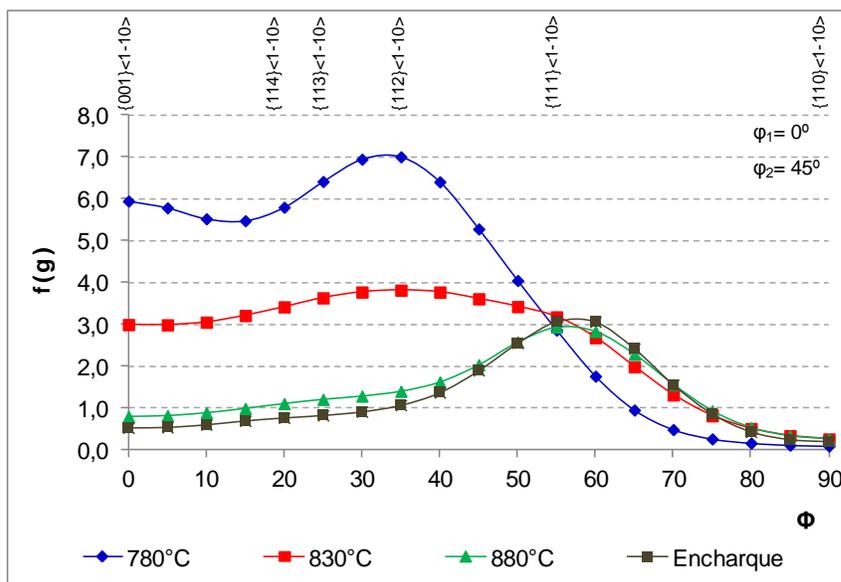


Figura 5.42: Diagrama da fibra α para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de 23,5°C/s e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C.

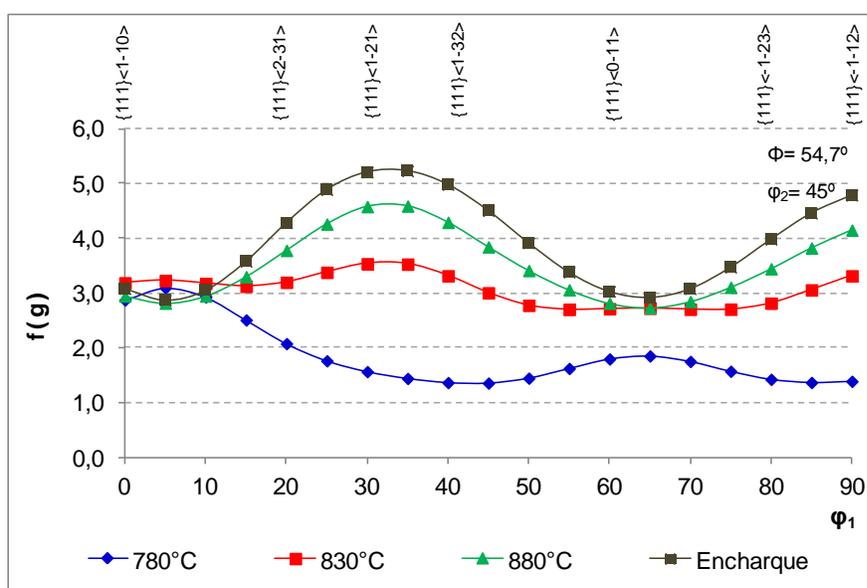


Figura 5.43: Diagrama da fibra γ para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de 23,5°C/s e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C.

Na amostra retirada em 780°C, com índice de indexação de 35,18%, realizou-se a varredura na superfície, 20% abaixo da superfície e no meio da espessura no MEV de alta resolução. As figuras 5.44, 5.45 e 5.46 apresentam os mapas de orientação, os mapas

com as fibras, os mapas de contornos e os mapas com algumas componentes da fibra γ e da fibra α .

Nas regiões analisadas, observa-se que as matrizes são constituídas de grãos recristalizados e grãos deformados. Nota-se também que os grãos recristalizados nuclearam preferencialmente nos contornos dos grãos e com menor frequência dentro dos grãos deformados. Adicionalmente, com os mapas de contornos, observa-se que alguns grãos com orientação pertencente à fibra γ apresentam alta densidade de contornos de baixo ângulo e também seguimentos de alto ângulo. E os grãos com orientações pertencentes à fibra α e fibra Teta apresentam uma densidade menor de contornos de alto e baixo ângulo.

Na região da superfície, figura 5.44e, observa-se grãos recristalizados com orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ nucleados entre uma matriz com orientação $(111)[0\bar{1}1]$ e outra com orientação $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$. Assim como, grãos com orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ no interior de uma matriz com orientação $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$. Há também grãos com orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ em uma matriz com orientação $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$. Além das orientações citadas acima, também observou-se grãos recristalizados com orientações próximas da componente Goss no contorno e no interior de uma matriz com orientação $(111)[1\bar{2}1]$, e grãos recristalizados com orientações pertencentes à fibra α e à fibra Teta. Entretanto houve uma predominância dos grãos nucleados com orientações pertencentes à fibra γ em relação às outras fibras.

Na região de 20% abaixo da superfície, figura 5.45e, observa-se grãos recristalizados com orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ próximos ao contorno e dentro de grão com orientação $(001)[0\bar{1}1]$. Assim como, grão com orientação $(111)[1\bar{3}2]$ entre um grão com orientação $(112)[1\bar{1}0]$ e outro com orientação $(001)[0\bar{1}1]$. Há também grãos com orientações $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ nos contornos de grãos com orientação $(112)[1\bar{1}0]$. Observam-se também grãos recristalizados com orientações pertencentes à fibra Teta e à fibra α em menor frequência que os grãos com orientações pertencentes à fibra γ . A partir da região destacada do mapa de orientação, figura 5.45a, observa-se alguns grãos nucleados com orientações pertencentes à fibra Teta em matriz com orientações pertencentes à fibra γ , provavelmente originados em banda de deformação.

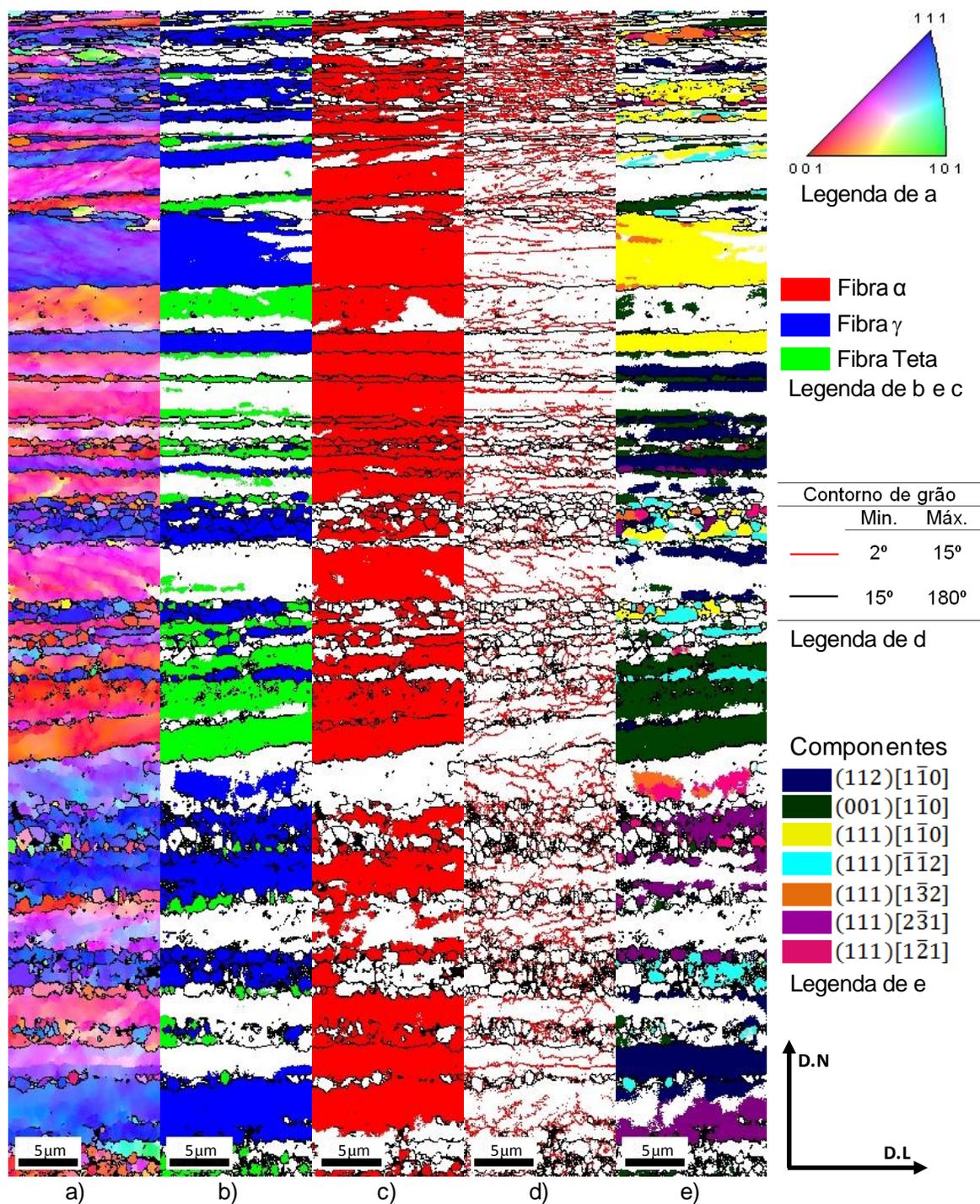


Figura 5.44: Mapeamento da superfície: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°.

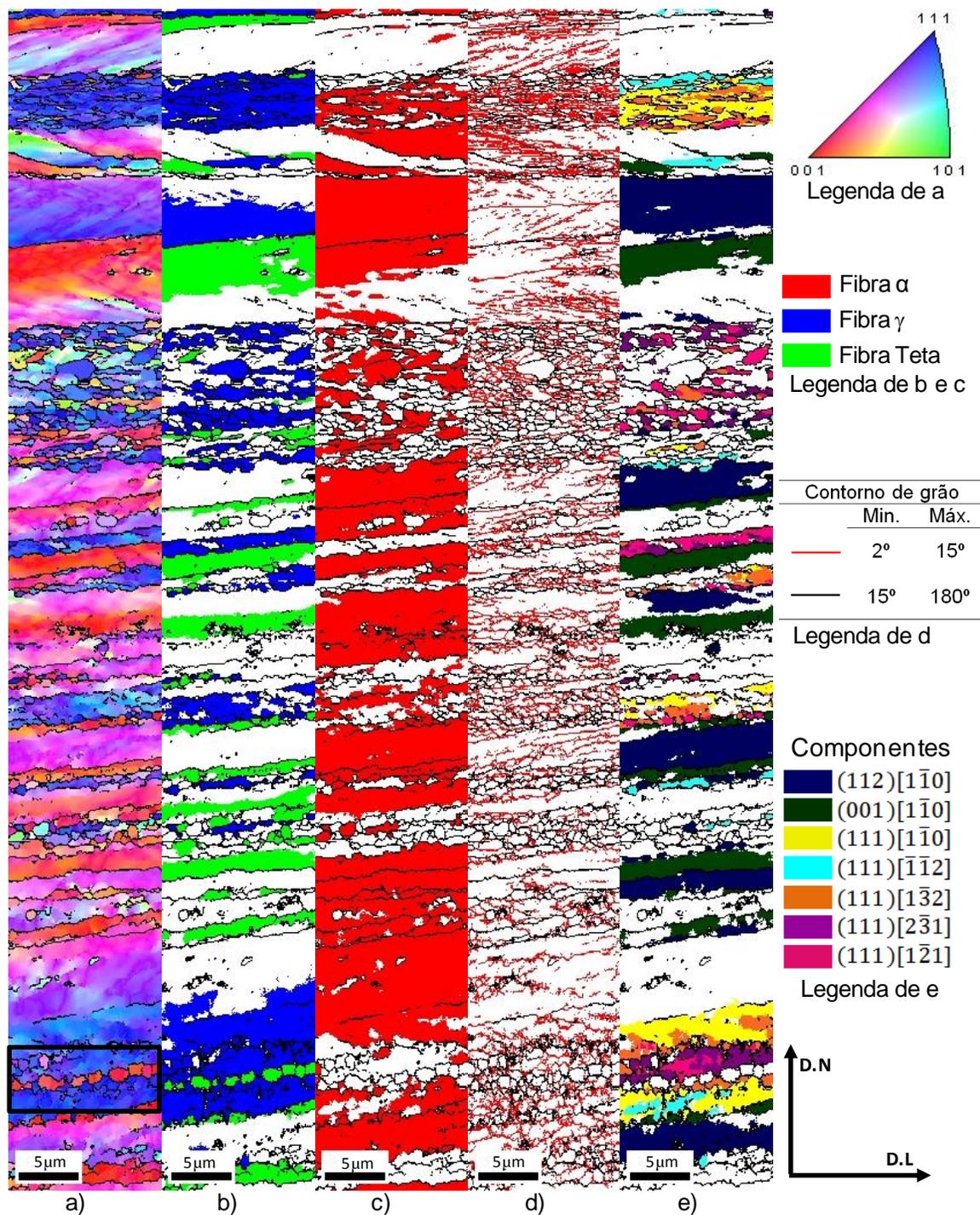


Figura 5.45: Mapeamento em 20% abaixo da superfície: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°.

Na região central, figura 5.46e, observa-se a nucleação de grãos com orientação $(111)[1\bar{3}2]$ e $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ na matriz com orientação $(111)[0\bar{1}1]$, grãos com orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ entre uma matriz com orientação $(112)[1\bar{1}0]$ e $(111)[1\bar{1}0]$. Nota-se neste mapa, grãos deformados com diferentes orientações dentro do grão. Este fato indica, que a deformação ocorreu de forma heterogênea no grão como um todo.

A figura 5.47 apresenta a ODF das três regiões analisadas, com o percentual de pontos indexados. Observa-se em todas as regiões, que a fibra α foi mais intensa que a fibra γ e com intensidade variável ao longo da fibra. Os picos de máxima intensidade ocorreram em posições distintas ao longo de ϕ nas três regiões. Além disto, nota-se em todas as ODFs alta intensidade nas componentes deslocadas da fibra α ideal. Já a fibra γ foi menos desenvolvida em relação à fibra α e a componente mais desenvolvida foi a $(111)[1\bar{1}0]$.

As figuras 5.48 e 5.49 mostram a variação da intensidade de algumas componentes da fibra α e fibra γ em relação a posição da coleta de dados. Observa-se no diagrama da fibra α , figura 5.48, que a intensidade máxima ocorreu em 20% abaixo da superfície em torno de $\phi=32^\circ$. Nota-se também a tendência na região central. Já a curva para a superfície apresentou dois picos, o primeiro em torno de 25° e o segundo em torno de 50° . No diagrama da fibra γ , figura 5.49, observa-se que na superfície as componentes $(111)[1\bar{1}0]$ e $(111)[0\bar{1}1]$ apresentaram intensidades superiores às demais regiões. Tanto na região central quanto em 20% abaixo da espessura, observa-se que a fibra γ foi desenvolvida de forma similar.

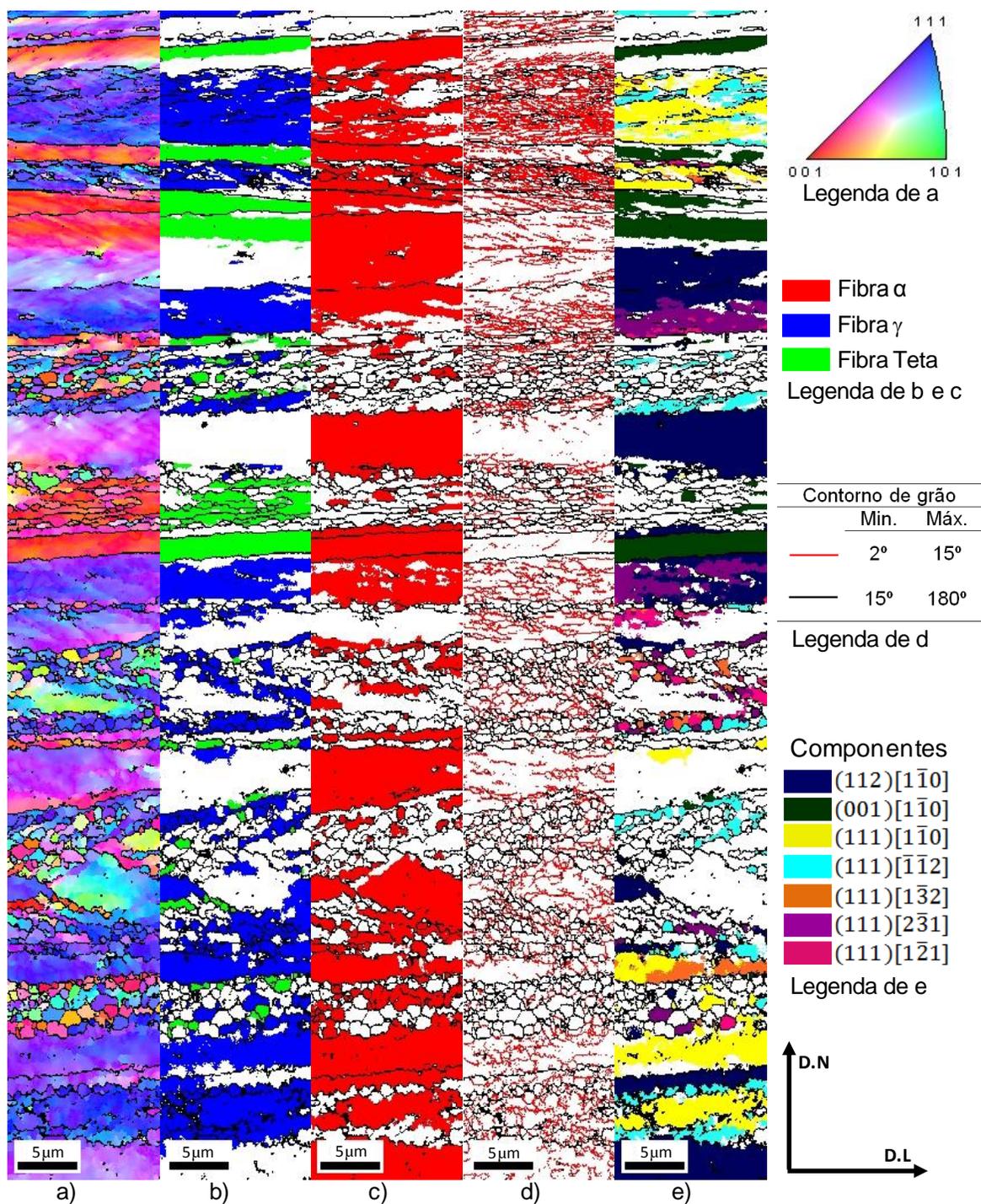


Figura 5.46: Mapeamento da região da central: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°.

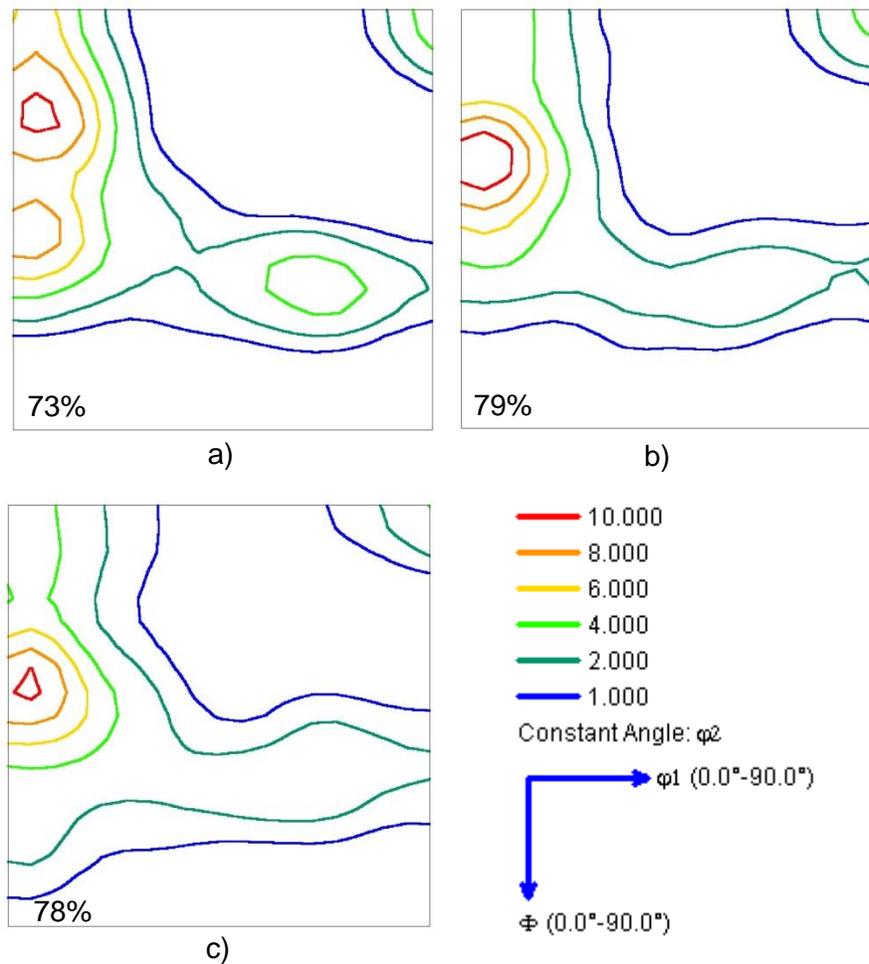


Figura 5.47: ODFs da amostra retirada em 780°C recozida com taxa de 23,5°C/s: a) próximo a superfície; b) 20% abaixo da superfície; c) região central. Seção de $\phi_2=45^\circ$.

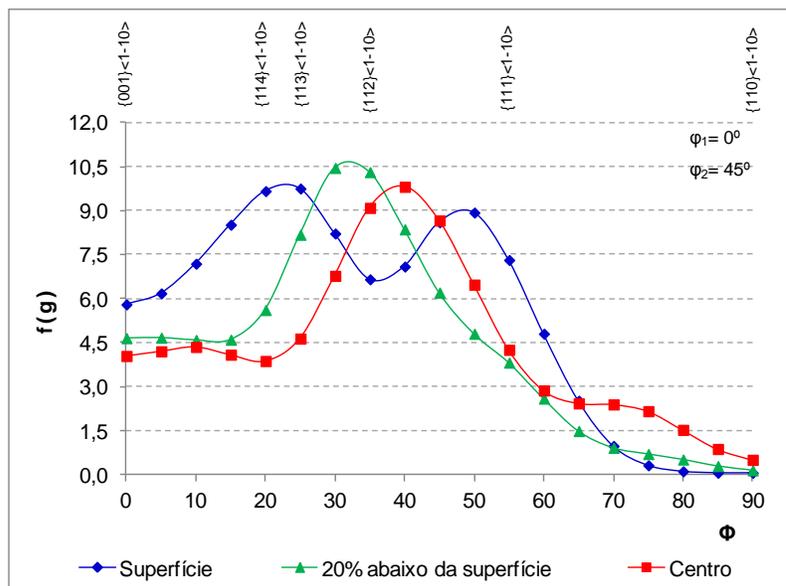


Figura 5.48: Diagrama da fibra α para as três regiões da amostra retirada em 780°C e recozida com taxa de 23,5°C/s.

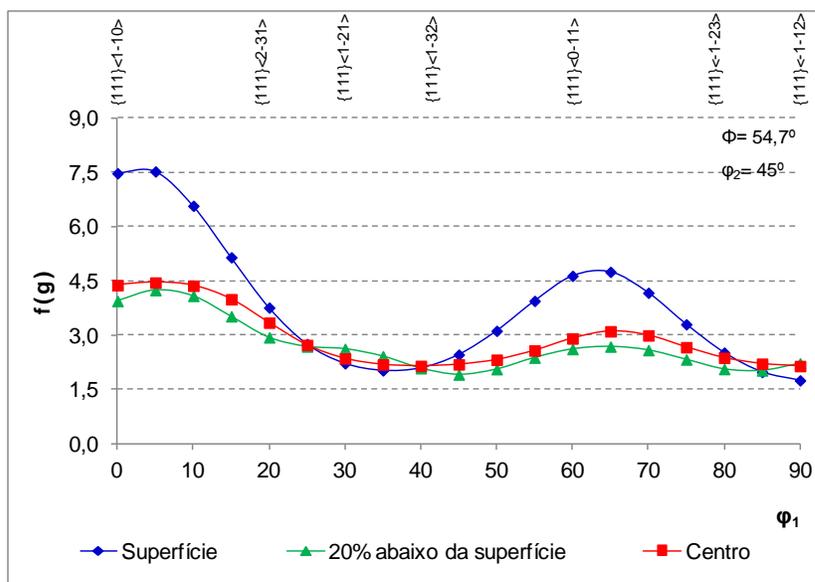


Figura 5.49: Diagrama da fibra γ para as três regiões da amostra retirada em 780°C e recozida com taxa de 23,5°C/s.

❖ Microtextura da amostra recozida com taxa de 41,5°C/s

Os mapas de orientação das amostras recozidas com taxa de aquecimento de 41,5°C/s estão apresentados na figura 5.50. Observa-se que as amostras retiradas em 780 e

830°C apresentam alto grau de deformação, portanto, baixa fração de pontos indexados. Para as amostras retiradas a partir de 880°C, nota-se uma heterogeneidade de orientação dos grãos ao longo da espessura, com predominância da fibra γ .

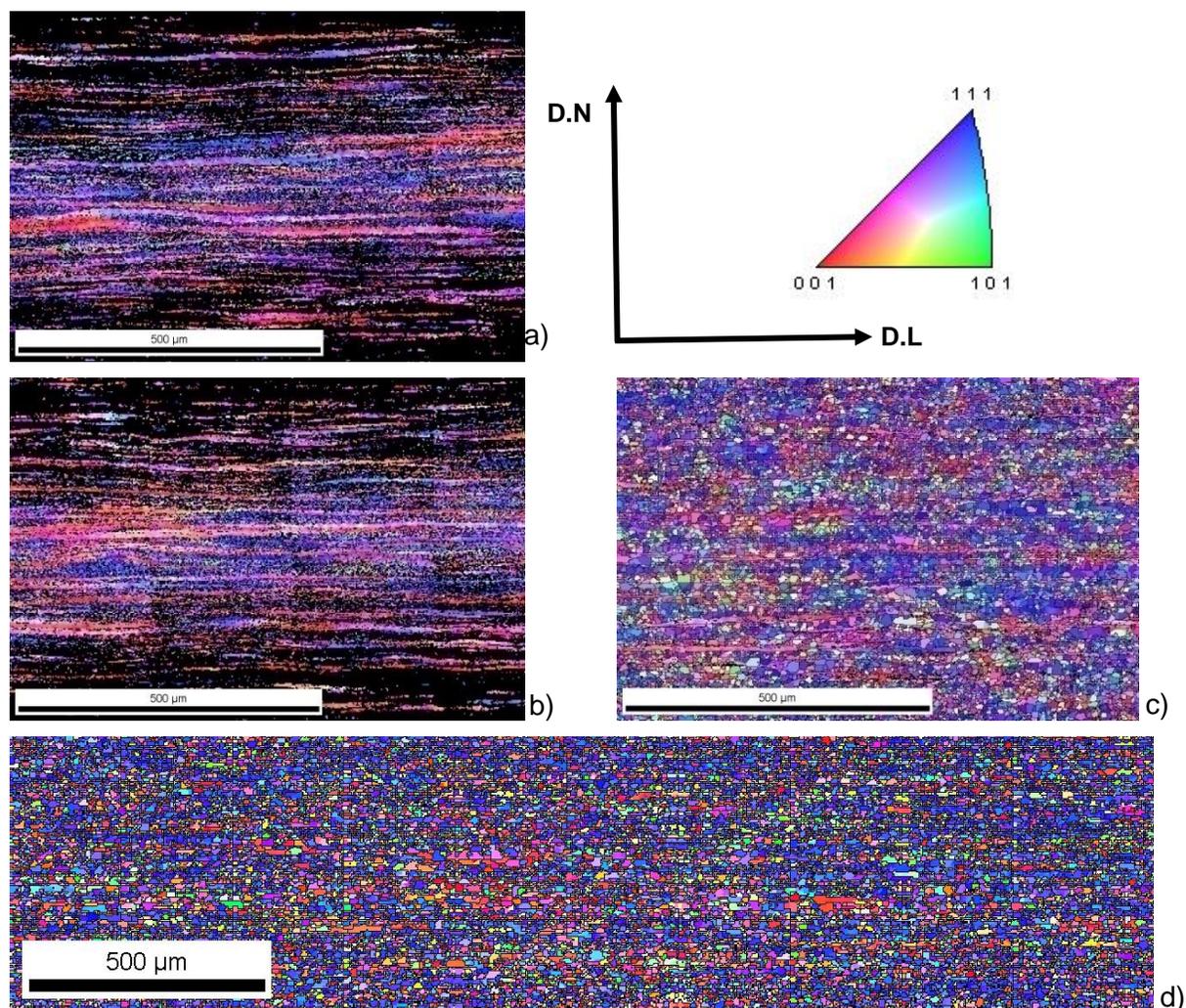


Figura 5.50: Mapa de orientação para o recozimento com taxa de 41,5°C/s: a) amostra retirada em 780°C; b) amostra retirada em 830°C; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com encharque de 24s.

A relação entre as fibras presentes com o aumento da temperatura de interrupção pode ser observada na figura 5.51. Observa-se que a maior fração da fibra α encontra-se nas temperaturas de 780°C e 830°C, situação no qual o material encontra-se com alto grau de deformação, e com o aumento da temperatura de interrupção essa fração volumétrica

diminui. A maior redução na fração volumétrica da fibra α situa-se no intervalo entre 830°C e 880°C. Para a fibra γ o aumento da temperatura de interrupção aumentou a fração volumétrica atingindo o valor máximo de 0,38 para a amostra com tempo de encharque de 24s. Um aumento significativo da fração ocorreu também entre a temperatura de 830°C e a temperatura de 880°C. Ressalta-se também que a fibra Teta diminui com o aumento da temperatura de interrupção e a fibra ε apresentou um leve aumento e em seguida permanece praticamente constante com o aumento da temperatura.

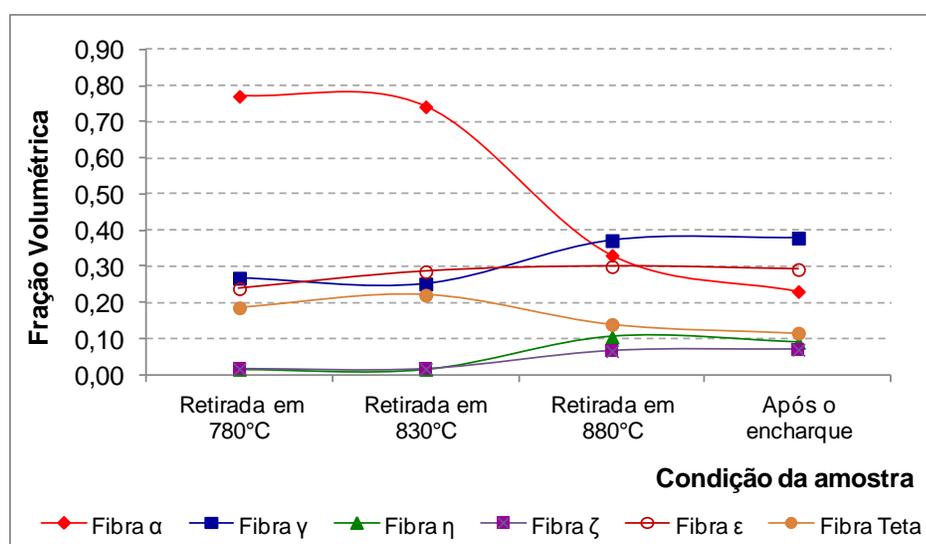


Figura 5.51: Relação entre a temperatura de interrupção do recozimento e a fração volumétrica das fibras para a taxa de aquecimento de 41,5°C/s.

As mudanças para a fibra α e fibra γ também podem ser observadas pelas ODFs das respectivas amostras para toda a espessura. A figura 5.52 apresenta as ODFs com seção de $\varphi_2=45^\circ$ para o recozimento com taxa de aquecimento de 41,5°C/s (a fração de pontos indexados está indicada nas ODFs). As amostras retiradas em 780°C e 830°C apresentam a fibra α mais intensa que a fibra γ , e a intensidade da fibra α diminui com o aumento do ângulo Φ . Já as amostras retiradas em 880°C e com encharque apresentam a fibra γ fortemente desenvolvida com alta intensidade na componente $(111)[1\bar{2}1]$. Observa-se também alta intensidade na orientação $(554)[\bar{2}\bar{2}5]$ e $(11\ 11\ 9)[\bar{9}\bar{9}\ 22]$, deslocadas aproximadamente 5,5° em relação a Φ da orientação de gama $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$.

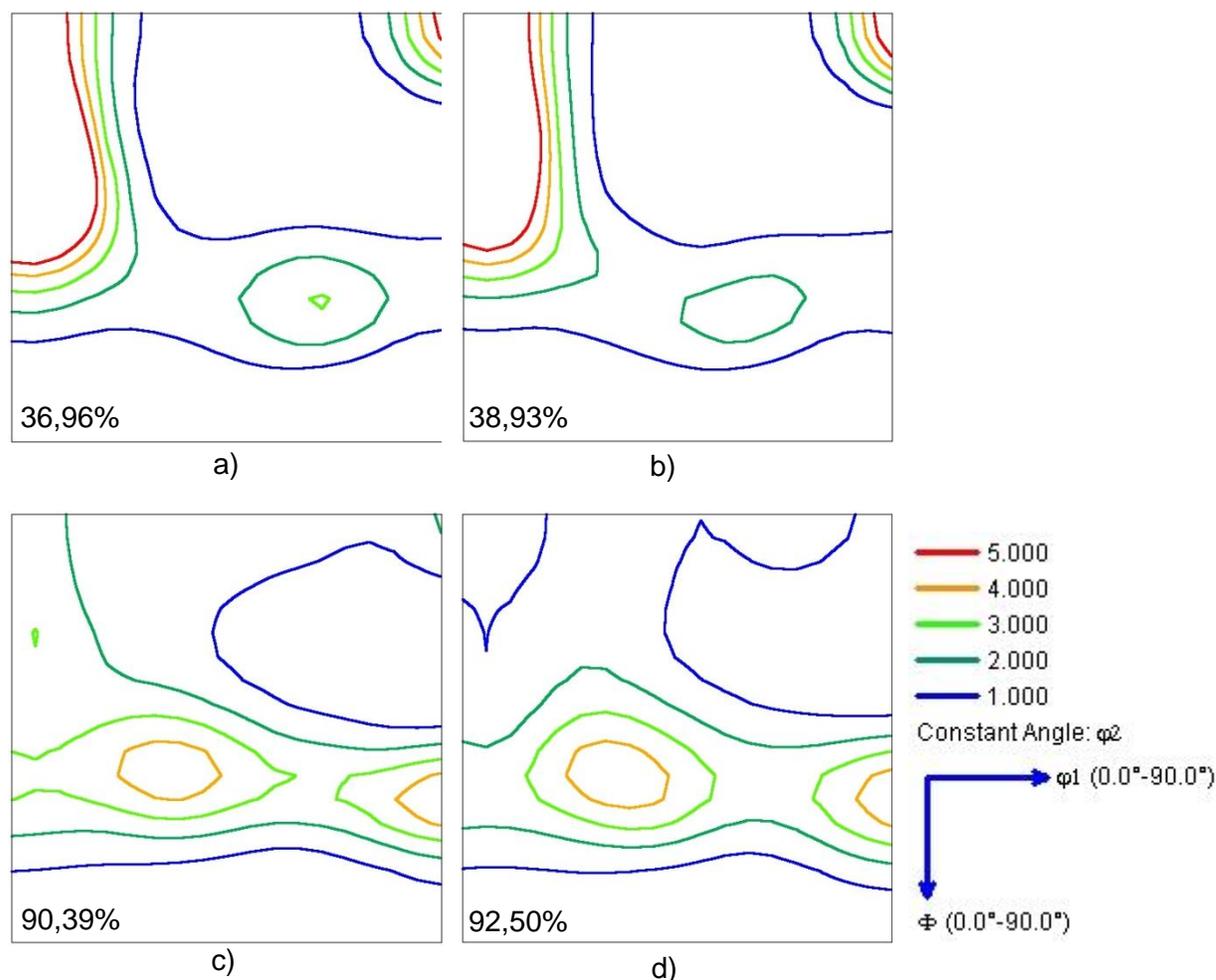


Figura 5.52: ODF para o recozimento com taxa de $41,5^{\circ}\text{C/s}$: a) amostra retirada em 780°C ; b) amostra retirada em 830°C ; c) amostra retirada em 880°C e d) amostra retirada após ciclo completo com tempo de encharque de 24s. Seção de $\varphi_2=45^{\circ}$.

A figura 5.53 apresenta o diagrama da fibra α evidenciando as mudanças que ocorrem ao longo da fibra, ou seja, ao longo do ângulo Φ . Observa-se de modo geral, que o aumento da temperatura diminui as componentes da fibra, exceto a orientação $\{110\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ que permanece constante para qualquer temperatura. A maior redução na intensidade das componentes situadas até $\sim 50^{\circ}$ de Φ ocorreu no intervalo entre a temperatura de 830°C e 880°C , dentre elas estão as componentes $\{001\}\langle 1\bar{1}0\rangle$, $\{114\}\langle 1\bar{1}0\rangle$, $\{113\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ e $\{112\}\langle 1\bar{1}0\rangle$. Nota-se que a maior intensidade na amostra com tempo de encharque de 24s foi na orientação $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$, que corresponde o ponto de interseção das fibras α e fibra γ .

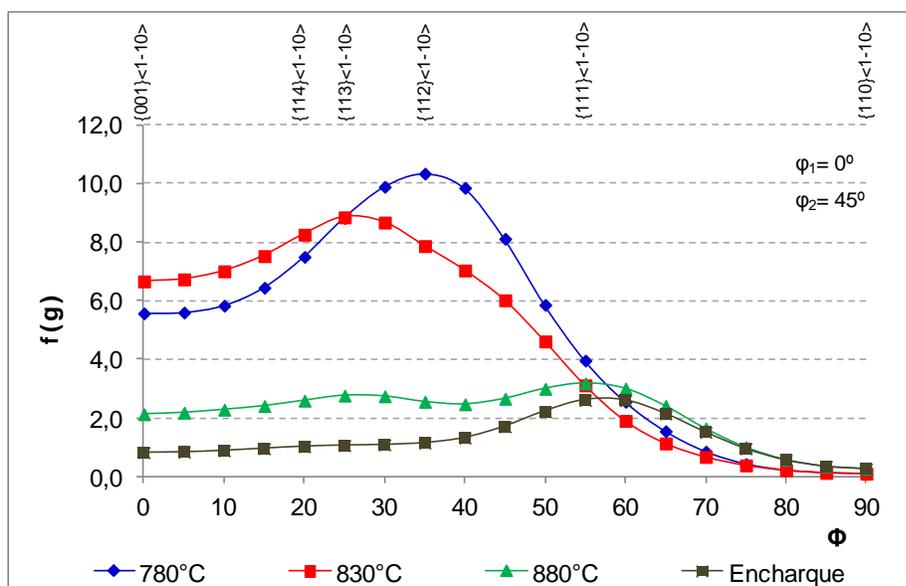


Figura 5.53: Diagrama da fibra α para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de 41,5°C/s e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C.

O diagrama da fibra γ é apresentado na figura 5.54. Observa-se neste diagrama o aumento na intensidade para quase todas as componentes ao longo do ângulo ϕ_1 com o aumento da temperatura de interrupção. Após o ciclo de recozimento completo a máxima intensidade foi na orientação $\{111\} < 1 \bar{2} 1 \rangle$, com aumento significativo entre as temperaturas de 830°C e 880°C.

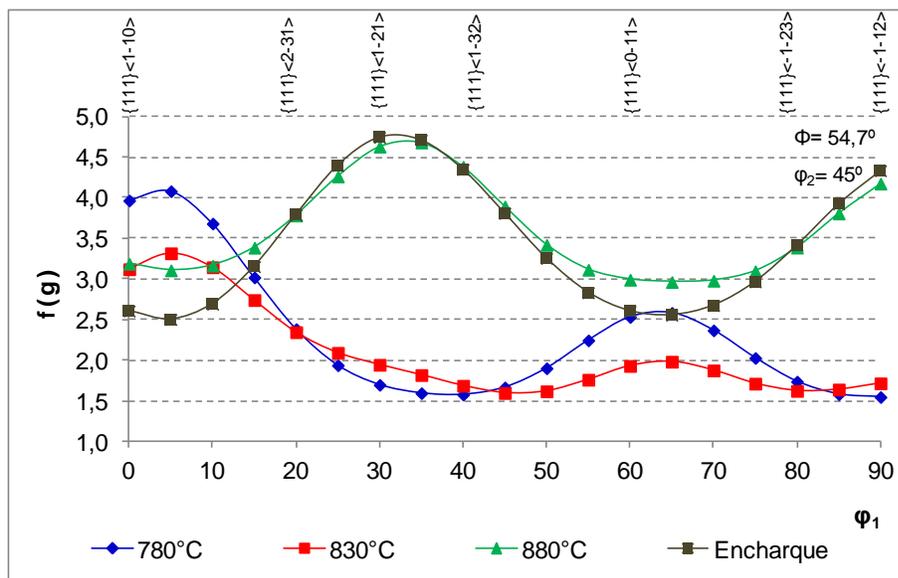


Figura 5.54: Diagrama da fibra γ para o ciclo de recozimento completo com taxa de aquecimento de 41,5°C/s e para as temperaturas de interrupções 780, 830 e 880°C.

Na amostra retirada em 780° com índice de indexação de 36,96%, analisou-se a microtextura na superfície, 20% abaixo da superfície e na região central, no MEV de alta resolução. As figuras 5.55, 5.56 e 5.57 apresentam os mapas de orientação, os mapas com as fibras, os mapas de contornos e os mapas com algumas componentes da fibra γ e da fibra α , da superfície, de 20% abaixo da superfície e da região central, respectivamente.

Nas regiões analisadas, as matrizes são compostas por grãos deformados e também por grãos recristalizados. Os grãos recristalizados nuclearam principalmente nos contornos e com menor frequência no interior de alguns grãos. A partir dos mapas de contornos, observa-se que alguns grãos com orientação pertencente à fibra γ apresentam alta densidade de contornos de baixo ângulo e também seguimentos de alto ângulo, enquanto os grãos com orientações pertencentes à fibra α e fibra Teta apresentam uma densidade menor de contornos. Nas três regiões analisadas a fibra α foi predominante em relação à fibra γ e a fibra Teta.

Na região da superfície, figura 5.55e, observa-se que grãos recristalizados com orientação (111)[$\bar{1}\bar{1}2$] e (111)[$\bar{1}2\bar{1}$] foram nucleados próximos à uma matriz com

orientação $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$. Grãos com orientação $(111)[0\bar{1}1]$ e $(111)[1\bar{3}2]$ foram também nucleados no centro de um grão com orientação $(001)[0\bar{1}1]$. Grãos com orientação $(111)[1\bar{3}2]$, $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ e $(111)[1\bar{2}1]$ nucleados no contorno entre um grão com orientação $(111)[0\bar{1}1]$ e outro com orientação $(112)[0\bar{1}1]$. Nota-se ainda nos grãos deformados a diferença de orientação dentro do grão, resultado de diferentes rotações em um mesmo grão.

Na região de 20% abaixo da superfície, figura 5.56e, observa-se grãos recristalizados, circundados por contorno de alto ângulo, com orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ e $(111)[1\bar{2}1]$ no contorno de grãos com orientação $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$. Há também grãos com orientação $(111)[1\bar{1}0]$ nucleados no interior dos grãos com orientação pertencentes à fibra γ , assim como grãos com orientação $(111)[1\bar{3}2]$ nucleados no interior de um grão com orientação $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$ e próximos ao contorno do grão. Existem ainda grãos com orientação $(111)[1\bar{3}2]$, $(111)[0\bar{1}1]$, $(112)[0\bar{1}1]$ e $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ no interior e no contorno do grão com orientação $(001)[1\bar{1}0]$.

Na região central, figura 5.57e, observa-se grãos recristalizados, circundados por contorno de alto ângulo, com orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ e $(111)[1\bar{2}1]$, nucleados no contorno de um grão com orientação $(111)[1\bar{3}2]$. Há também grãos recristalizados com orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$, $(111)[1\bar{2}1]$, e $(111)[1\bar{3}2]$ no contorno de um grão com orientação $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$. Grãos recristalizados com orientação $(111)[0\bar{1}1]$ e $(111)[1\bar{3}2]$ nos contornos de um grão deformado com orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$. Também são observados grãos com orientação de Goss $(110)[001]$ nucleados em grãos com orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ e $(111)[1\bar{2}1]$.

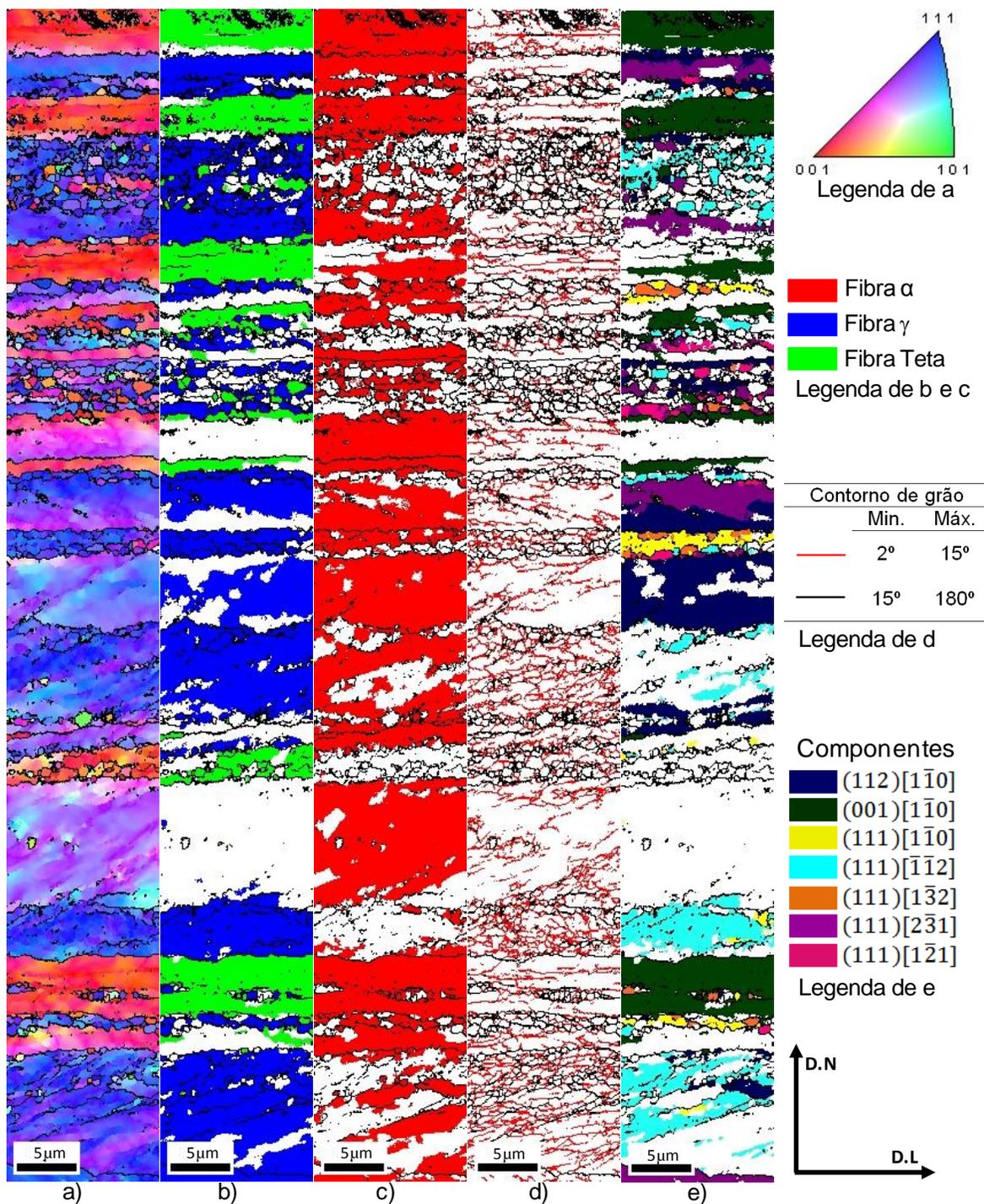


Figura 5.55: Mapeamento da superfície: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°.

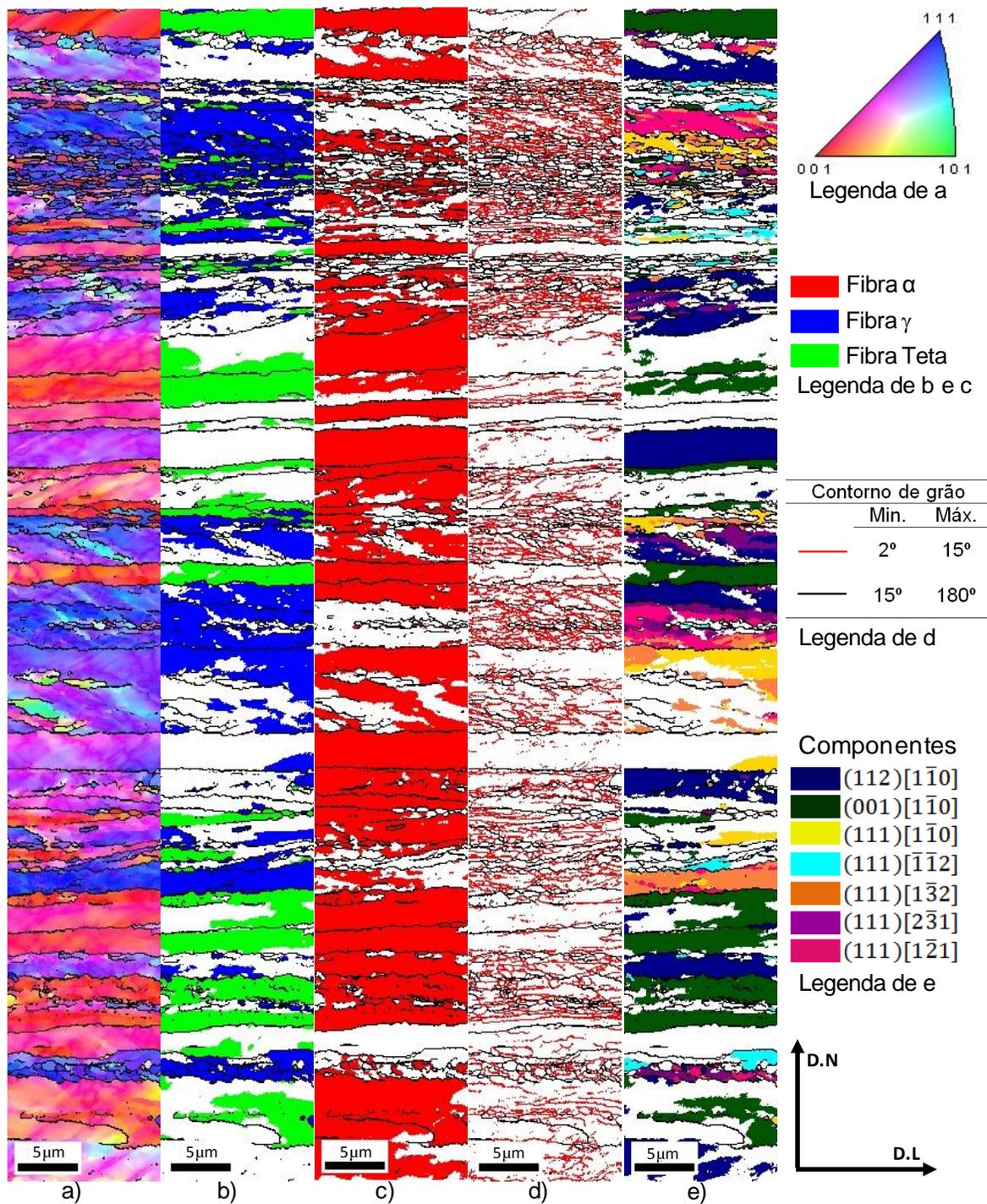


Figura 5.56: Mapeamento de 20% abaixo da superfície: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°.

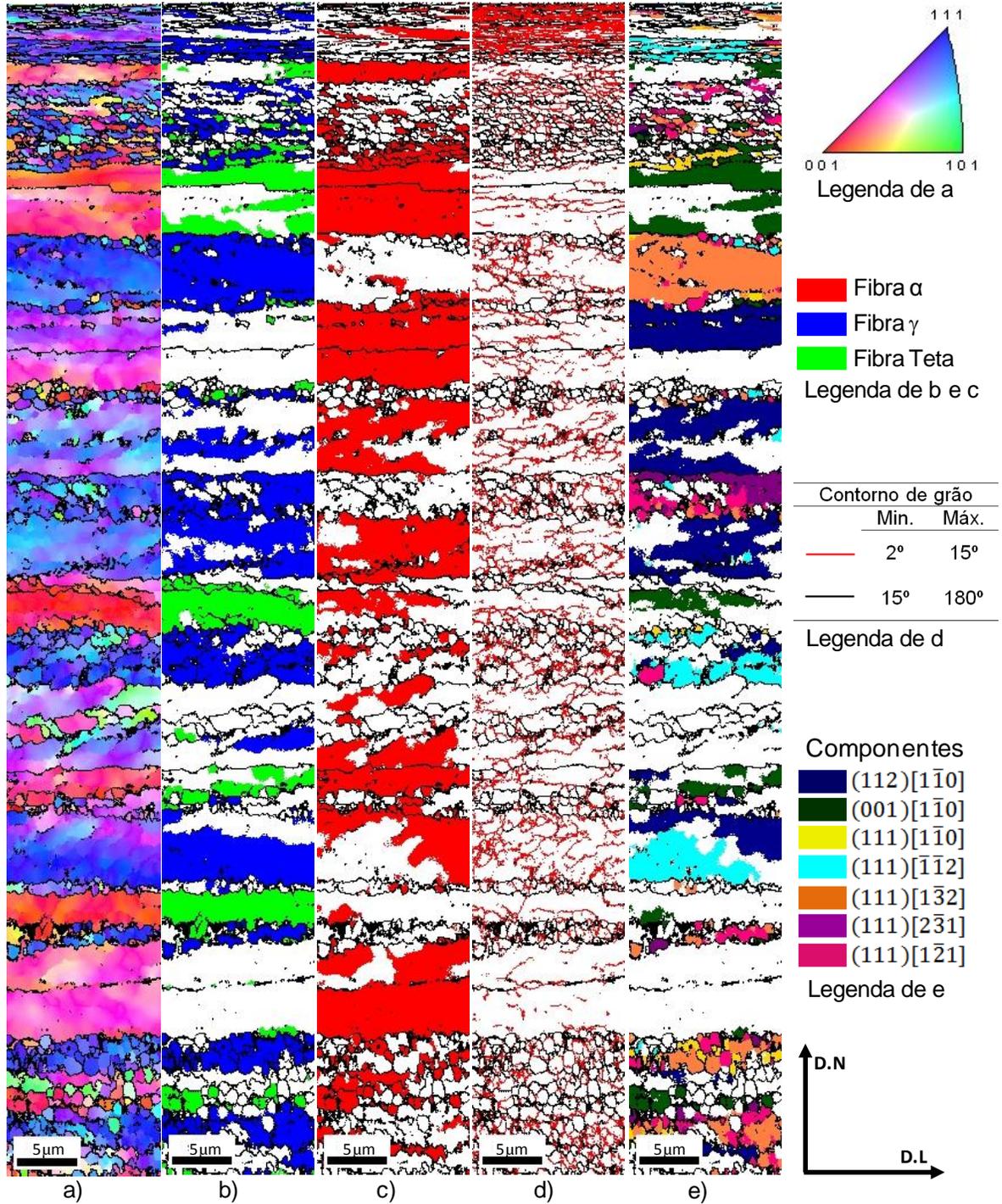


Figura 5.57: Mapeamento da região central: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°.

A figura 5.58 apresenta as ODFs para as três regiões analisadas. Nas regiões analisadas, observa-se que a fibra α foi mais intensa que a fibra γ e com intensidade variável ao longo da fibra. Os picos de máxima intensidade ocorrem em pontos diferentes ao longo de Φ . Há também alta intensidade em componentes deslocadas em 5° em relação à fibra α ideal. Já a fibra γ também apresentou intensidade variável ao longo da fibra, e algumas componentes foram mais desenvolvidas na superfície e na região central.

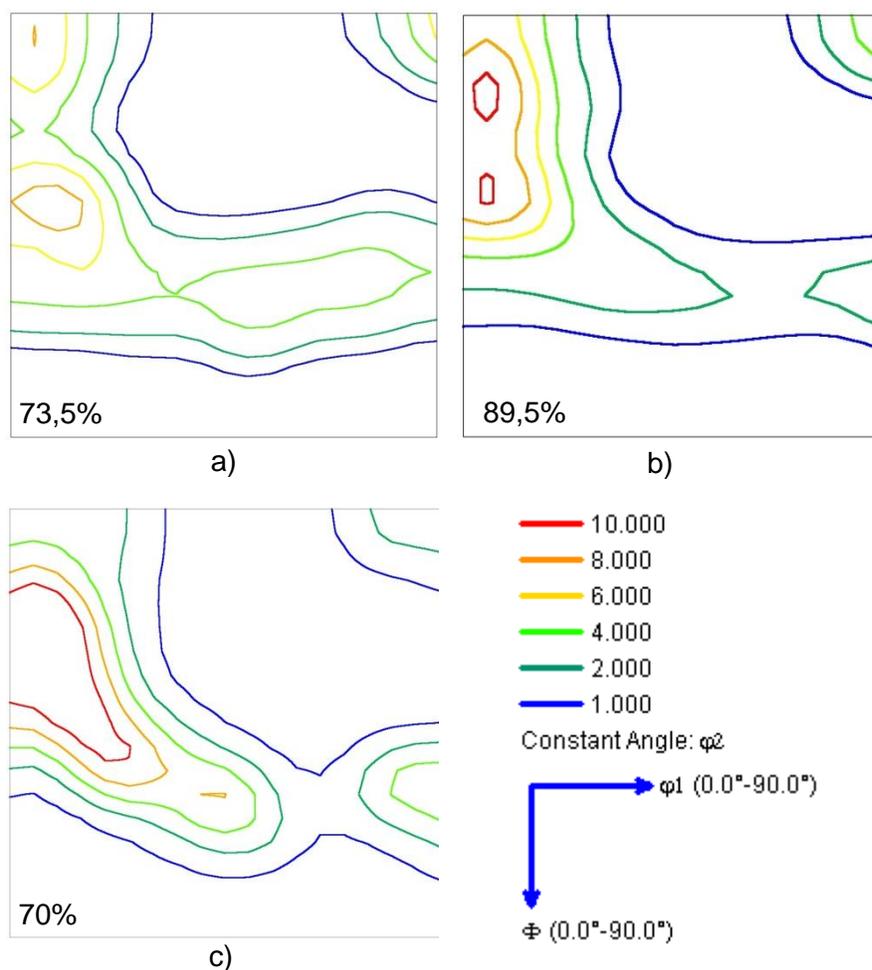


Figura 5.58: ODFs da amostra retirada em 780°C recozida com taxa de $41,5^\circ\text{C/s}$: a) próximo a superfície; b) 20% abaixo da superfície; c) região central. Seção de $\varphi_2=45^\circ$.

A partir das figuras 5.59 e 5.60, observa-se a intensidade de algumas componentes da fibra α e fibra γ , respectivamente, nas três regiões analisadas. Na figura 5.59, observa-se que as componentes localizadas entre $\varphi=15^\circ$ e $\varphi=40^\circ$ da região de 20% abaixo da superfície apresentaram intensidades superiores às demais regiões analisadas. Na figura

5.60, nota-se que a fibra γ apresentou na superfície intensidade superior as demais regiões em algumas componentes. Dentre todas as componentes e as regiões, observa-se alta intensidade na superfície e em torno de $\varphi_1=15^\circ$.

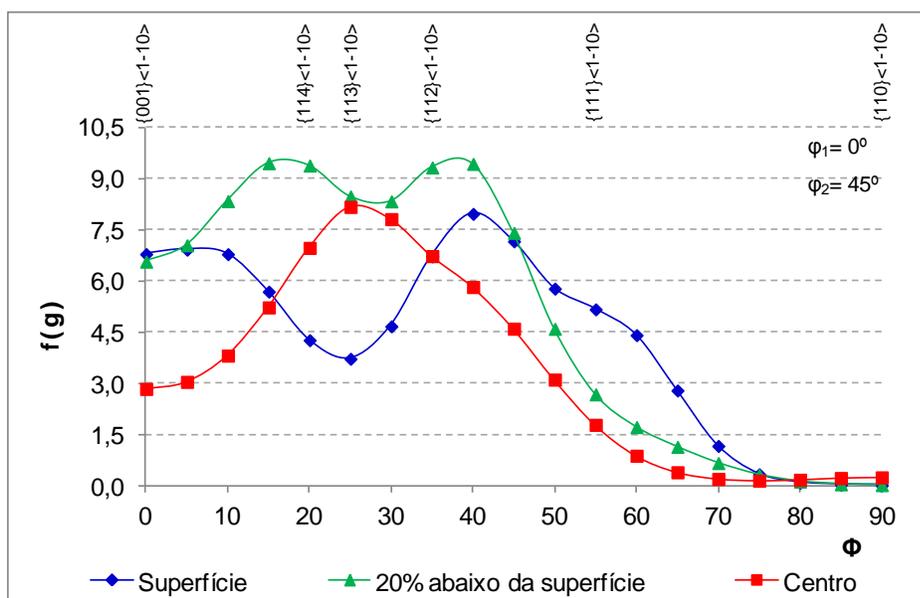


Figura 5.59: Diagrama da fibra α para as três regiões da amostra retirada em 780°C e recozida com taxa de $41,5^\circ\text{C/s}$.

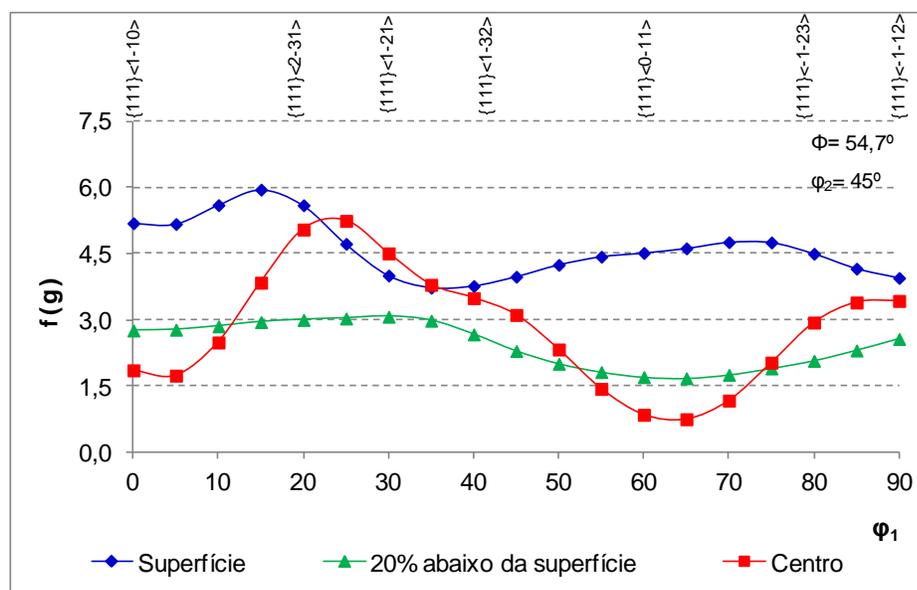


Figura 5.60: Diagrama da fibra γ para as três regiões da amostra retirada em 780°C e recozida com taxa de $41,5^\circ\text{C/s}$.

A amostra retirada em 830°C também apresentou um baixo índice de indexação quando analisada no MEV convencional, sendo este de 38,93%. Por este motivo, realizou-se a varredura no MEV de alta resolução, na superfície, 20% abaixo da superfície e no centro. As figuras 5.61, 5.62, 5.63 apresentam os mapas de orientação, mapas com as fibras, mapas de contornos e os mapas com algumas orientações pertencentes à fibra γ e fibra α , da superfície, de 20% abaixo da superfície e da região central, respectivamente.

Observa-se em todas as regiões que há muitos grãos que ainda não recristalizaram e a maioria destes grãos possuem orientações pertencentes à fibra α . Adicionalmente, observa-se nos mapas com orientações da fibra α e fibra γ , grãos deformados com orientação $(001)[1\bar{1}0]$ e $(112)[1\bar{1}0]$. A partir dos mapas de contornos, observa-se que há dentro dos grãos deformados contornos de baixo ângulo, enquanto os grãos recristalizados estão isentos destes seguimentos. Nota-se também que alguns grãos estão com um leve achatamento na direção de laminação. Além disso, a fibra α foi predominante nas três regiões analisadas em relação à fibra γ e a fibra Teta.

A figura 5.64 apresenta as ODFs para as três regiões analisadas, com a fração de pontos indexados. Em todas as regiões, a intensidade ao longo da fibra α e da fibra γ foi variável. Na região da superfície a fibra α apresentou alta intensidade na componente $(001)[\bar{1}10]$ e em algumas componentes deslocadas da fibra α ideal. Em 20% abaixo da superfície, tanto a fibra γ quanto a fibra α apresentaram baixa intensidade. Já na região central, nota-se alta intensidade em algumas componentes deslocadas da fibra α ideal.

A variação da intensidade nas componentes da fibra α e fibra γ pode ser observada na figura 5.65 e 5.66, respectivamente. Na figura 5.65, observa-se que a superfície apresentou intensidade superior que as demais regiões nas componentes em torno de $\phi=10^\circ$. Um fato interessante é a alta intensidade da componente $(110)[1\bar{1}0]$ na região central em relação às demais regiões. Na figura 5.66, observa-se a menor variação da intensidade nas componentes em 20% abaixo da superfície em relação às demais regiões. Ressalta-se que a fibra γ foi fracamente desenvolvida nas três regiões.

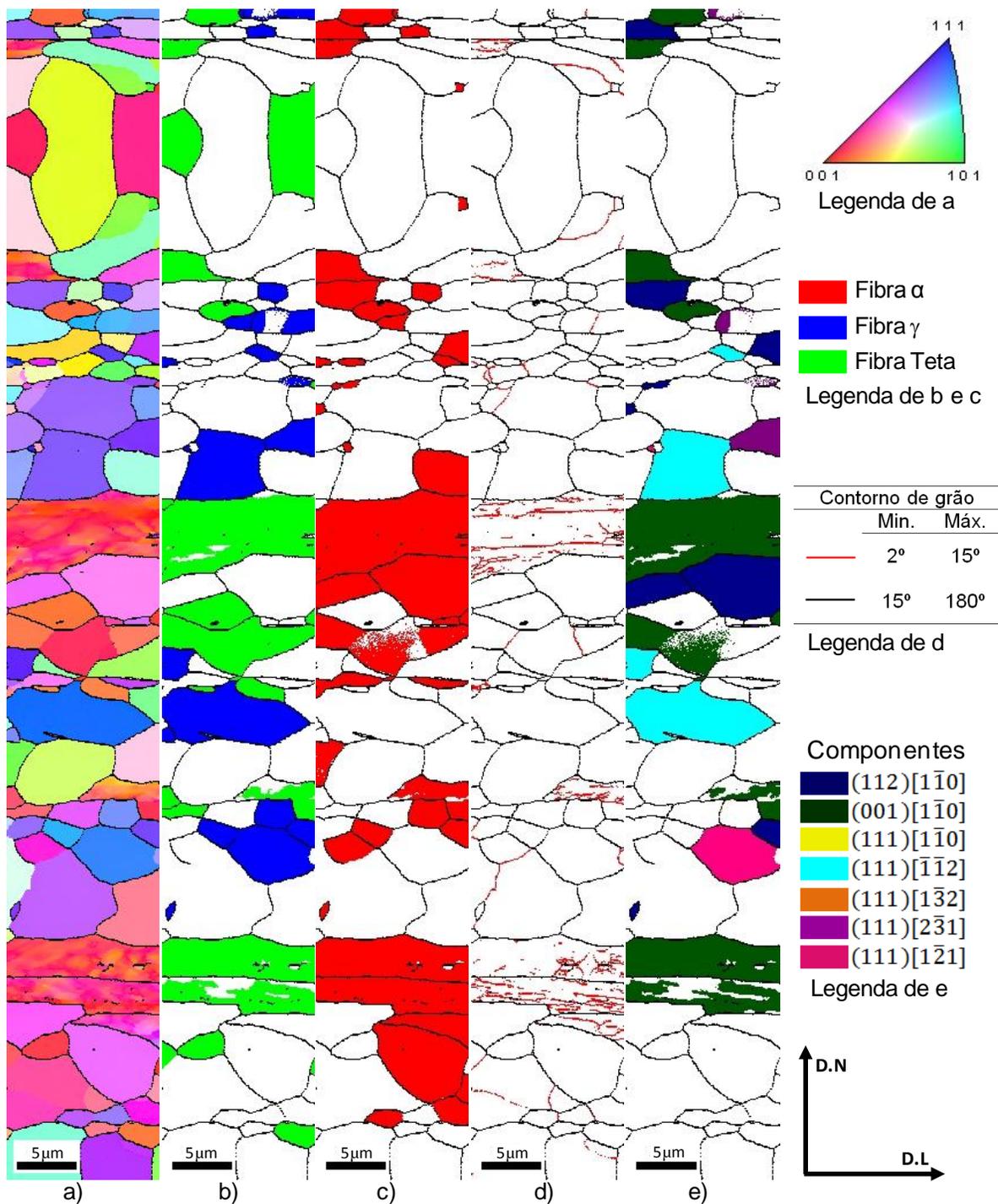


Figura 5.61: Mapeamento da superfície da amostra retirada em 830°C: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°.

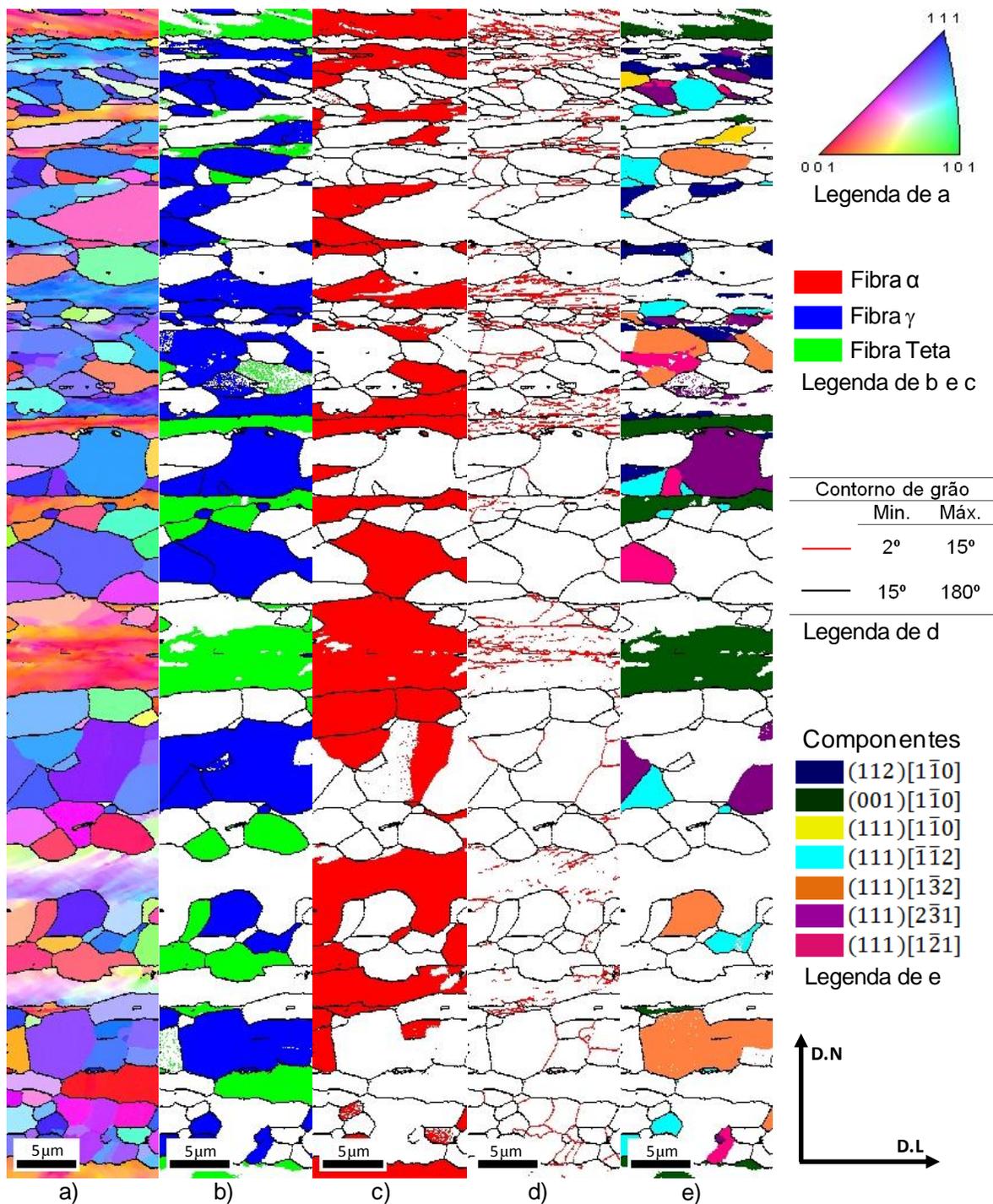


Figura 5.62: Mapeamento de 20% abaixo da superfície da amostra retirada em 830°C: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°.

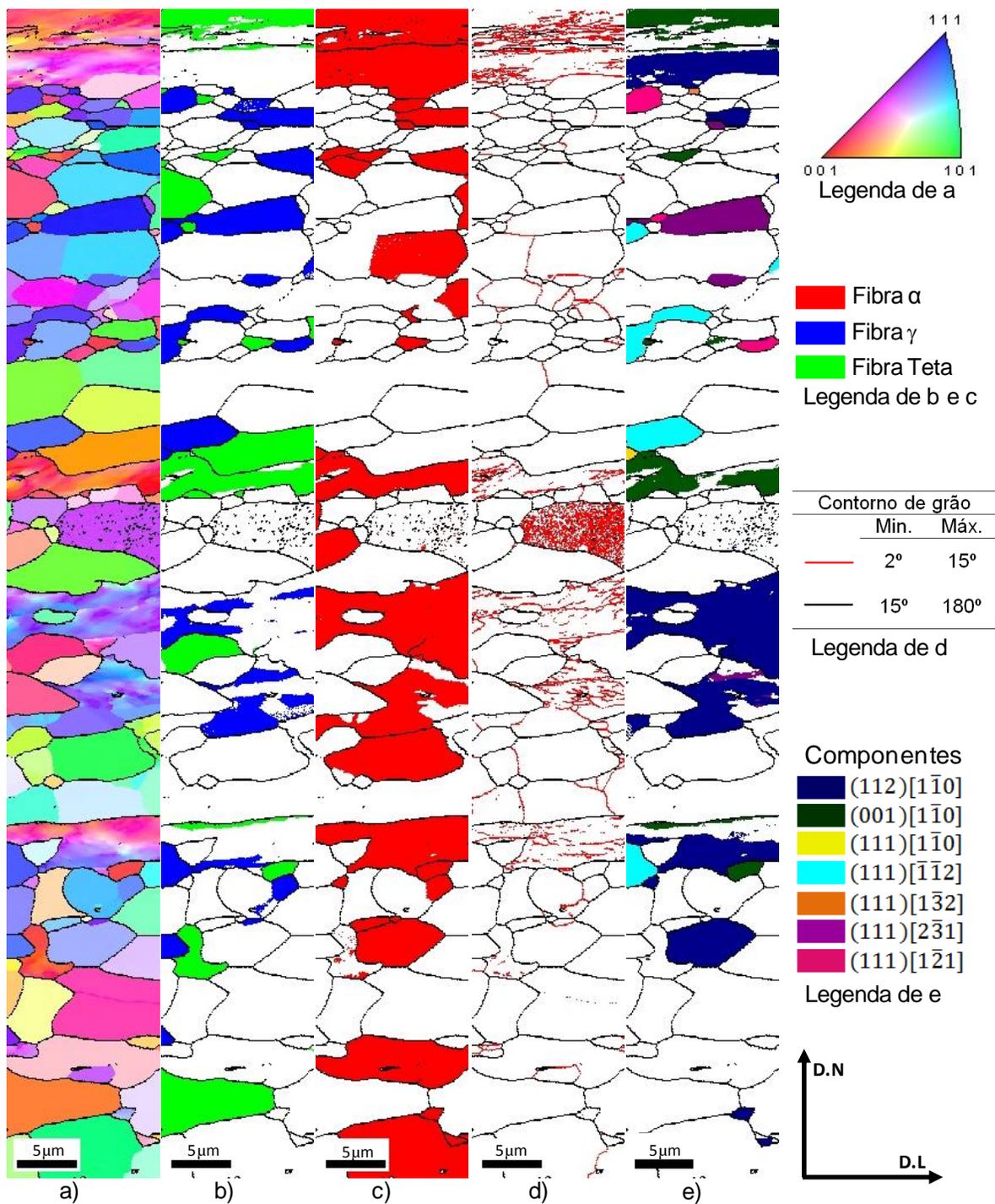


Figura 5.63: Mapeamento da região central da amostra retirada em 830°C: a) mapa de orientação; b) mapa com fibra γ e Teta; c) mapa com a fibra α ; d) mapa de contornos de grão; e) mapa com orientações de γ e α . Tolerância de 15°.

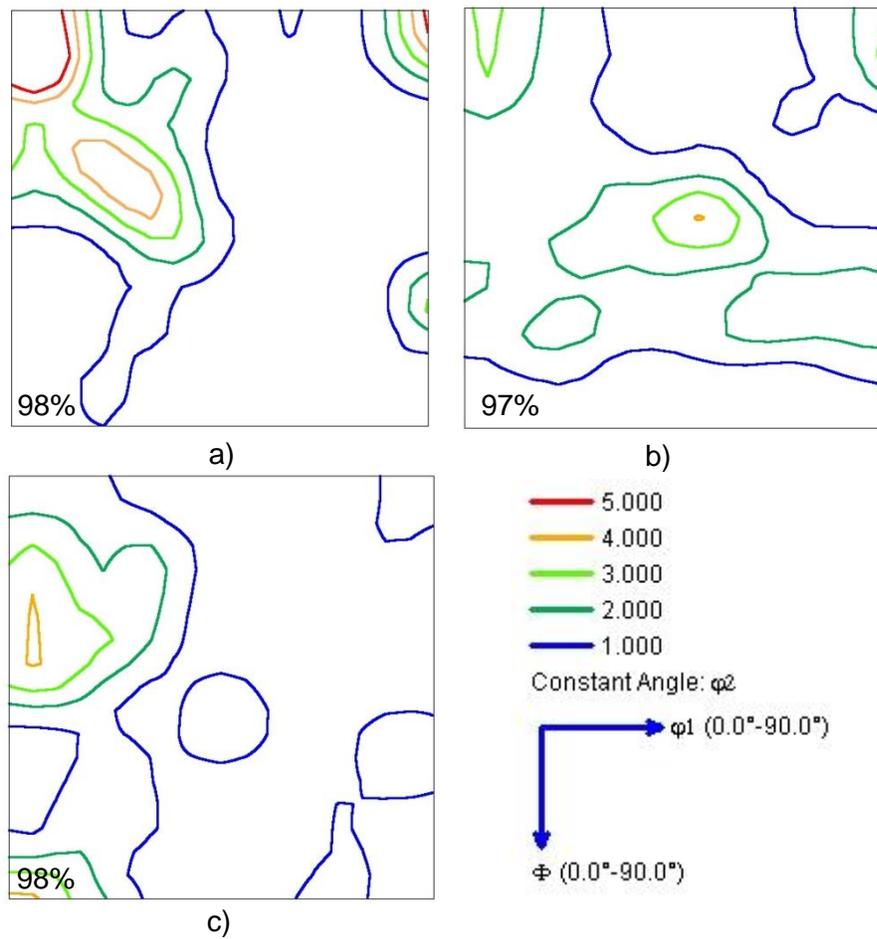


Figura 5.64: ODFs das da amostra retirada em 830°C recozida com taxa de 41,5°C/s: a) próximo a superfície; b) 20%abaixo da superfície; c) região central. Seção de $\varphi_2 = 45^\circ$.

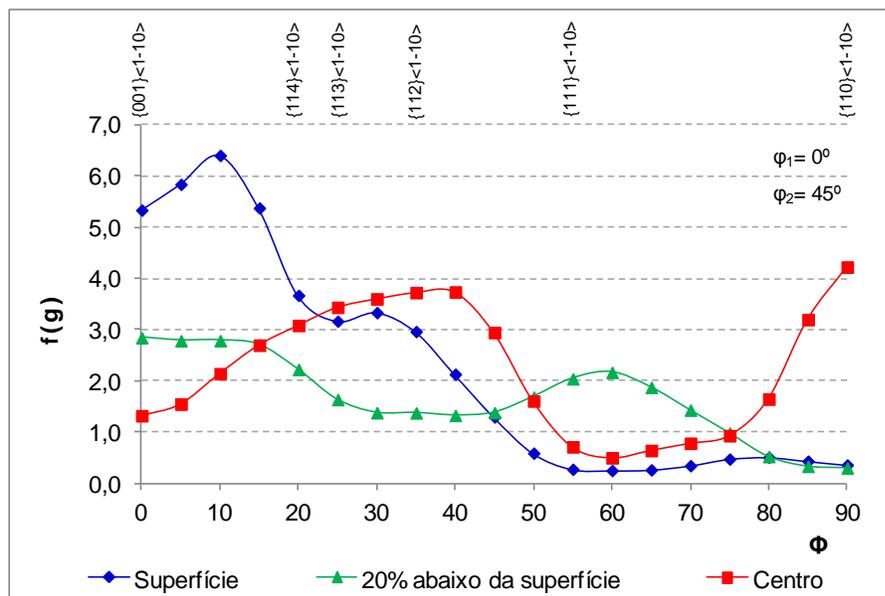


Figura 5.65: Diagrama da fibra α para as três regiões da amostra retirada em 830°C e recozida com taxa de 41,5°C/s.

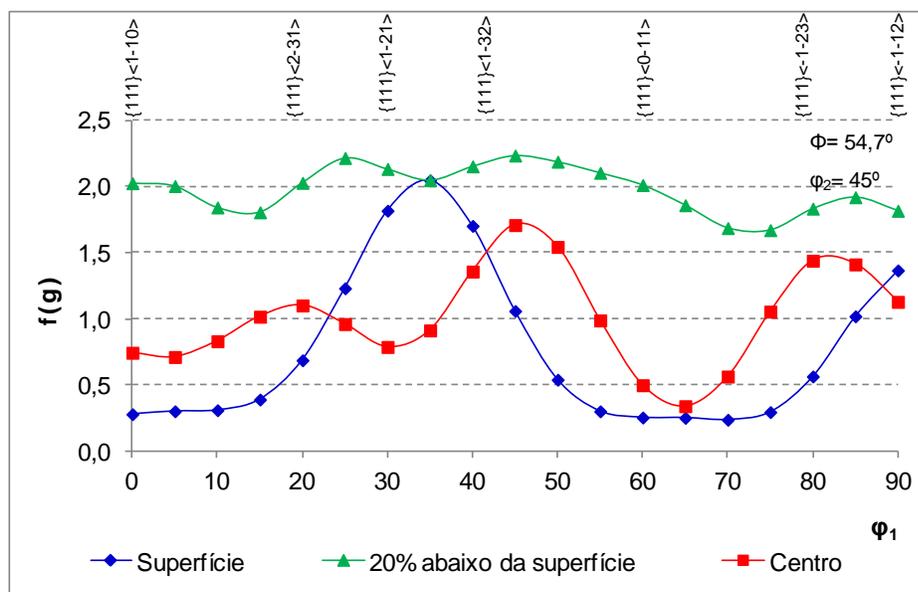


Figura 5.66: Diagrama da fibra γ para as três regiões da amostra retirada em 830°C e recozida com taxa de 41,5°C/s.

❖ Microtextura da amostra recozida na planta industrial 23,5°C/s

A amostra recozida na planta industrial apresentou uma heterogeneidade em termos de orientação dos grãos ao longo da espessura conforme observado no mapa de orientação, figura 5.67. Nota-se neste mapa uma predominância da fibra γ com uma fração volumétrica de 0,43 e para a fibra α uma fração volumétrica de 0,22. A tabela 5.2 apresenta a fração volumétrica das fibras.

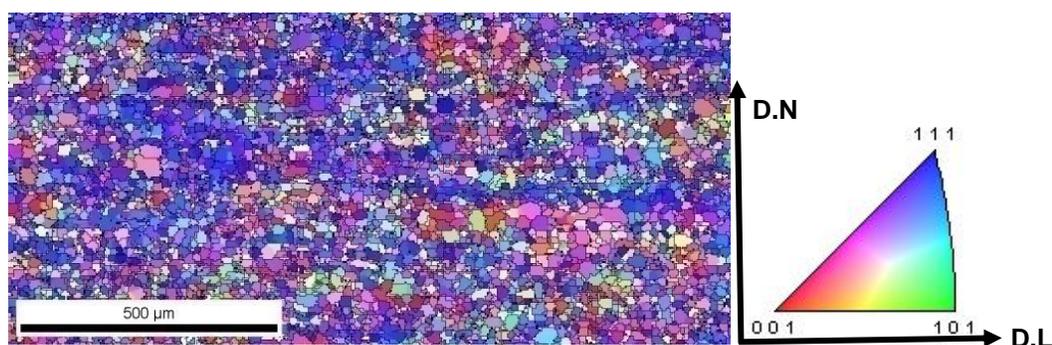


Figura 5.67: Mapa de orientação da amostra recozida industrialmente com taxa de aquecimento de 23,5°/s.

Tabela 5.2: Fração volumétrica das fibras para a amostra recozida industrialmente com taxa de 23,5°C/s.

Fibra	Fração Volumétrica
Fibra α	0,22
Fibra γ	0,43
Fibra η	0,07
Fibra ζ	0,06
Fibra ϵ	0,32
Fibra Teta	0,11

A figura 5.68 apresenta a ODF para a amostra recozida industrialmente com o percentual de pontos indexados. Observa-se que ao longo do ângulo ϕ_1 , a fibra γ apresenta uma heterogeneidade na intensidade com a máxima intensidade na componente $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ e alta intensidade nas componentes $(554)[\bar{2}\bar{2}5]$ e $(11\ 11\ 9)[\bar{9}\bar{9}\ 22]$, deslocadas aproximadamente 5,5° da orientação $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$. E para a fibra α também existe uma

heterogeneidade ao longo do ângulo Φ , com maior intensidade na componente $(111)[\bar{1}\bar{1}0]$, ponto de interseção com a fibra γ .

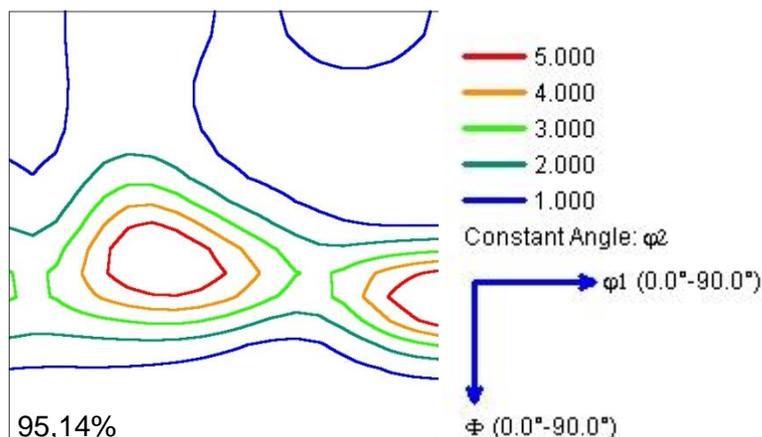


Figura 5.68: ODF para o recozimento com taxa de $23,5^{\circ}\text{C/s}$ na planta industrial. Seção de $\varphi_2=45^{\circ}$.

5.1.3 Propriedades mecânicas e coeficiente de anisotropia

O efeito da taxa de aquecimento nas propriedades mecânicas das amostras recozidas no ciclo de recozimento completo foi caracterizada em termos de limite de escoamento, limite de resistência, alongamento total, coeficiente de anisotropia normal médio e coeficiente de anisotropia planar.

A figura 5.69 apresenta o efeito da taxa de aquecimento no limite de escoamento das amostras processadas com ciclo completo de recozimento. Neste gráfico, os pontos na cor vermelha são referentes ao material processado industrialmente com taxa de aquecimento de 23°C/s .

Nota-se neste gráfico, que o limite de escoamento aumentou com o aumento da taxa de aquecimento nas três direções ensaiadas. O menor limite de escoamento foi obtido para a taxa de $0,10^{\circ}\text{C/s}$ na direção de 45° e o maior valor do limite de escoamento foi obtido para a taxa de $41,5^{\circ}\text{C/s}$ também na direção de 45° . O maior valor de $\Delta\sigma_e$ (aumento do limite de

escoamento) ocorreu no intervalo entre 23,5 e 41,5°C/s para a direção de 45° e o menor no intervalo de 6,8 para 23,5°C/s na direção longitudinal, sendo estes de 21,34MPa e 0,03MPa respectivamente. Comparando os resultados de laboratório com o resultado da planta industrial, observa-se que em todas as direções o limite de escoamento da planta industrial foi inferior ao do laboratório, com a maior diferença na direção de longitudinal.

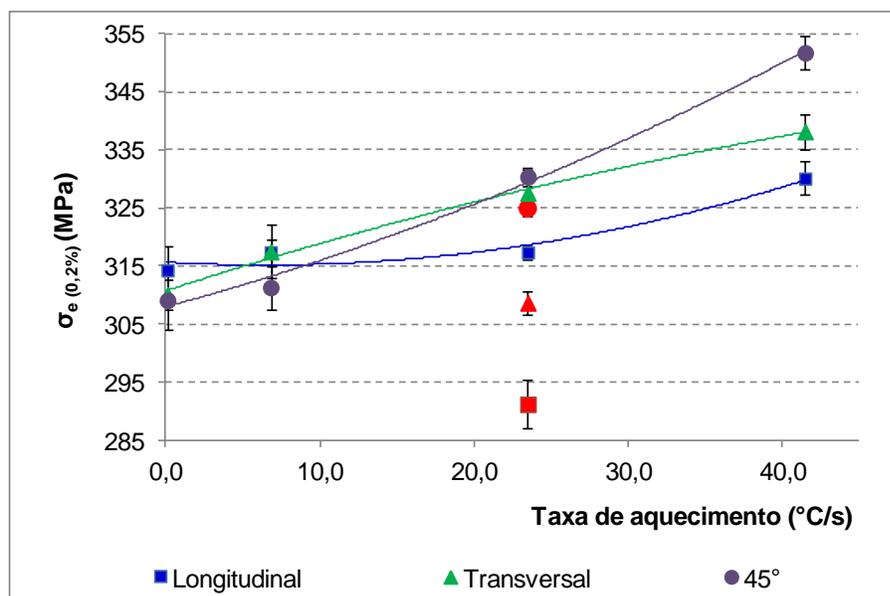


Figura 5.69: Relação do limite de escoamento com a taxa de aquecimento. Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.

Na figura 5.70, observa-se a influência da taxa de aquecimento no limite de resistência das amostras processadas até o encharque. Neste gráfico, os pontos na cor vermelha são referentes ao material processado industrialmente com taxa de aquecimento de 23°C/s.

Observa-se neste gráfico, que o limite de resistência apresentou uma tendência de aumento com o aumento da taxa de aquecimento. O maior limite de resistência foi obtido para o ensaio realizado na direção de 45° para a taxa de 41,5°C/s e o menor limite de resistência foi obtido no ensaio realizado na direção longitudinal para a taxa de 0,10°C/s, sendo estes de 502MPa e 459MPa. O maior valor de $\Delta\sigma_r$ (aumento do limite de resistência) ocorreu no intervalo de 23,5 para 41,5°C/s para a direção de 45°, e o menor no intervalo de 0,10°C/s para 6,8°C/s para a direção de longitudinal, sendo estes de 21,34MPa e 0,39MPa respectivamente. Comparando o resultado industrial com o

recozimento realizado no laboratório para a taxa de $23,5^{\circ}\text{C/s}$, observa-se que em todas as direções o limite de resistência da amostra recozida na planta industrial foi superior ao do laboratório. O maior $\Delta\sigma_r$ foi obtido para a direção longitudinal.

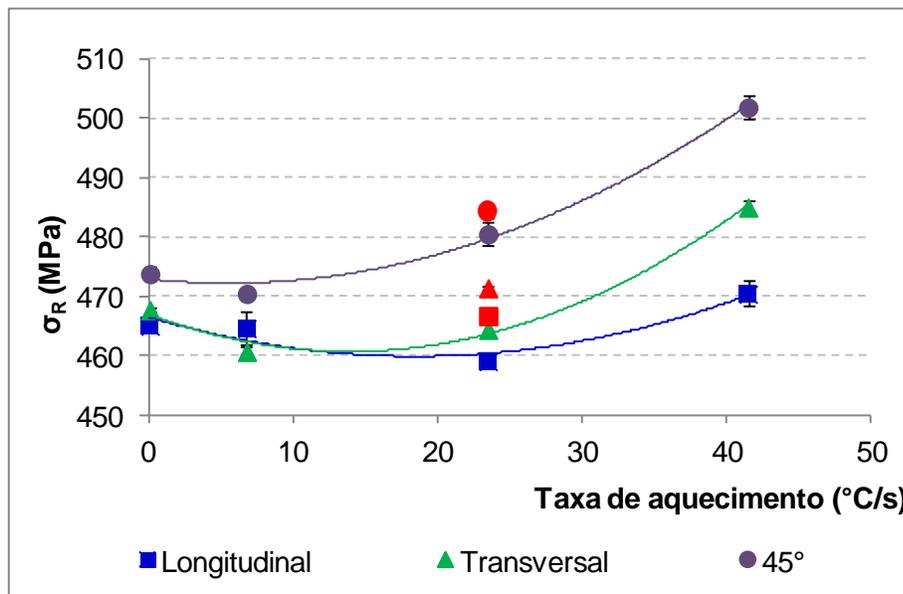


Figura 5.70:Relação do limite de resistência com a taxa de aquecimento. Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.

Na figura 5.71, observa-se a influência da taxa de aquecimento no alongamento total das amostras processadas até o encharque. Neste gráfico, o ponto na cor vermelha é referente ao material processado industrialmente com taxa de aquecimento de 23°C/s . A curva de ajuste dos pontos para cada direção está na cor dos referidos pontos.

A partir deste gráfico, nota-se que o alongamento total apresentou uma tendência de redução com o aumento da taxa de aquecimento. Dentre as taxas de aquecimento práticas em laboratório, a condição de recozimento com taxa de $0,10^{\circ}\text{C/s}$ proporcionou o maior alongamento nas três direções ensaiadas. Comparando o resultado industrial com o resultado produzido no laboratório, nota-se que o recozimento na planta industrial foi favorável para a ductilidade, sendo em todas as direções superior ao resultado de laboratório, com a maior ductilidade na direção de longitudinal.

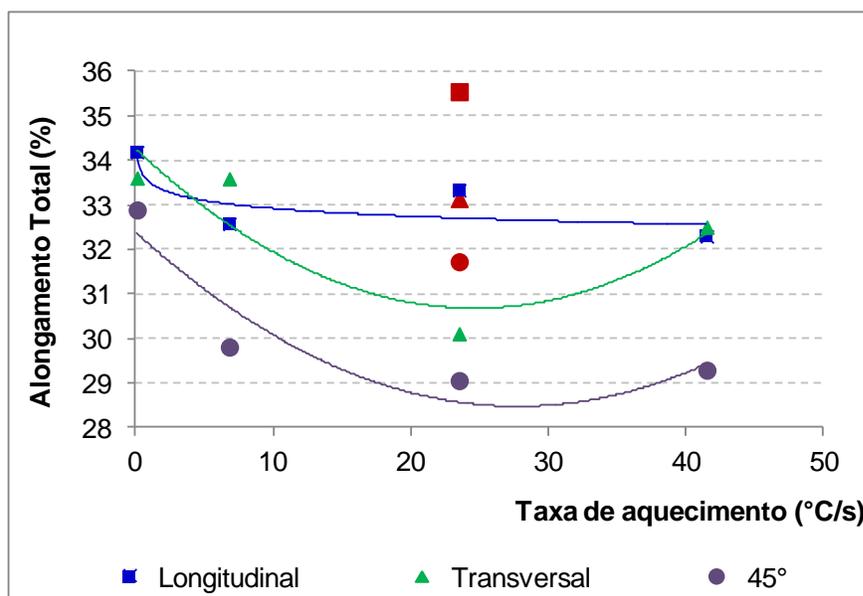


Figura 5.71: Relação do alongamento total com a taxa de aquecimento. Resultados do recozimento industrial na cor vermelha. O erro relativo máximo do alongamento foi de 10%.

O efeito da taxa de aquecimento no coeficiente de anisotropia normal médio pode ser observado na figura 5.72. Neste gráfico, o ponto na cor vermelha é referente ao material processado industrialmente com taxa de aquecimento de 23°C/s. Nota-se que o aumento da taxa de aquecimento proporcionou uma tendência de redução do coeficiente de anisotropia normal médio. O melhor resultado foi obtido para a taxa de 0,10°C/s e em contrapartida o pior para o recozimento realizado com taxa de 41,5°C/s. Comparando o resultado obtido na planta industrial com o resultado de laboratório, observa-se que o resultado industrial foi melhor que o do laboratório, sendo a diferença de 10%. De forma geral, o aumento da taxa de aquecimento reduziu o valor de \bar{R} .

Já o efeito no coeficiente de anisotropia planar, Δr , pode ser observado na figura 5.73. Nota-se que a menor valor de Δr foi obtido para o recozimento realizado com taxa de 41,5°C/s. Entretanto o recozimento com taxa de 0,10°C/s também apresentou valor muito baixo, bem próximo do menor valor. Comparando o resultado na planta industrial e o obtido em laboratório, nota-se que o da planta industrial foi inferior. Além disso, observa-se que todos os valores dos coeficientes de anisotropia planar são positivos o que indica uma maior facilidade para deformação na direção de laminação e à 90° da direção de

laminação. Ressalta-se que menores valores de Δr , acarretam uma menor tendência a formação de orelhas em operação de estampagem.

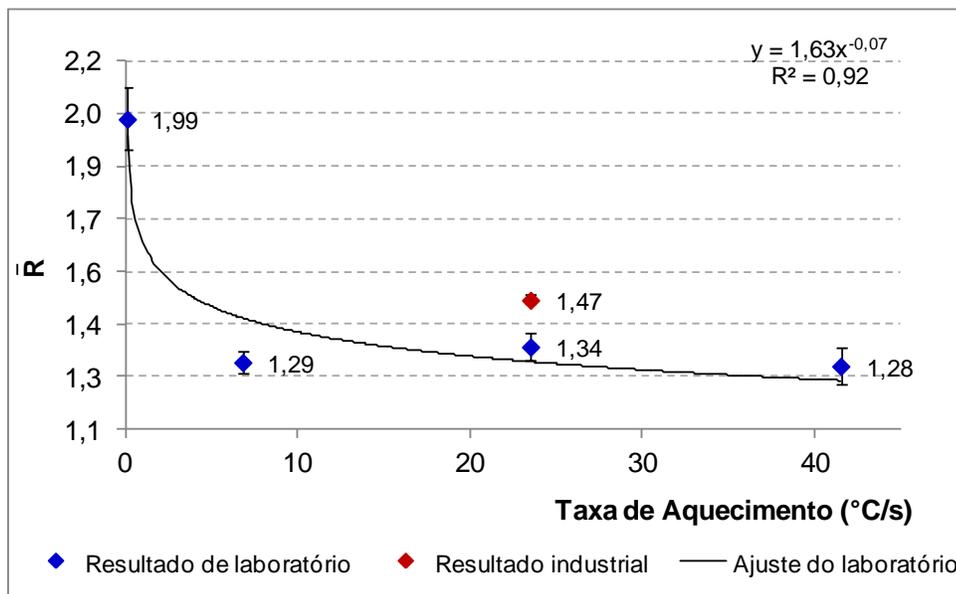


Figura 5.72: Efeito da taxa de aquecimento no coeficiente de anisotropia normal médio.

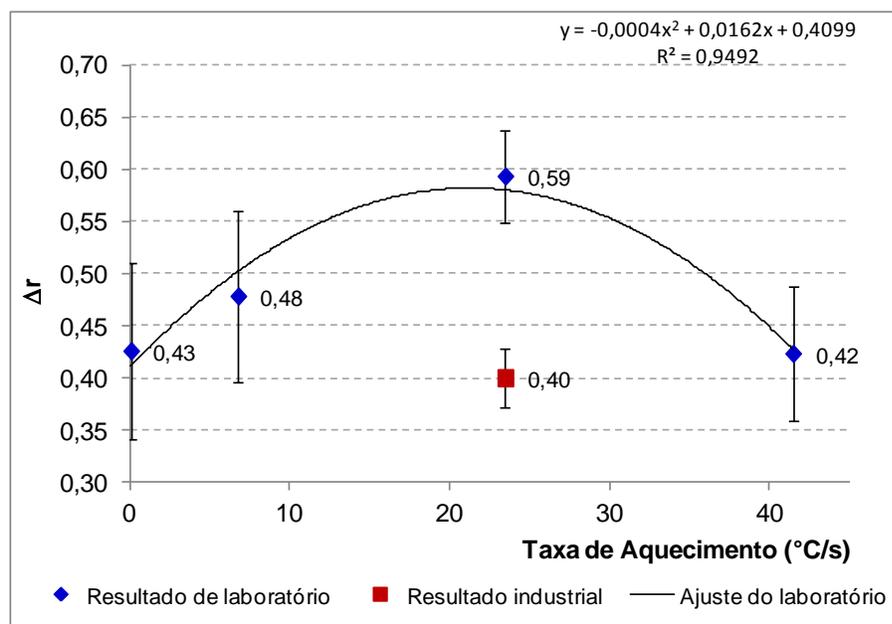


Figura 5.73: Efeito da taxa de aquecimento no coeficiente de anisotropia planar.

5.1.4 Dureza

A dureza foi determinada em todas as amostras, ciclo interrompido e ciclo completo de recozimento. A figura 5.74 apresenta o diagrama que relaciona a dureza, taxa de aquecimento e a condição da amostra.

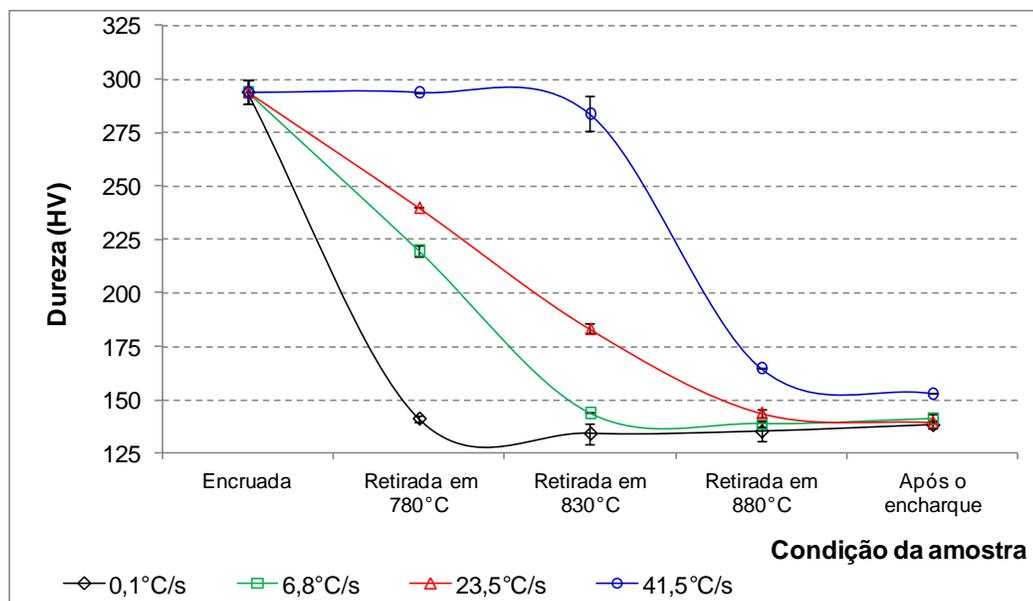


Figura 5.74: Influência da taxa de aquecimento na dureza de todas as amostras.

A dureza, assim como o limite de escoamento e o limite de resistência, é uma propriedade que pode ser utilizada para avaliar o grau de recristalização de um material. A partir deste diagrama e dos resultados microestruturais, observa-se que o aumento da taxa de aquecimento resultou em uma redução da fração recristalizada nas amostras retiradas na mesma temperatura. Esse fato indica que menos energia armazenada na deformação foi liberada para uma mesma temperatura com o aumento da taxa de aquecimento.

Nota-se também, que o aumento da taxa de aquecimento aumentou a temperatura de início da recristalização e que a dureza diminui à medida que aumenta a temperatura de interrupção do ciclo de recozimento. Observa-se maior queda da dureza no intervalo entre 830°C e 880°C da amostra recozida com taxa de aquecimento de 41,5°C. A dureza da amostra recozida industrialmente foi de 140HV. Comparando com a amostra recozida em

laboratório, os resultados foram bem próximos, não havendo uma diferença relevante entre as amostras.

5.1.5 Grau de estriamento

O resultado da análise visual do nível de estriamento das amostras recozidas com as diferentes taxas de aquecimento é apresentado na tabela 5.3 e na figura 5.75 é apresentado a aparência das estrias. De forma geral, o nível de estriamento em todas as amostras foi muito leve. Nota-se que as amostras recozidas com as taxas de aquecimento nos extremos apresentam o nível de estriamento mais suave, enquanto as amostras recozidas com as taxas de 6,8 e 23,5°C/s apresentam um nível de estriamento mais severo. Comparando o recozimento industrial e de laboratório para a taxa de 23,5°C/s, nota-se no recozimento industrial o nível foi mais suave. Vale lembrar que, o padrão de estrias varia desde 0 (isento de estrias visíveis a olho nu) a 3 (completamente estriado).

Tabela 5.3: Níveis de estrias determinados por análise visual em função da taxa de aquecimento.

Taxa de aquecimento (°C/s)	Nível de estrias
0,10	0,3
6,8	0,7
23,5	0,7
41,5	0,3
23,5*	0,3

*Amostra recozida na planta industrial.



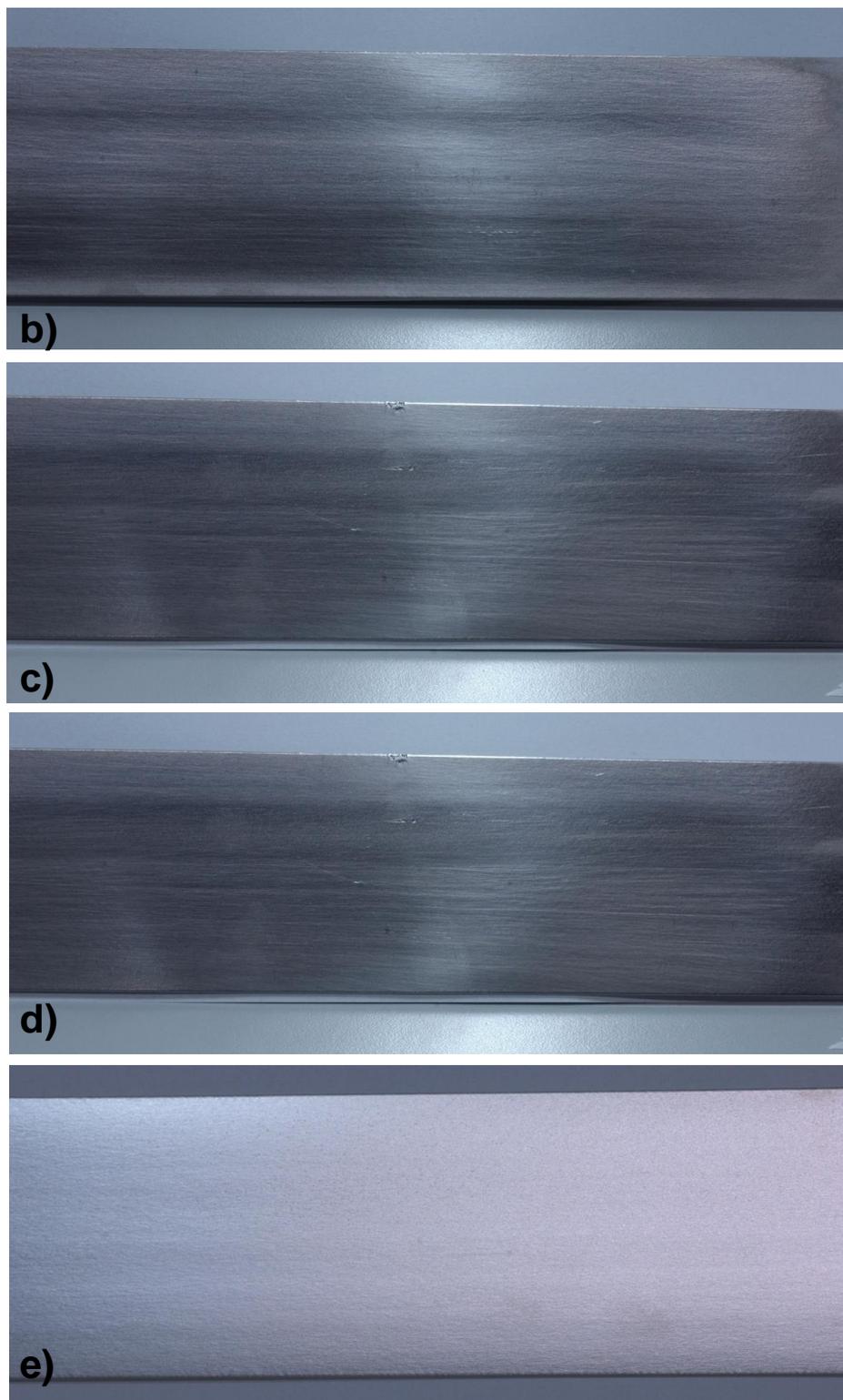


Figura 5.75: Aspecto das estrias nas amostras com 15% de deformação recozidas com taxa de: a) $0,10^{\circ}\text{C/s}$; b) $6,8^{\circ}\text{C/s}$; c) $23,5^{\circ}\text{C/s}$; d) $41,5^{\circ}\text{C/s}$; e) $23,5^{\circ}\text{C/s}$ (industrial).

5.2 Discussão

5.2.1 Bobina laminada a quente

O aço no estado laminado a quente apresentou gradiente na microestrutura e na textura ao longo da espessura, ambos são condizentes com a etapa do processo no qual foi retirada a amostra. O gradiente apresentado na microestrutura, diâmetro de grão, é decorrente da microestrutura formada após a solidificação do lingote e do processo termomecânico envolvido no processamento, laminação a quente e recozimento. Esse resultado está de acordo com os resultados citados por Raabe e Lücke^[16] e Moura^[19] para os aços inoxidáveis ferríticos estabilizado ao nióbio.

O gradiente de textura em relação à espessura foi caracterizado pela alta intensidade da fibra α na região central e alta intensidade de textura de cisalhamento próximo à superfície. Já a fibra γ apresentou baixa intensidade ao longo da espessura. Dentre as componentes da fibra α , a maior intensidade foi nas componentes $(001)[1\bar{1}0]$ e $(114)[1\bar{1}0]$. Huh e Engler^[20] sugeriram que alta intensidade da componente $(001)[1\bar{1}0]$ na bobina laminada a quente é proveniente da textura formada no lingote com alta intensidade de $\{001\}\langle uvw \rangle$. Conforme Raabe e Lücke^[16], a alta intensidade das componentes de cisalhamento Goss $(110)[001]$, Dillamore $(4\ 4\ \bar{1}\bar{1})[11\ 11\ 8]$, Latão $(110)[\bar{1}12]$ e Cobre $(112)[11\bar{1}]$, na subsuperfície (20% abaixo), são provenientes da forte deformação por cisalhamento, a qual é enfraquecida ao longo da espessura.

5.2.2 Bobina laminada a frio

A bobina laminada a frio apresentou nas três regiões analisadas (superfície, 20% abaixo da superfície e centro) alta intensidade da fibra α com alta intensidade nas componentes $(001)[1\bar{1}0]$, $(112)[1\bar{1}0]$ e $(114)[1\bar{1}0]$. Segundo Raabe e Lücke^[16] essa alta intensidade da fibra α é herdada da bobina laminada a quente e a maior intensidade na região central é devido a forte textura inicial. Ressalta-se que mesmo após 85% de redução a frio a componente $(001)[1\bar{1}0]$ apresentou alta intensidade, sugerindo que esta componente foi retida durante a laminação a frio, já que esta componente apresentou alta intensidade na bobina laminada a quente e principalmente na região central. Raabe e Lücke^[16] citaram

que o desenvolvimento da textura na laminação a frio é fortemente dependente da textura inicial da bobina laminada a quente.

A fibra γ foi fracamente desenvolvida em todas as regiões analisadas, em comparação com a fibra α . Nesta condição de encruada, era esperado que a fibra α fosse mais intensa que a fibra γ , pois segundo Ferreira e colaboradores ^[9] para reduções acima de 75% a fibra α é fortalecida ao longo de toda a espessura da tira, especialmente na região central.

Adicionalmente, com os resultados de EBSD de alta resolução, observou-se o efeito da orientação na energia armazenada durante a deformação. Segundo Humphreys ^[12] a energia armazenada varia em diferentes componentes de textura do material. No perfil de diferença de orientação do grão com orientação da fibra γ , altos valores de diferença de orientação ponto-a-ponto foram determinados e contornos de baixo ângulo claramente definidos. Em contrapartida, no grão pertencente à fibra α ocorreu a predominância de baixa diferença de orientação. Vale destacar, que algumas regiões com orientações pertencentes à fibra α apresentaram poucos contornos de baixo ângulo e algumas vezes nenhum contorno com $2^\circ < \Psi < 15^\circ$. Os seguimentos de alto ângulo observados no interior de alguns grãos da fibra γ podem ser importantes na etapa de recristalização, pois os contornos de alto ângulo possuem alta mobilidade e, deste modo favorecem a recristalização.

5.2.3 Efeito da taxa de aquecimento na microestrutura: recristalização e tamanho de grão recristalizado

O desenvolvimento da microestrutura dos aços inoxidáveis ferríticos foi afetado pelo aumento da taxa de aquecimento do recozimento final. Conforme Park e colaboradores ^[25] o aumento da taxa de aquecimento do recozimento final provoca uma redução da etapa de recuperação, etapa onde os subgrãos são formados e necessários para a recristalização. A recristalização consiste na formação e migração de contornos de alto ângulo; estes podem ser formados a partir da coalescência ou crescimento de subgrãos. Os subgrãos são formados na etapa da recuperação, na qual ocorre a eliminação de

defeitos pontuais, aniquilações de deslocações de sinais opostos e o rearranjo das deslocações em uma configuração de menor energia (poligonização).

O aumento da taxa de aquecimento aumentou a temperatura de início da recristalização, o que acarretou uma redução do tamanho de grão recristalizado conforme apresentado na tabela 5.1. Adicionalmente com os resultados de EBSD de alta resolução, observou-se que quanto maior a taxa de aquecimento, menor eram grãos recristalizados para a mesma temperatura de interrupção. Além disso, com o aumento da taxa de aquecimento menor era a fração recristalizada na matriz para a mesma temperatura de interrupção. Esse aumento da temperatura de início da recristalização com o aumento da taxa de aquecimento também foi observado por Lebrun e colaboradores ^[26] e Muljono e colaboradores ^[27].

Conforme Park e colaboradores ^[25], o tamanho de grão recristalizado é determinado pela taxa de nucleação e pela taxa de crescimento. Durante o processo de recozimento com alta taxa de aquecimento, menos recuperação ocorre quando comparado com o recozimento com baixa taxa de aquecimento, então mais energia é preservada na amostra até o início da recristalização. Alta energia armazenada aumenta mais a taxa de nucleação que a taxa de crescimento, resultando em uma redução do tamanho de grão. O decréscimo do diâmetro médio do grão recristalizado com o aumento da taxa de aquecimento do recozimento final para aços carbono foi relatado por Lebrun e colaboradores ^[26] e Muljono e colaboradores ^[27].

O efeito do tempo de recozimento na recristalização é previsto nas leis da recristalização, onde é estabelecido que: *“a temperatura em que a recristalização ocorre é tanto menor quanto maior o tempo de recozimento”* ^[12]. O processo de nucleação é um processo termicamente ativado e um longo tempo de recozimento aumenta o número de núcleos preferencialmente nas regiões com alta energia armazenada.

5.2.4 Efeito da taxa de aquecimento na textura

A taxa de aquecimento afetou o desenvolvimento da textura do material recozido com ciclo de recozimento completo, figura 5.76. Observa-se uma tendência de redução na fibra γ com aumento da taxa de aquecimento, com uma redução máxima de 12,4% com o aumento de 0,10 para 6,8°C/s. Observa-se que com o aumento da taxa de aquecimento ocorreu um leve aumento nas fibras Teta, η e ζ . Comparando o resultado de laboratório com o resultado industrial, nota-se que quase todas as fibras apresentaram a fração volumétrica superior, exceto a fibra ζ e η .

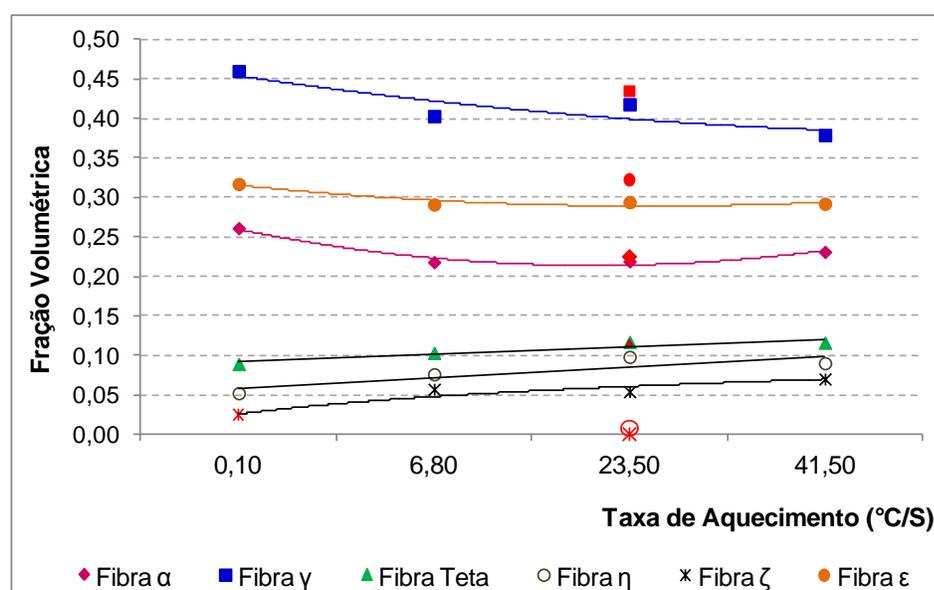


Figura 5.76: Efeito da taxa de aquecimento na fração volumétrica da fibras. Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.

A partir dos diagramas das fibras γ , α e ϵ da amostra recozida com ciclo completo, figuras 5.77, 5.78 e 5.79, respectivamente, pode-se observar o efeito da taxa de aquecimento nas componentes. O recozimento com a menor taxa de aquecimento, 0,10°C/s, favoreceu o desenvolvimento de todas as componentes da fibra γ , com intensidade máxima na componente $\{111\}\langle 1\bar{2}1\rangle$. Entretanto, o recozimento com alta taxa de aquecimento enfraqueceu a intensidade da fibra γ . Comparando o resultado de laboratório com o industrial, o recozimento industrial foi melhor para o desenvolvimento de algumas componentes da fibra.

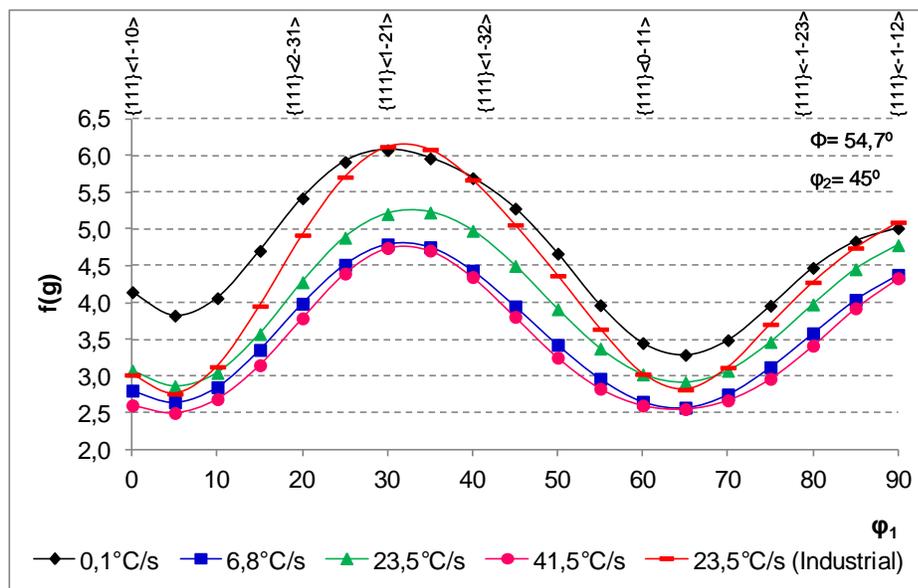


Figura 5.77: Influência da taxa de aquecimento na intensidade das componentes da fibra γ . Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.

Já no diagrama da fibra α , figura 5.78, observa-se alta intensidade na componente de interseção com a fibra γ e algumas componentes acima de $\phi=25^\circ$ até $\phi=60^\circ$, para a amostra recozida com menor taxa. Essas componentes da fibra α que apresentaram uma intensidade maior podem ter sido retidas do material deformado.

A baixa taxa de aquecimento favorece a etapa de recuperação, como as orientações da fibra α armazenam pouca energia na deformação, provavelmente estas regiões gastariam mais tempo para recristalizar ou poderiam ser consumidas na recristalização. De fato, observa-se nas amostras retiradas em 830°C e recozidas com taxa de $41,5^\circ\text{C/s}$, figuras 5.61, 5.62, 5.63, regiões que ainda não recristalizaram com orientações $(001)[1\bar{1}0]$ e $(112)[1\bar{1}0]$. Conforme Wei e colaboradores^[4], a taxa de recristalização é extremamente baixa nestas componentes devido à baixa energia armazenada, sendo o resultado observado condizente com a literatura. Comparando o resultado de laboratório com o industrial, observa-se a mesma tendência nas curvas, figura 5.78, e pouca diferença na intensidade de algumas componentes.

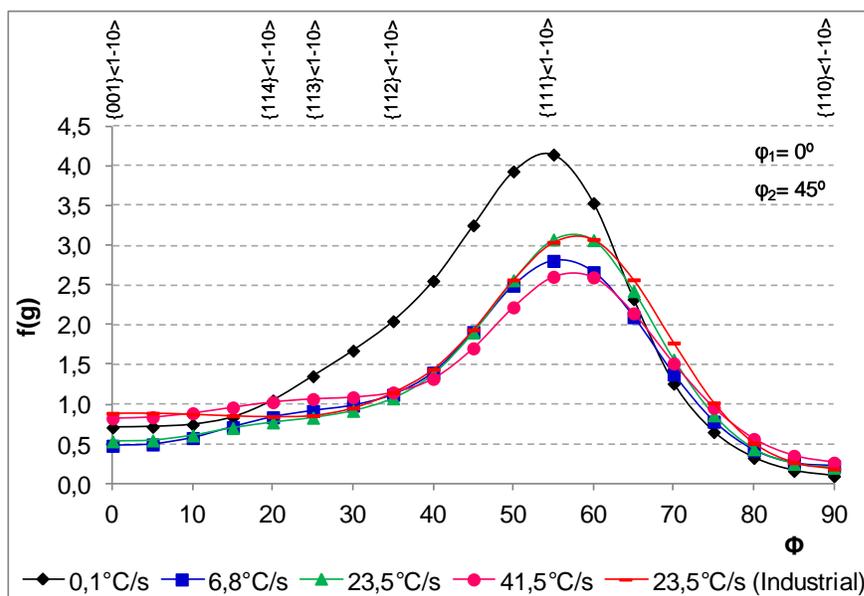


Figura 5.78: Influência da taxa de aquecimento na intensidade das componentes da fibra α . Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.

A partir da fibra ϵ , figura 5.79, pode-se observar o efeito da taxa de aquecimento na componente da fibra γ , $\{111\}\langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$, e nas componentes de cisalhamento Goss $\{110\}\langle 001 \rangle$, Cobre $\{112\}\langle 11\bar{1} \rangle$ e Dillamore $\{4\ 4\ \bar{1}\bar{1}\}\langle 11\ 11\ 8 \rangle$. Observa-se que a redução da taxa de aquecimento aumentou levemente a intensidade da componente da fibra γ e também de forma mais pronunciada nas componentes deslocadas com $\{554\}\langle \bar{2}\bar{2}5 \rangle$ e $\{11\ 11\ 9\}\langle \bar{9}\bar{9}22 \rangle$; também favoreceu um leve aumento na intensidade da componente Goss e na componente $\{001\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$. Comparando o resultado de laboratório com o industrial, o recozimento industrial foi melhor para o desenvolvimento da componente $\{554\}\langle \bar{2}\bar{2}5 \rangle$.

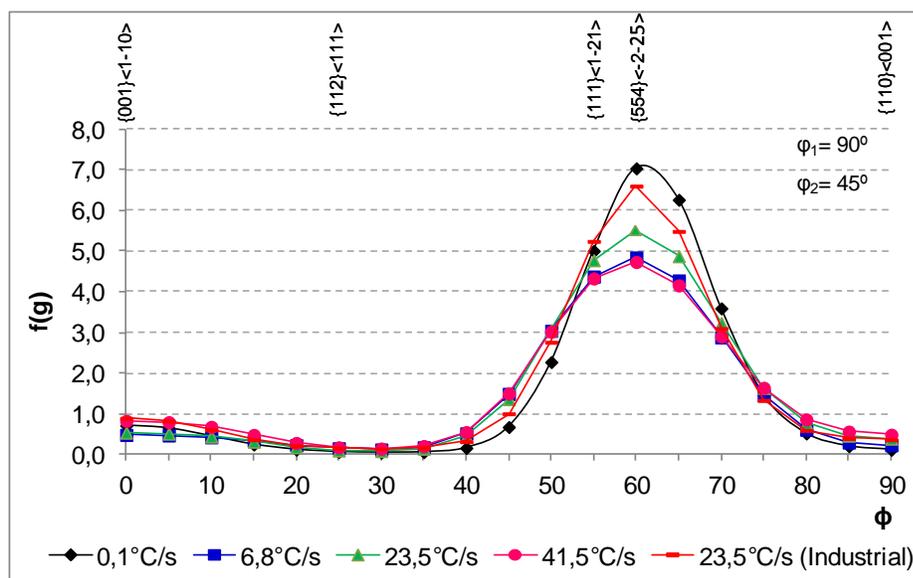


Figura 5.79: Mudanças na fibra ϵ com a taxa de aquecimento nas amostras recozidas com ciclo de recozimento completo. Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.

Park e colaboradores^[25] relataram o mesmo efeito da taxa de aquecimento na fibra γ na componente de Goss para aços elétricos de grão não orientado. Segundo os autores a componente $\{111\}\langle 1\bar{2}1\rangle$ é mais forte durante todo o processo de recristalização que qualquer outra componente. Contudo, desde que baixa taxa de aquecimento é associada com mais recuperação que alta taxa de aquecimento, a diferença na energia residual em varias componentes de textura pode ser reduzida antes da recristalização começar. Então os núcleos de orientação $\{111\}\langle 112\rangle$ são mais dominantes no estágio inicial da recristalização, estes crescem consumindo a matriz deformada. Neste caso, os núcleos de Goss têm as menores chances de crescerem. Em contrapartida, Muljono e colaboradores^[27] relataram que o aumento da taxa de aquecimento até 200°C/s aumenta a intensidade da fibra γ , tornando a intensidade constante a partir desta taxa. Neste estudo o aço utilizado era baixo carbono (0,02 e 0,05%C) e ultra baixo carbono (0,003%C), com 70% de redução a frio. Além disso, Park e colaboradores^[25] relataram que o efeito da taxa de aquecimento na textura de recristalização dos aços atualmente não está completamente entendido e explicado.

Observa-se a partir das ODFs, figuras 5.23e, 5.28e, 5.41e e 5.50e, que o aumento da taxa de aquecimento aumentou a fração de grãos com orientação aleatória. Segundo

Senuma e colaboradores^[36], se um material é aquecido rapidamente e levado até a uma temperatura elevada, cada grão está apto a gerar vários núcleos e o efeito da força motriz para a recristalização que difere de grão para grão, dependendo na orientação do cristal, é reduzido. De modo que, o aumento da taxa de aquecimento faz com que a orientação cristalográfica após a recristalização torne-se aleatória. Essa mesma tendência também foi observada por Vitkin e colaboradores^[28] para aços carbono.

A partir dos resultados de EBSD de alta resolução, observou-se que os grãos com orientações pertencentes à fibra α apresentaram pouco ou nenhum contorno de baixo ângulo no estado deformado a frio. Após a interrupção no ciclo de recozimento na temperatura de 780°C, notou-se que a maioria dos grãos de α não apresentaram mudanças significativas. Entretanto, isso é um reflexo da quantidade de energia armazenada durante a deformação. Estes grãos com baixa energia armazenada demoraram mais tempo para recristalizar. Já os grãos com orientações pertencentes à fibra γ apresentaram alta densidade de contornos de baixo ângulo e também muitos segmentos de alto ângulo, portanto alta energia armazenada. Por este motivo, os grãos pertencentes à fibra γ apresentaram nos contornos ou nos interiores maior intensidade de recristalização.

Dentre os grãos recristalizados, observou-se que os grãos com orientações pertencentes à fibra γ foram mais frequentes que os grãos com orientações pertencentes à fibra α e a Teta. Hutchinson^[22] relatou o progresso da nucleação dos vários tipos de novos grãos para os aços com considerações sobre energia armazenada, figura 3.10. Neste gráfico os grãos com orientações pertencentes à fibra γ apresentam uma taxa de nucleação superior aos grãos com as demais orientações. Os resultados experimentais apresentaram uma excelente concordância com o que foi relatado por Hutchinson^[22].

5.2.5 Efeito da taxa de aquecimento nas propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas foram afetadas diretamente com o aumento da taxa de aquecimento, conforme apresentado nas figuras, 5.69, 5.70 e 5.71. De forma geral, observa-se nas figuras que houve um aumento do limite de escoamento, aumento no

limite de resistência e uma tendência de redução na ductilidade do aço com o aumento da taxa de aquecimento. O maior aumento em σ_e e σ_R ocorreu no mesmo intervalo da maior redução do tamanho de grão, da taxa de 23,5°C/s para a taxa de 41,5°C/s. Estes resultados são reflexos da redução do tamanho de grão recristalizado, d , com o aumento da taxa de aquecimento. A figura 5.80 apresenta a relação do limite de escoamento com $d^{-1/2}$. Nota-se que a variação de σ_e com d obedece a equação de Hall-Petch [37].

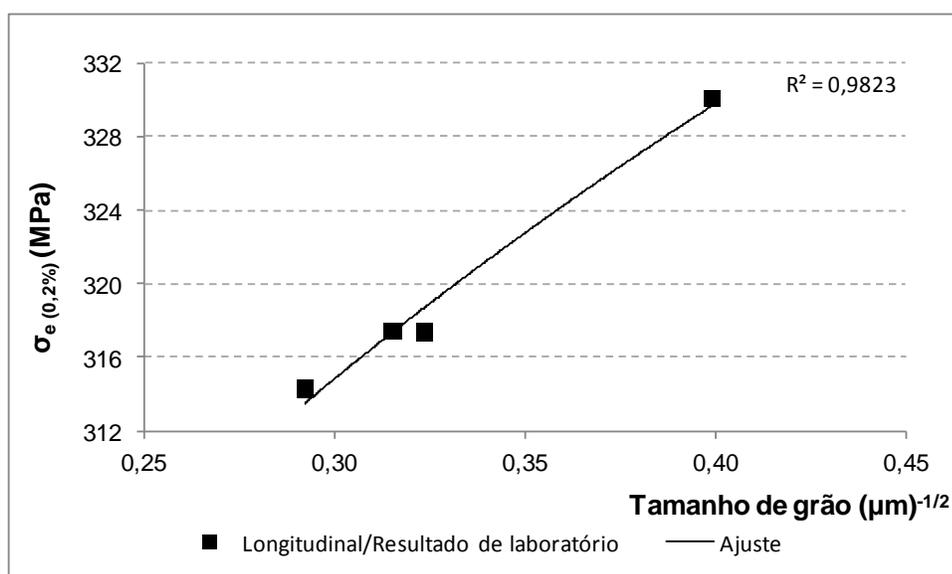


Figura 5.80: Relação do tamanho de grão recristalizado com o limite de escoamento.

5.2.6 Efeito no coeficiente de anisotropia

A variação da taxa de aquecimento influenciou diretamente o coeficiente de anisotropia normal médio e o coeficiente de anisotropia planar, figura 5.72 e 5.73. Relatos na literatura indicam que o coeficiente de anisotropia normal é estreitamente relacionado com a fibra γ [20]. A relação do coeficiente de anisotropia normal médio e a razão entre a fibra γ e a fibra Teta é apresentada na figura 5.81. Observa-se que, o alto coeficiente ($\bar{R} = 1,99$) foi obtido para maior razão entre a fibra γ e a fibra Teta.

Conforme Huh e Angler [20] a anisotropia plástica de chapas de aços é governada pela textura cristalográfica e um aumento na fração da fibra γ implica em um aumento no coeficiente de anisotropia normal médio e por consequência uma melhora na

formabilidade. Wei e colaboradores^[4] relatam que os planos {001} paralelos ao plano da chapa são desfavoráveis para a formabilidade e que a fibra γ tem alto coeficiente de anisotropia normal médio. Hutchinson^[22] citou a relação da razão entre a fibra γ e a fibra Teta com o valor de \bar{r} , figura 3.20, onde um aumento da razão entre as fibras provoca um aumento no valor de \bar{r} . Nota-se que os resultados deste trabalho apresentaram uma excelente concordância com o que foi citado por Hutchinson^[22]. Comparando o resultado de laboratório com o da planta industrial, nota-se que o resultado industrial foi mais favorável para o coeficiente de anisotropia normal, pois apresentou uma fração maior da fibra γ e menor da fibra Teta, conseqüentemente maior razão Gama/Teta.

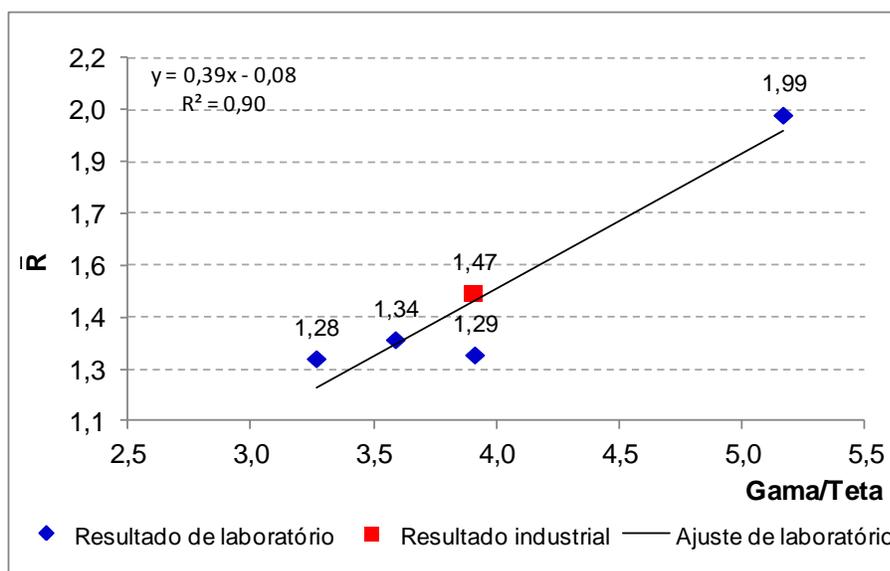


Figura 5.81: Relação da razão da fibra Gama e a fibra Teta com o coeficiente de anisotropia normal médio. Resultados do recozimento industrial na cor vermelha.

A variação dos valores de r nas diferentes direções, pode ter sido ocasionada por uma distribuição heterogênea de grãos pertencentes à fibra γ e a fibra Teta no plano da chapa. Conforme Murari^[38] um baixo valor de Δr está associado à uma alta isotropia planar obtida quando os planos que são favoráveis à estampabilidade se distribuem aleatoriamente no plano da chapa.

5.2.7 Efeito da taxa de aquecimento no grau de estriamento

Em todas as amostras o nível de estriamento foi muito baixo. Esse baixo nível de estriamento é um reflexo da condição atual de produção do aço inoxidável ferrítico AISI 430 estabilizado ao nióbio, utilizando agitador eletromagnético no lingotamento contínuo e um processo otimizado de laminação a quente e de recozimento da bobina laminada a quente que possibilitam maior recristalização. Por isto, não foi possível observar o efeito da taxa de aquecimento no nível de estriamento.

5.2.8 Comparativo entre o resultado de laboratório e o industrial

Comparando o resultado de laboratório com o resultado industrial, observa-se que houve uma diferença nas propriedades mecânicas medidas via ensaio de tração e na textura cristalográfica. Essa diferença no resultado pode ter sido ocasionada pela posição de retirada da amostra. A amostra retirada após a laminação a frio foi extraída da ponta da bobina e a amostra laminada a frio e recozida industrialmente foi extraída do meio da bobina. De forma geral, segundo comunicação pessoal fornecida pela Aperam, a recristalização da bobina laminada a quente na região central é mais eficiente do que nas pontas, o que ocasiona essa ligeira heterogeneidade nos resultados observados.

CAPÍTULO 6: CONCLUSÕES

Diante dos resultados obtidos e da análise realizada, conclui-se que:

- A variação da taxa de aquecimento do recozimento final afetou o desenvolvimento da microestrutura do aço inoxidável ferrítico. O aumento da taxa de aquecimento reduziu o tamanho de grão recristalizado final, com uma maior redução no intervalo entre as taxas de 23,5°C/s e 41,5°C/s.
- O processo de recristalização do aço inoxidável ferrítico foi afetado diretamente pela variação da taxa de aquecimento do recozimento final. Com o aumento da taxa de aquecimento, ocorreu a redução da fração recristalizada para as amostras retiradas na mesma temperatura de interrupção, o que significa um aumento na temperatura de início da recristalização. Ocorreu o aumento da fração recristalizada com o aumento da temperatura de interrupção para a mesma taxa de aquecimento.
- O aumento da taxa de aquecimento diminuiu a intensidade da fibra γ , aumentou a fração de grãos com orientação aleatória e aumentou levemente a intensidade da fibra Teta. A maior fração volumétrica da fibra γ foi obtida para o recozimento realizado com a menor taxa de aquecimento, 0,10°C/s.
- As propriedades mecânicas também foram afetadas pelo aumento da taxa de aquecimento do recozimento final. O aumento da taxa de aquecimento proporcionou um aumento do limite de escoamento, do limite de resistência e uma tendência de redução da ductilidade, devido à redução do tamanho de grão.
- O coeficiente de anisotropia normal médio foi afetado diretamente pelo aumento da taxa de aquecimento, sendo este relacionado com a fibra γ . O aumento da taxa de aquecimento resultou na redução do coeficiente de anisotropia normal médio. O coeficiente de anisotropia normal médio mais alto foi obtido para a maior relação Gama/Teta, sendo este de 1,99.

- Devido ao baixo nível de estriamento apresentado em todas as amostras não foi possível evidenciar o efeito da taxa de aquecimento neste defeito superficial.
- A melhor taxa de aquecimento para aplicações que exigem boa conformabilidade, alto valor de \bar{R} , é a taxa de $0,10^{\circ}\text{C/s}$, pois esta condição de recozimento favorece o desenvolvimento da fibra γ , que favorece altos valores de \bar{R} . Já para aplicações de alta resistência, a alta taxa de aquecimento é ideal, pois produz uma redução do tamanho de grão recristalizado e conseqüentemente o aumento do limite de escoamento. Além disso, uma microestrutura refinada produz uma superfície com melhor acabamento e certamente com a menor necessidade de polimento posterior.

CAPÍTULO 7: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Avaliar o efeito da taxa de aquecimento do recozimento final na microestrutura, textura e propriedades mecânicas utilizando taxas de aquecimento superiores e inferiores a deste projeto. O objetivo é avaliar se a tendência será reproduzida. Além disso, investigar até que temperatura a taxa de aquecimento afeta o desenvolvimento da microestrutura e textura de recristalização.

Estudar o efeito da taxa de aquecimento na nucleação dos novos grãos em torno dos precipitados dos aços inoxidável ferríticos.

Realizar um estudo comparativo do efeito da taxa de aquecimento do recozimento final em aços de diferentes níveis de estriamento.

Estudar o efeito de diferentes graus de redução e da taxa de aquecimento do recozimento final na microestrutura, textura e propriedades mecânicas.

CAPÍTULO 8: REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. LO, K. H.; SHEK, C. H.; LAI, J. K. L. Recent developments in stainless steels. **Materials Science and Engineering R** , v. 65, p. 39-104, 2009.
2. DAVIS, J. R. **Stainless steels, ASM Specialty Handbook**: ASM International, 1996. 576 p.
3. CÂNDIDO, F. S. **Origens do estriamento de estampagem dos aços inoxidáveis ferríticos tipo AISI 430**. Rio de Janeiro : Instituto Militar de Engenharia, 2003. p.171 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais).
4. WEI, D.; LAI-ZHU, J.; QUAN-SHE, S.; ZHEN-YU, L.; XIN, Z. Microstructure, Texture, and Formability of Nb+Ti Stabilized High Purity Ferritic Stainless Steel. **Journal of Iron and Steel Research, International**, v. 17, n. 6, p. 47-52, 2010.
5. SIQUEIRA, R. P.; SANDIM, H. R. Z.; OLIVEIRA, T. R. Texture evolution in Nb-containing ferritic stainless steels during secondary recrystallization. **Materials Science and Engineering A** , v. 497, p. 216-223, 2008.
6. XIANG-MI, Y.; ZHOU-HUA, J.; HUA-BING, L. Ultra-Pure Ferritic Stainless Steels-Grade Refining Operation and Application. **Journal of Iron and Steel Research, International**, v. 14, n.4, p. 24s-30s, 2007.
7. YAN, H. et al. Microstructure and texture of Nb+Ti stabilized ferritic stainless steel. **Materials Characterization**, v. 59, p. 1741-1746, 2008.
8. YAN, H. et al. Precipitation and mechanical properties of Nb-modified ferritic stainless steel during isothermal aging. **Materials Characterization**, v. 60, p. 204-209, 2009.
9. FERREIRA FILHO, A. et al. Evolução da textura cristalográfica de chapas de aço inoxidável ferrítico do tipo AISI 430 durante laminação a frio, recozimento e estampagem. **Metalurgia e Materiais**, Ouro Preto, v. 61, n. 2, p. 151-158, 2008.
10. YAZAWA, Y. et al. Development of ferritic stainless steel sheets with excellent deep drawability by 111 recrystallization texture control. **Society of Automotive Engineers of Japan**, v. 24, 2003.
11. PADILHA, A. F.; SICILIANO JR, F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. 3.ed. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais , 2005. 232 p.

12. HUMPHREYS, F.F.; HATHERLY, M. **Recrystallization and related annealing phenomena**. 2.ed. ed. Kidlington: Elsevier, 2004. 574 p.
13. SANDIM, H. R. Z. Heterogeneidades de deformação: uma visão microscópica. In: TSCHIPTSCHIN, A. P. **Textura e Relações de Orientação**. São Paulo: IPEN, 2003. Cap. 2, p. 20-31.
14. DOHERTY, R. D. et al. Current issues in recrystallization: a review. **Materials Science and Engineering A**, v. 238, p. 219-274, 1997.
15. SIQUEIRA, R. P. **Efeitos de orientação na recristalização do aço inoxidável ferrítico AISI 430 com grãos grosseiros e estabilizado ao nióbio**. Lorena, 2010. 168 p.
16. RAABE, D.; LÜCKE, K. Texture of ferritic stainless steels. **Materials Science and Technology**, v. 9, p. 302-312, 1993.
17. PARK, S. et al. Evolution of microstructure and texture associated with ridging in ferritic stainless steels. **ISIJ International**, v. 42, p. 100-105, 2002.
18. SIQUEIRA, R. P. et al. Recristalização do aço AISI 430 com estrutura colunar de grãos. **Rem: Rev. Esc. Minas**, Ouro Preto, v. 60(1), p. 117-122, 2007.
19. MOURA, A. N. **Influência da temperatura de recozimento na recristalização e na evolução da textura dos aços inoxidáveis ferríticos AISI 430**. Coronel Fabriciano, 2011. 87 p. Trabalho de Conclusão de Curso.
20. HUH, M. Y.; ENGLER, O. Effect of intermediate annealing on texture, formability and ridging of 17%Cr ferritic stainless steel sheet. **Materials Science and Engineering A308**, p. 74–87, 2001.
21. LIU, H.; LIU, Z.; WANG, G. Texture development and formability of strip cast 17% Cr ferritic Stainless Steel. **ISIJ International**, v. 49, p. 890-896, 2009.
22. HUTCHINSON, W. B. Development and control of annealing textures in low-carbon steels. **International Metals Reviews**, v. 29, p. 25-41, 1984.
23. FEI GAO, Z. L. H. L. G. W. Texture evolution and formability under different hot rolling conditions in ultra purified 17% Cr ferritic stainless steels. **Materials Characterization**, p. 1-14, 2012.
24. SALVATORI, I.; MOORE, W. B. R. Ultra Rapid Annealing of Cold Rolled Stainless Steels. **ISIJ International**, v. 40, p. S179-S183, 2000.

25. PARK, J. T.; SZPUNAR, J. A.; CHA, S. Y. Effect of heating rate on the development of annealing texture in nonoriented electrical steels. **ISIJ International**, v. 43, n. 10, p. 1611-1614, 2003.
26. LEBRUN, J. L.; MAEDER, G.; PARNIERE, P. Analysis of the influence of the heating rate on the recrystallization of Low Carbon Steel Sheets. **6th International Conference on Textures of Materials (ICOTOM)**, p. 787-796, 1981.
27. MULJONO, D.; FERRY, M.; DUNNE, D. P. Influence of heating rate on anisothermal recrystallization in low and ultra-low carbon steels. **Materials Science and Engineering**, p. 90-91, 2001.
28. VITKIN, A. I.; GUSEVA, S. S.; SOKOLOVA, Z. I. V. G. M. Effect of heating rate on the recrystallization texture of low-carbon steel 08 kp. **Dnepropetrovsh Metallurgical Institute**, n. 4, p. 63-67, 1972.
29. SHIN, H. J. et al. The effect of texture on ridging of ferritic stainless steel. **Acta Materialia**, v. 51, p. 4693-4706, 2003.
30. OLIVEIRA, T. R. et al. Estrias nos aços ferríticos – I0048. **Relatório Técnico ArcelorMittal – RT10 - 542 / 2006**, Timóteo, p. 34, 2006.
31. WU, P. D. et al. Analysis of ridging in ferritic stainless steels sheet. **Materials Science and Engineering A423**, p. 300-305, 2006.
32. SINCLAIR, C. W.; CHASSAGNE, F. **A re-examination of potential models for roping of ferritic stainless steel**. Department of Metals and Materials Engineering, University of British Columbia. 2002.
33. MIYAMOTO, H.; XIAO, T.; UENOYA, T.; HATANO, M. Effect of simple shear deformation prior to cold rolling on texture and ridging of 16% ferritic stainless steel sheets. **ISIJ International**, v. 50, p. 1653-1659, 2010.
34. SOUZA, S. A. **Ensaio mecânicos de materiais metálicos**: fundamentos teóricos e práticos. 5. ed., E. Blucher, 1995. 285 p.
35. WEI, D. et al. Effect of hot band annealing processes on microstructure texture and r-value of ferritic stainless steel. **Journal of Iron and Steel Research, International**, v. 17, p. 58-62, 2010.
36. SENUMA, T.; KAWASAKI, K.; TAKEMOTO, Y. Recrystallization behavior and texture formation of rapidly annealed cold-rolled extralow carbon steel sheets. **Materials**

Transactions, v. 47, p. 1769-1775, 2006.

37. DIETER, G. E. Mechanical metallurgy, London, p. 751p, 1986.

38. MURARI, F. D. **Influência do processamento na laminação a frio no coeficiente de anisotropia normal de aços inoxidáveis ferríticos AISI 430**. Belo Horizonte : Escola de Engenharia da UFMG, 2000. 113 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).