



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE
MATERIAIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
MATERIAIS

JOÃO RODRIGUES DE BARROS NETO

EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA E DA TEXTURA
CRISTALOGRÁFICA DURANTE A ETAPA DE AQUECIMENTO DO
RECOZIMENTO DE UM AÇO IF

FORTALEZA

2013

JOÃO RODRIGUES DE BARROS NETO

**EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA E DA TEXTURA
CRISTALOGRÁFICA DURANTE A ETAPA DE AQUECIMENTO DO
RECOZIMENTO DE UM AÇO IF**

**Dissertação de Mestrado
apresentada ao programa de
Pós-Graduação em Engenharia
e Ciência de Materiais da
Universidade Federal do Ceará,
como requisito para a obtenção
do Título de Mestre em
Engenharia e Ciência de
Materiais. Área de Contracção:
Processos de Transformação e
Degradação dos Materiais.**

**Orientador: Prof. Hamilton
Ferreira Gomes de Abreu**

FORTALEZA

2013

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Biblioteca de Pós-Graduação em Engenharia - BPGE

B28e

Barros Neto, João Rodrigues de.

Evolução da microestrutura e da textura cristalográfica durante a etapa de aquecimento do recozimento de um aço IF / João Rodrigues de Barros Neto. – 2013.

88 f. : il. color. , enc. ; 30 cm.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza, 2013.

Área de Concentração: Processos de Transformação e Degradação dos Materiais.

Orientação: Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu.

1. Ciência dos materiais. 2. Conformação do metal. 3. Metais - Caracterização. I. Título.



Universidade Federal do Ceará

Centro de Tecnologia

Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais

PARECER DA COMISSÃO DE DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

JOÃO RODRIGUES DE BARROS NETO


**Evolução da microestrutura e da textura cristalográfica durante a etapa
de aquecimento do recozimento de um aço IF**

A Comissão de Dissertação de Mestrado composta pelos professores Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, Presidente e Orientador, da Universidade Federal do Ceará; Francisco Nélcio Costa Freitas, do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará e Sérgio Souto Maior Tavares, da Universidade Federal Fluminense, considera o candidato:

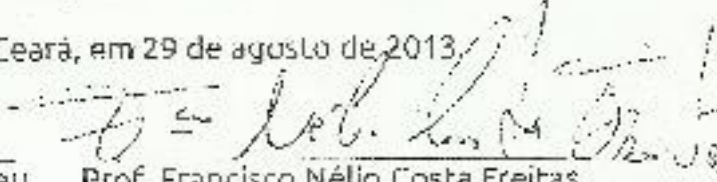
☒ **APROVADO**

☐ **NÃO APROVADO**

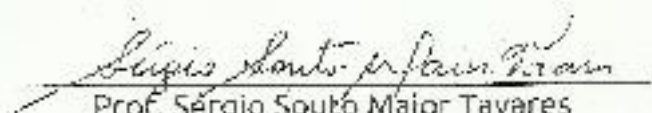
Secretaria do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de
Materiais da Universidade Federal do Ceará, em 29 de agosto de 2013.


Prof. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu

Presidente e Orientador


Prof. Francisco Nélcio Costa Freitas

Membro


Prof. Sérgio Souto Maior Tavares

Membro

A minha Mãe
Aos meus irmãos

AGRADECIMENTOS

À CAPES e o CNPq, pelo apoio financeiro com a manutenção da bolsa de auxílio.

Ao Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, pela excelente orientação.

Aos professores participantes da Banca examinadora Francisco Nélio Costa Freitas e Sérgio Souto Maior Tavares pelo tempo, pelas valiosas colaborações e sugestões.

Aos meus amigos adquiridos durante o tempo de graduação e mestrado, Frank Webston, Thiago Ferreira, Victor Torquato, Ronald Alexandre, Francisco Edval (Zeba), Marcio Lobo, Hélio, Mozart, Emanuel, Luis Mourão e Nathanael Wagner pela amizade e por se tornarem pessoas nas quais posso contar a qualquer momento.

Aos amigos do LACAM, Daniel, Jorge, Diego, Henrique, Isaac e Jean e demais pela amizade e proporcionando um ambiente divertido e agradável para execução deste trabalho.

Aos amigos Arlecio, Newdmar, Artur Icaro, Jardelson, Rafael Lima, Franklin, Anderson, Anderson (cunhado), Erivaldo (Valdim), Roney, Rodrigo entre outros pela amizade e companheirismo além dos momentos felizes e difíceis que passamos juntos.

Aos amigos do SENAI, Ítalo Rossi, Rosendo, Danilo, Jean, Rafael Guarda, Francisco José (Franzé), Angélica, Isaac, Winston, Weber, Fabiana, Andreia, Thomas, Carlos Sergio, Bruno, Roberta, Ana Paula, Fernando, Lia, João Neto pela amizade e companheirismo durante todo esse tempo.

Aos amigos (as) Silvia Kelen, Rosane, Priscilla Carneiro e Tarcisio Bastos por permitir a flexibilidade de horário, na qual possibilitou a realização deste sonho.

Ao amigo Estayne Ribeiro pela ajuda e contribuição na preparação de amostras e aquisição de dados, sendo fundamental para conclusão deste trabalho.

Ao amigo Francisco Gilberto pela amizade e ajuda na aquisição de dados sendo fundamentais na conclusão deste trabalho.

Ao amigo Luis Flávio pela amizade e ajuda na realização dos ensaios de tração.

Ao amigo Flávio Herculano pela ajuda e atenção dados nas realizações das medidas de EBSD.

Aos professores do programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências dos Materiais pelos ensinamentos transmitidos durante os período do curso.

Aos meu irmãos, Luiz Rodrigues, José Airton, Maria Denise e Francisco das Chagas e principalmente a minha mãe, Maria Dedicia, por ser o grande pilar que sustenta toda essa família.

Aos meus avós, Josefa Rodrigues, João Rodrigues, José Rodrigues e Júlia Rodrigues, por me proporcionar educação e ensinamentos que forjaram o homem que me tornei.

À minha noiva, Joana Pinheiro, pela amizade, apoio, companheirismo e principalmente, incentivo para a execução deste trabalho e na revisão ortográfica deste trabalho.

RESUMO

Os aços IF (*Interstitial Free*) foram desenvolvidos nos anos 70 objetivando obter materiais de boa conformabilidade e boa resistência mecânica para aplicação na indústria automobilística. A textura cristalográfica após o processo de recozimento das chapas de aço IF tem papel determinante na boa conformabilidade destes aços. Neste trabalho são estudadas as evoluções da microestrutura e da textura cristalográfica de um aço IF estabilizado ao titânio (Ti) durante a etapa de aquecimento no recozimento. As amostras analisadas foram laminadas à quente, laminadas a frio (75% de redução na espessura) e recozidas, respectivamente. Durante a etapa de aquecimento no recozimento foram retiradas amostras nas temperaturas de 730, 740, 750, 760, 770, 780, 790, 800, 810, 820 °C para análise. Foi avaliada a evolução da microestrutura de cada uma das amostras retiradas do forno por microscopia ótica. A avaliação da evolução da textura foi feita utilizando as técnicas de difração de raios-X e EBSD (Electron Back Scatter Diffraction). Os resultados mostraram a evolução da recristalização dos grãos e o tamanho de grão na microestrutura com o aumento da temperatura. A evolução da textura mostrou que em temperaturas mais baixas observa-se a presença mais intensa das fibras DL e da componente Cubo do que a fibra DN. Com a elevação da temperatura ocorre a eliminação da componente Cubo e da fibra DL aumentando a intensidade da fibra DN, mas com aparecimento de direções (componentes) preferenciais. A técnica de EBSD confirmou este comportamento e permitiu observar a evolução da textura e da recristalização com a temperatura.

Palavra-Chave: Aço IF, Microestrutura e Textura Cristalográfica.

ABSTRACT

The Interstitial Free (IF) steels were developed in the 70s aiming to obtain materials of good formability and good mechanical strength for application in the automotive industry. The crystallographic texture after the annealing process of the IF steel sheet has good formability role in these steels. In this work were studied the evolution of the microstructure and crystallographic texture of a stabilized IF steel to titanium (Ti) during the heating step in annealing. The samples were hot rolled, cold rolled (75% reduction in thickness) and annealed, respectively. During the heating step in the annealed the samples were removed for temperatures of 730, 740, 750, 760, 770, 780, 790, 800, 810, 820 ° C for analysis. It was evaluated the evolution of the microstructure of each sample removed from the oven by optical microscopy. The evaluation of the evolution of texture was made using the techniques of X-ray diffraction and EBSD (Electron Back Scatter Diffraction). The results show the development of recrystallization grain size and grain microstructure with increasing temperature. The evolution of texture shows that in cooler temperatures it is observed the stronger presence of fibers DL component and the cube spun than the DN fiber. With the rise of temperature occurs elimination of component spun cube and elimination of DL fiber increasing the intensity of DN fiber, but with the advent of preferred directions (components). The EBSD technique confirmed this behavior and allowed us to observe the evolution of texture and recrystallization temperature.

Keywords: IF Steel, Microstructure and Crystallographic Texture.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1.1 — Correlação entre o grau de redução a frio e o coeficiente médio de anisotropia (r_m) entre materiais utilizados em processos de estampagem	3
Figura 3.1 — (direita) micrografia de um aço IF laminado a frio com 70% de redução e recozido a 650 °C. (esquerda) mapa de orientação obtido pela técnica EBSD (Electron Backscatter Diffraction) de um aço IF, mostrando as diferentes orientações da microestrutura, verde planos {101}, vermelho planos {001} e azul planos {111} paralelos ao planos na imagem.	5
Figura 3.2 — Ilustração da orientação {001}<110> em uma chapa laminada de metal e/ou liga CCC (cúbica de corpo centrada).	6
Figura 3.3 — Geometria de reflexão da técnica de difração de raios-X.	8
Figura 3.4 — Construção da projeção estereográfica. Um ponto da superfície da esfera de referência é projetado (P') no plano de projeção.....	8
Figura 3.5 — Distribuição aleatória dos cristais (sem textura). (FREITAS, 2003)	9
Figura 3.6 — Distribuição dos cristais de forma preferencial (com textura). (FREITAS, 2003).....	9
Figura 3.7 — Figuras de pólo (100) para uma chapa com 10 grãos. (a) distribuição aleatória de orientações; (b) orientação preferencial.....	10
Figura 3.8 — Figura de pólo (111) de uma chapa de latão 70 Cu – 30 Zn laminada a frio para uma redução de espessura de 95%.	10
Figura 3.9 — Relação entre os eixos [100], [010] e [001] e as direções DL, DT e DN.	12
Figura 3.10 — Os eixos $x = DT$, $y = DL$ e $z = DN$ representam o sistema de referência da amostra e os eixos [100], [010] e [001] os eixos da célula unitária do material.	12
Figura 3.11 — Desenho esquemático do espaço tridimensional de Euler utilizando a notação de Bunge e mostrando a localização de importantes fibras e componentes de textura.....	14

Figura 3.12 — Desenho esquemático das seções φ_2 de constante no espaço de Euler. (notação de Bunge).	14
Figura 3.13 — Ábacos para interpretação das FDOC's. Notação de Bunge.	15
Figura 3.14 — Ábaco de para interpretar a FDOC na seção de $\varphi_2 = 45^\circ$.	16
Figura 3.15 — (a) Uma visão 3D de uma FDOC de um material CCC mostrando a fibra $\{111\}\langle uvw \rangle$, na qual é na forma de tubo. (b) Apresenta a seção de $\varphi_2 = 45^\circ$.	16
Figura 3.16 — FDOC de um aço IF80% laminado a frio; seções de $\varphi_2 = 0^\circ$ a $\varphi_2 = 90^\circ$, em intervalos de 5° . Notação de Bunge.	17
Figura 3.17 — Seção $\varphi_2 = 45^\circ$ da FDOC representado a textura de um aço IF (a) laminado 65% a frio e (b) completamente recristalizado a 700°C (intensidades de 2,3,4...).	17
Figura 3.18 — Pólos e traços de planos sobre uma esfera de referência.	18
Figura 3.19 — (a) Projeção estereográfica padrão; (b) Triângulo estereográfico (sistema cúbico).	18
Figura 3.20 — (a) Figura de polos inversa típica; (b) Projeção padrão do sistema cúbico.	19
Figura 3.21 — Desenho esquemático do sistema utilizado no EBSD.	20
Figura 3.22 — (esquerda) Desenho esquemático mostrando a formação das bandas de Kikuchi e (direita) padrões de Kikuchi detectados pela câmera com tela de fosfóro.	20
Figura 3.23 — Esquerda um padrão (bandas) de Kikuchi e direita o sistema de identificação.	21
Figura 3.24 — Representação esquemática de uma varredura de EBSD realizada sobre uma microestrutura recristalizada.	22
Figura 3.25 — Mapa de orientação obtido pela técnica EBSD de um aço IF-Ti 80% laminado a frio e recozido a 650°C durante 150 s.	23
Figura 3.26 — FDOC obtida diretamente pela técnica EBSD de um aço IF-Ti 80% laminado a frio e recozido a 650°C durante 150 s.	24
Figura 3.27 — Micrografia obtida por MEV (microscopia eletrônica de varredura, destacando a presença de precipitados finos de Ti (C,N).	25

Figura 3.28 — Surgimento da anisotropia devido à orientação dos grãos no processo de laminação.....	26
Figura 3.29 — Variação das propriedades mecânicas em função da direção de extração do corpo de prova, adotado com referência a direção de laminação	27
Figura 3.30 — Relação entre o Δr e o ângulo do plano da chapa em um aço IF. Mostrando o efeito de “orelhamento”.....	28
Figura 3.31 — Desenho esquemático de um processo de laminação a frio.	30
Figura 3.32 — Seções de $\varphi_2 = 45^\circ$ da FDOC de uma aço IF laminado a frio com 75 % de redução.....	32
Figura 3.33 — Esquema das etapas da recuperação em metal deformado plasticamente: (A) emaranhados de discordâncias, (B) formação de células, (C) aniquilação de discordâncias nas paredes das células e (D) formação de subgrãos.	33
Figura 3.34 — Representação esquemática da recristalização primária (a) início da recristalização, (b) 30% recristalizado e (c) completamente recristalizado (PADILHA e SICILIANO, 2005).....	34
Figura 3.35 — Micrografia de um aço elétrico GNO (Grãos Não Orientados) laminado 50% e recozido a temperatura de 840 °C durante 1000 minutos.....	35
Figura 3.36 — Micrografias tiradas em um MET (Microscópio Eletrônico de Transmissão) mostrando os precipitados em um aço IF-Ti.....	37
Figura 3.37 — Variação da temperatura de recristalização em função do titânio (Ti) em solução, adaptada de.	38
Figura 3.38 — Taxa de crescimento para grupos de orientação. Linha continua corresponde à fibra- γ (fibra DN) e linha tracejada corresponde a outras orientações.	39
Figura 3.39 — Diagrama mostrando esquematicamente o mecanismo de formação da textura de recristalização no Aço IF. Adaptada de (NAGATAKI e HOSOYA, 1996).....	41
Figura 3.40 — Imagem de EBSD de uma amostra de Aço IF-Ti (deformado 65%) e 10% recristalizado. As orientações dos grãos são dadas na forma de figura pólo inversas. DN – Direção Normal e DL – Direção de Laminação.	42

Figura 4.1 — (a) Ciclo de recozimento contínuo na qual aço IF submetido na sua produção, (b) etapa analisada no presente trabalho.	44
Figura 4.2 — Perfil de impressões nas medições de microdureza.....	46
Figura 4.3. — Método manual para medição de tamanho de grão em materiais metálicos.....	47
Figura 4.4 — Desenho do Corpo de Prova, de acordo com a norma ASTM E-517, para a medida do coeficiente de anisotropia.	48
Figura 4.5 — Esquema separação dos CP's usados no ensaio de tração.....	48
Figura 4.6 — Máquina Universal de ensaios usado nos ensaios de tração.	49
Figura 5.1 — Micrografia da amostra retirada na temperatura de 730 °C. Ataque Nital 4%.....	50
Figura 5.2 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 740 °C. Ataque Nital 4%.....	50
Figura 5.3 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 750 °C. Ataque Nital4%.....	51
Figura 5.4 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 760 °C. Ataque Nital4%.....	51
Figura 5.5 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 770 °C. Ataque Nital4%.....	52
Figura 5.6 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 780 °C. Ataque Nital4%.....	52
Figura 5.7 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 790 °C. Ataque Nital4%.....	53
Figura 5.8 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 800 °C. Ataque Nital 4%.....	53
Figura 5.9 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 810 °C. Ataque Nital4%.....	54
Figura 5.10 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 820 °C. Ataque Nital 4%.....	54
Figura 5.11 — Evolução da microdureza em função da temperatura que a amostra foi retirada durante o aquecimento no recozimento do material.....	56

Figura 5.12 — Relação entre a microdureza Vickers e a fração recristalizada, em amostras de Aço IF retiradas em diferentes temperaturas durante o aquecimento do Recozimento.....	57
Figura 5.13 — Relação do tamanho de grão de recristalizado com a temperatura.....	58
Figura 5.14 — Precipitados formados pela combinação do Ti com o C e N, com a finalidade de retirar o C e o N da solução (CAPDEVILA, AMIGÓ, <i>et al.</i> , 2010). Esquerda encontra o resultado do EDX.	59
Figura 5.15 — Difratoograma do Aço IF, mostrando os ângulos de difração e o plano cristalográfico de cada pico difratado. Corresponde a amostra de 820 °C.....	60
Figura 5.16 — Evolução da textura com o aumento da temperatura durante o aquecimento do recozimento. As FDOC's estão dispostas de acordo com a temperatura que foram retiradas e seção de $\varphi_2 = 45^\circ$	61
Figura 5.17 — Relação do percentual da fração volumétrica, calculada a partir dos dados obtidos pela técnica de difração de raios-x, e as temperaturas de recristalização parcial.	65
Figura 5.18 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 730°C.	67
Figura 5.19 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 740°C.	68
Figura 5.20 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 750°C.	68
Figura 5.21 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 760°C.	69
Figura 5.22 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 770°C.	69
Figura 5.23 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 780°C.	70
Figura 5.24 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 790°C.	70
Figura 5.25 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 800°C.	71

Figura 5.26 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 810°C.	71
Figura 5.27 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 820°C.	72
Figura 5.28 — FDOC da amostra retirada a 730 °C, calculada a partir dos dados obtidos por EBSD e calculada usando o software MTEX®. Seção de $\varphi_2 = 45^\circ$	73
Figura 5.29 — FDOC's calculadas a partir dos dados obtidos pela técnica EBSD. Seção de $\varphi_2 = 45^\circ$	75
Figura 5.30 — FDOC's calculadas a partir dos dados obtidos pela técnica EBSD. Seção de $\varphi_2 = 45^\circ$ (continuação).....	76
Figura 5.31 — Relação entre fração volumétrica, das fibras DL e DN e da componente Cubo Girado, e da temperatura de recristalização parcial.....	77
Figura 5.32 — Relação entre a temperatura que as amostras foram retiradas e os r_m calculado (vermelho) e r_m medido (preto).....	78
Figura 5.33 — Relação entre o coeficiente de anisotropia normal (r_m) medido e a razão entre as intensidades dos planos (111) e (100).....	79
Figura 5.34 — Relação entre r_m e a fração recristalizada calculada pela equação 5.1.....	79

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1 — Composição química do aço IF usado do estudo.	43
Tabela 4.2 — Sequência dos passes na laminação, mostrando a redução da espessura de um passe para o outro.	43
Tabela 5.1 — Valores dos coeficientes de anisotropia planar (Δr) medido e calculado para cada temperatura de recristalização parcial.....	80

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 3.1.....	13
Equação 3.2.....	13
Equação 3.3.....	27
Equação 3.4.....	28
Equação 3.5.....	28
Equação 4.1.....	47
Equação 5.1.....	56

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	1
2	OBJETIVO.....	4
2.1	OBJETIVO GERAL	4
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	4
3	REVISÃO BIBLIOGRAFICA	5
3.1	TEXTURA CRISTALOGRÁFICA.....	5
3.1.1	<i>REPRESENTAÇÃO E DETERMINAÇÃO DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA</i>	<i>7</i>
3.2	AÇO IF	24
3.3	ANISOTROPIA	26
3.4	DEFORMAÇÃO A FRIO.....	30
3.4.1	<i>TEXTURA DE DEFORMAÇÃO.....</i>	<i>31</i>
3.5	RECRISTALIZAÇÃO	32
3.5.1	<i>INFLUÊNCIA DOS PRECIPITADOS NA RECRISTALIZAÇÃO DE AÇO IF-Ti.....</i>	<i>36</i>
3.5.2	<i>TEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO.....</i>	<i>38</i>
4	MATERIAIS E METÓDOS.....	43
4.1	MATERIAL	43
4.2	LAMINAÇÃO A FRIO	43
4.3	RECOZIMENTO CONTÍNUO.....	44
4.4	PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA E MICROSCOPIA ÓTICA.....	44
4.5	MEDIDAS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (ANÁLISE DE TEXTURA).....	45
4.6	MEDIDAS DE EBSD (ANÁLISE DE TEXTURA).....	45
4.7	MEDIDAS DE MICRODUREZA	46
4.8	MEDIÇÃO DO TAMANHO DE GRÃO	46
4.9	MEDIÇÃO DO COEFICIENTE DE ANISOTROPIA (COEFICIENTE DE LANKFORD)	47
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	50
5.1	ANÁLISE DA MICROESTRUTURA E MICRODUREZA	50
5.2	ANÁLISE DA TEXTURA (DIFRAÇÃO DE RAIOS-X)	60

5.3	ANÁLISE DA TEXTURA (EBSD).....	67
5.4	COEFICIENTE DE ANISOTROPIA.....	77
6	CONCLUSÕES.....	81
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	82
	REFERÊNCIAS.....	83

1 INTRODUÇÃO

No começo da década de 70 teve início a pesquisa e o desenvolvimento de um dos principais produtos visando o processo de estampagem, o chamado aço IF (InterstitialFree - livre de intersticiais). O principal objetivo era o fornecimento de um aço com características de maior conformabilidade para a aplicação em chapas. O primeiro aço IF com características comerciais foi produzido por volta de 1970, como um aço com o teor extremamente baixo de carbono estabilizado ao titânio (FUKUDA e SHIMIZU, 1972).

Ao longo dos anos se desenvolveu diversos tipos de aços visando possuir alta conformabilidade. De acordo com os produtores de aços para a indústria automobilística, acredita-se que os aços para os quais o grau de utilização deve aumentar são: os 180BH, 210BH, alta conformabilidade (IF-Ti) e os estruturais (AHSS) (Tendências e Inovações em Aços, 2010).

Muitas das propriedades mecânicas dos aços são determinadas pela sua deformação e pelo histórico do recozimento. Em particular, a morfologia de grão e textura de aços livres de intersticiais (IF) afeta a sua formabilidade sob condições de deformação, como acontece durante a fabricação de automóveis.

A excelente estampabilidade do aço IF pode ser obtida através do controle da textura apropriada para o desenvolvimento de uma forte fibra DN (Direção Normal ao plano da chapa). A fim de obter o controle da textura final, a evolução da textura ao longo dos tratamentos deve ser conhecida em detalhes.

Em aços IF a textura final mais adequada para os processos de conformação utilizados nas indústrias, principalmente a automobilística, seria a chamada fibra DN (direção normal), onde temo o plano cristalino $\{111\}$ paralelo ao plano da chapa. Este tem sido assunto de interesse de muitos anos, devido à importância do papel da textura no comportamento mecânico das chapas para aplicações de estampagem profunda.

A conformabilidade dos aços IF normalmente é quantificada em termos do valor do coeficiente de anisotropia normal (r_m), sendo

fortemente dependente da textura cristalográfica (fibra DN). Ao longo dos últimos vinte anos, os parâmetros de processamento otimizados para a obtenção de altos valores de r_m têm sido em grande parte determinado nas áreas de produção de aço, laminação a quente, laminação a frio e recozimento, respectivamente.

A produção de chapas de aço que possuem alta conformabilidade é hoje uma das principais metas a serem atingidas pelas indústrias siderúrgica, pois esses materiais são de alto interesse para a indústria automobilística e de empresas que possuem operações de estampagem em seus processos de manufatura.

Para acompanhar essa evolução é necessário o conhecimento dos fundamentos e das origens das propriedades ligadas à conformabilidade e um enorme trabalho de investigação tecnológica envolvendo a composição e o processamento de chapas finas de aço. Com a instalação de novos equipamentos nas siderúrgicas, tais como, o sistema de desgaseificação a vácuo (RH), foi possível a obtenção de aços com baixíssimos teores de carbono e nitrogênio, de elevada conformabilidade. (OLIVEIRA, 2010).

Os aços IF são aços em que os teores totais de carbono e nitrogênio (elementos intersticiais) são drasticamente reduzidos para níveis de dezenas de partes por milhão (ppm), em peso, ficando em torno de 40 - 50 ppm. Os níveis destes elementos são controlados pela adição de outros (Nb e Ti) que conduzem a sua precipitação em compostos (carbonetos e nitretos) e podem ter efeito favorável sobre a recristalização, textura cristalográfica (favorável à conformabilidade) e demais propriedades (SILVA e AVILLENZ, 2004).

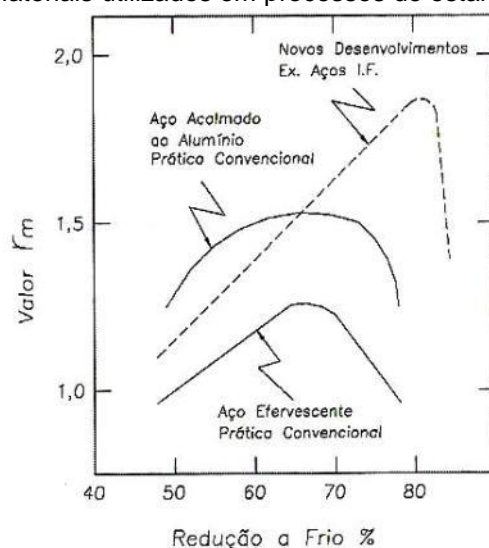
A redução dos teores de carbono favorece o aparecimento de uma proporção dos grãos orientados com planos {111} paralelos ao plano da chapa, ou seja, a formação de uma textura de recristalização favorável à conformação de peças (HUTCHINSON, 1984).

Como a estampabilidade depende da anisotropia do material, ela acaba dependendo da textura cristalográfica. Esta última acontece quando as propriedades mecânicas dependem da direção cristalográfica. A anisotropia das propriedades mecânicas pode ser avaliada por meio do

coeficiente médio de anisotropia (r_m) e do coeficiente de anisotropia planar (Δr).

Por meio da figura 1.1, pode-se observar que o aço IF está posto como um material que oferece uma condição muito favorável à formação das componentes de textura desejáveis aos processos de estampagem, isso porque ele pode ser submetido a graus de redução elevados, em torno de 80%, e mesmo assim estar dentro dos limites de deformação ideais para obtenção de um r_m maior que 1,5. Com isso, fica bem evidenciado que a textura cristalográfica está diretamente relacionada com o desempenho do material nos processos que exijam boa conformabilidade. (FREITAS, 2003), (FILHO, 2003).

Figura 1.1 — Correlação entre o grau de redução a frio e o coeficiente médio de anisotropia (r_m) entre materiais utilizados em processos de estampagem



Fonte: (HUTCHINSON, 1984).

O valor adimensional de r_m está relacionado com o desempenho do material na estampagem, significando que não haverá redução exagerada na direção da espessura da chapa. Já o valor, também adimensional, de Δr representa a variação da deformação no plano da chapa, e um valor diferente de zero significa que há uma diferença entre os coeficientes de anisotropia nas direções consideradas, o que não é ideal em processos de estampagem.

2 OBJETIVO

2.1 *Objetivo Geral*

Avaliar as evoluções da microestrutura e da textura cristalográfica durante a etapa de aquecimento do recozimento em um aço IF estabilizado ao Ti obtido por laminado a frio.

2.2 *Objetivos Específicos*

Estudar a evolução da textura cristalográfica através do desenvolvimento de fibras e componentes durante o aquecimento do recozimento;

Estudar a evolução microestrutural em diversas temperaturas de recristalização parcial;

Estudar a evolução da textura cristalográfica através do desenvolvimento de fibras e componentes durante o aquecimento no tratamento de recozimento.

Correlacionar as texturas cristalográfica medida por difração de raios-X e medidas pela técnica EBSD (Electron Backscatter Diffraction).

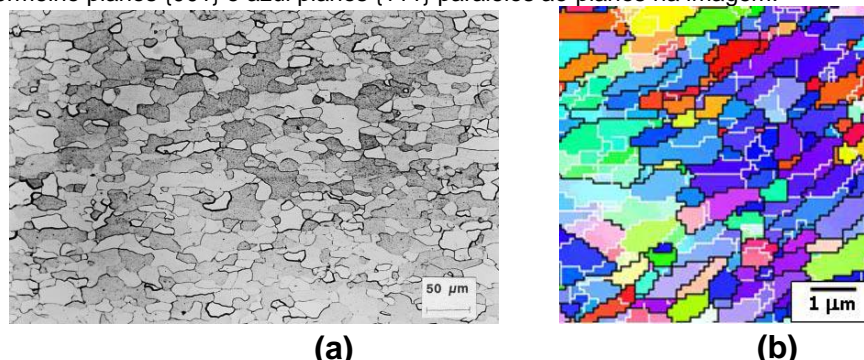
Avaliar a evolução da conformabilidade durante o aquecimento no recozimento, através da medição do coeficiente de anisotropia.

3 REVISÃO BIBLIOGRAFICA

3.1 TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

Os materiais metálicos usados nas indústrias em sua maioria são formados por pequenos cristais denominados de grãos, os mesmos são separados por fronteiras chamadas de contornos de grão, figura 3.1b. Esta fronteira é definida pela diferença de orientação cristalográfica entre um grão e seus vizinhos, sendo da ordem de dezenas de graus (PADILHA e SICILIANO, 2005), (MARTÍNEZA, VERDEJA e PEROSANZ, 2000) e (GAZDER, HAZRA, *et al.*, 2010).

Figura 3.1 — (direita) micrografia de um aço IF laminado a frio com 70% de redução e recozido a 650 °C. (esquerda) mapa de orientação obtido pela técnica EBSD (Electron Backscatter Diffraction) de um aço IF, mostrando as diferentes orientações da microestrutura, verde planos {101}, vermelho planos {001} e azul planos {111} paralelos ao planos na imagem.



Fonte: (a) (MARTÍNEZA, VERDEJA e PEROSANZ, 2000) e (b) (GAZDER, HAZRA, *et al.*, 2010)

As orientações dos grãos raramente são distribuídas de forma aleatória. Em muitos deles há um padrão de orientação e uma tendência para a ocorrência de certas orientações em relação a um sistema de referência, isso pode ser causado pela solidificação ou por tratamentos termomecânicos (processos de conformação). Esta tendência de orientação dos grãos é conhecida como Textura Cristalográfica (RANDLE e ENGLER, 2000). Então textura pode ser definida com uma condição na qual a distribuição de orientações não é aleatória (PADILHA e SICILIANO, 2005).

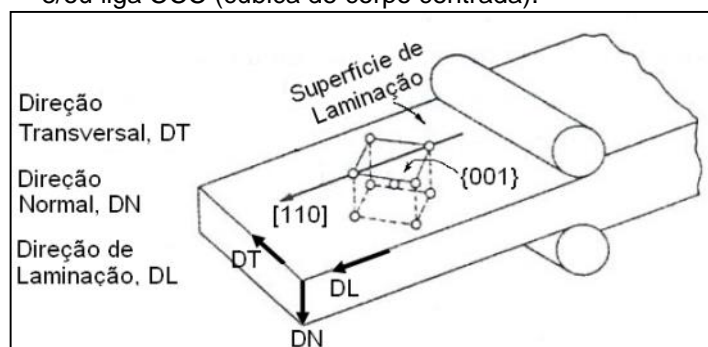
De acordo com Padilha, (PADILHA e SICILIANO, 2005), a textura não descreve a forma geométrica do grão, ou seja, a presença de

grãos alongados não significa necessariamente presença de textura cristalográfica. Logo, processos de conformação mecânica que produzam grãos alongados podem ou não produzir texturas em um material.

Como citado anteriormente, a textura cristalográfica pode ser causada por processos de conformação mecânica, sendo um dos principais a Laminação a Frio. No caso, o material na forma de chapa sofre reduções em sua espessura. Essas reduções são devido à deformação plástica aplicada ao material e é a mesma que introduz orientações preferenciais nos grãos ou Textura Cristalográfica.

A textura é formada por componentes, onde uma componente é representada por uma orientação cristalina próxima da qual as orientações de um razoável volume do material (número de grãos) se agrupam em relação a um sistema de referência. No caso de chapas laminadas, o sistema mais adotado são os eixos DL (direção de laminação), DT (direção transversal) e DN (direção normal) da chapa (figura 3.2). A componente é representada pelo plano cristalino $\{hkl\}$, que é paralelo ao plano da chapa, e pela direção $\langle uvw \rangle$, pertencente ao plano $\{hkl\}$, que é paralelo à direção de laminação (DL). Isso fixa a posição do grão em relação aos eixos de referência (VIANA e PAULA, 2003).

Figura 3.2 — Ilustração da orientação $\{001\}\langle 110 \rangle$ em uma chapa laminada de metal e/ou liga CCC (cúbica de corpo centrada).



Fonte: Adaptada de (PADILHA e SICILIANO, 2005)

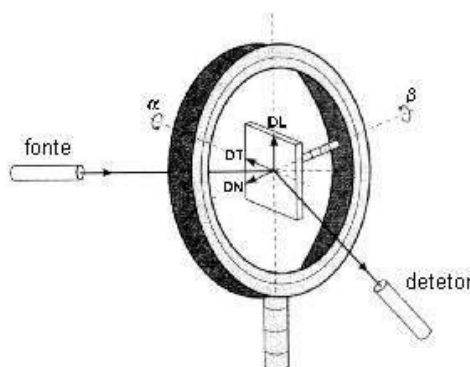
3.1.1 REPRESENTAÇÃO E DETERMINAÇÃO DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

3.1.1.1 FIGURAS DE POLOS

Vários métodos são utilizados para representar a textura de um material policristalino. Em todos os métodos, é necessário que as orientações cristalinas presentes no material sejam determinadas de algum modo. A difração de raios-X é um modo que, por meio das frações volumétricas associadas a uma dada orientação cristalina, nos dá uma ideia da textura presente. A natureza e o grau de orientações preferenciais dos cristais em materiais texturados são difíceis de descrever e representar claramente, desta forma, meios convenientes de apresentar tais resultados no estudo de metais têm-se a partir de uma adaptação da projeção estereográfica de um monocristal, denominada figura de polos.

A figura de polos é um mapa de distribuição estatística de determinados planos $\{hkl\}$ de uma amostra policristalina. Tal artifício descreve a direção da orientação cristalográfica preferencial de forma facilmente compreendida, e assim prevê uma forma gráfica da textura de um metal (CULLITY, 1978). O princípio da medição de figuras de polos por meio da técnica de difração de raios-x é baseado na lei de Bragg para reflexão de radiação, raios-X, para planos atômicos da rede cristalina, ver figura 3.3 (RANDLE e ENGLER, 2000). O corpo de prova é posicionado de forma a fazer coincidir o sistema de coordenadas da projeção com eixos macroscópicos particulares desse corpo, e projetando estereograficamente as direções e planos cristalográficos dos grãos segundo as suas orientações preferenciais. A observação e o registro das distribuições de intensidade permitem traçar a figura de polos, ao redor de cada polo geométrico apresentado na projeção estereográfica, e correspondente a uma posição de máxima intensidade, ou seja, curvas de níveis fechadas com indicação de valores de intensidade também chamadas de curvas de isovalor.

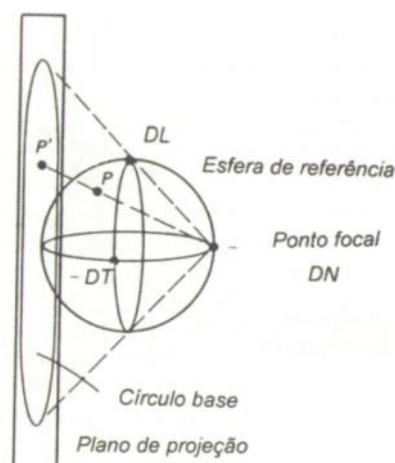
Figura 3.3 — Geometria de reflexão da técnica de difração de raios-X.



Fonte: (RANDLE e ENGLER, 2000)

A direção de um cristal é um vetor tridimensional e pode ser descrita como um ponto na esfera de referência de raio unitária construída em torno da amostra. A figura de polos direta é uma projeção estereográfica que mostra a distribuição de polos, ou normal ao plano, de um determinado plano (hkl) específico, usando eixos da amostra como eixos de referência. Como dito anteriormente, em chapas laminadas, esses eixos são a direção de laminação (DL), a direção transversal à direção de laminação (DT) e a direção normal à superfície da chapa (DN). Esses eixos são ortogonais, isto é, mutuamente perpendiculares. A projeção estereográfica, com os eixos da amostra como referência, é apresentada na figura a seguir.

Figura 3.4 — Construção da projeção estereográfica. Um ponto da superfície da esfera de referência é projetado (P') no plano de projeção.

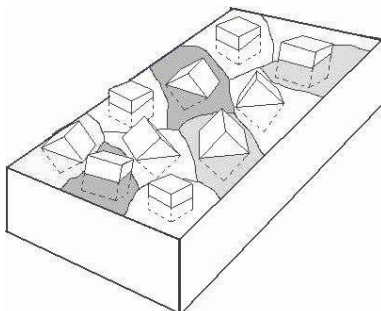


Fonte: (RANDLE e ENGLER, 2000)

Ela é simplesmente uma projeção de pontos de uma superfície hemisférica da esfera de referência sobre um plano paralelo ao plano DL-DT. O ponto focal da projeção estereográfica é habitualmente definido ao longo da direção DN.

Um exemplo apresentado por Cullity consiste de uma chapa de um metal cúbico contendo apenas 10 grãos. As orientações de todos esses grãos são representadas por meio das posições dos seus polos $\{100\}$ em uma projeção estereográfica, cujo plano de projeção é paralelo à superfície da chapa. Como cada grão tem 3 polos $\{100\}$, deve-se plotar $3 \times 10 = 30$ polos de projeção. Se os grãos têm orientações aleatórias, conforme figura 3.5, os polos estarão distribuídos uniformemente na projeção, segundo a ilustração da figura 3.7a.

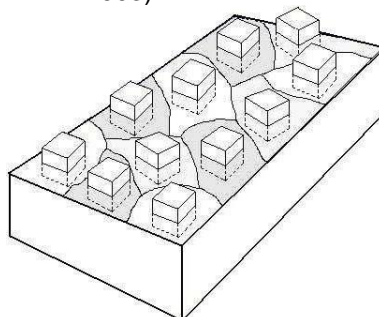
Figura 3.5 — Distribuição aleatória dos cristais (sem textura). (FREITAS, 2003)



Fonte: (FREITAS, 2003)

Por outro lado, se os grãos apresentarem orientações preferenciais (textura), ver figura 3.6, os polos tenderão a se aglomerar ao redor destas orientações, deixando outras áreas da projeção desocupadas, figura 3.7b.

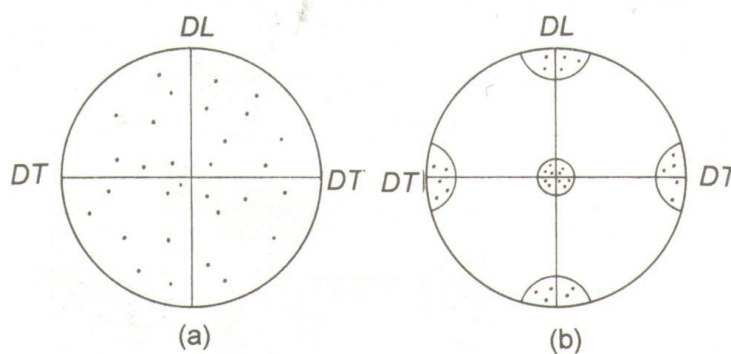
Figura 3.6 — Distribuição dos cristais de forma preferencial (com textura). (FREITAS, 2003)



Fonte: (FREITAS, 2003)

A figura 3.7b, apresenta um tipo particular de “aglomeração” ou textura, denominada textura tipo cubo ou cúbica, pois cada grão está orientado com seus planos (100) aproximadamente paralelos à superfície da chapa e as direções [001] nesses planos, orientadas praticamente paralelas à direção de laminação. Este tipo simples de textura (100)[001], ocorre em muitos metais e ligas com estrutura cfc após a recristalização.

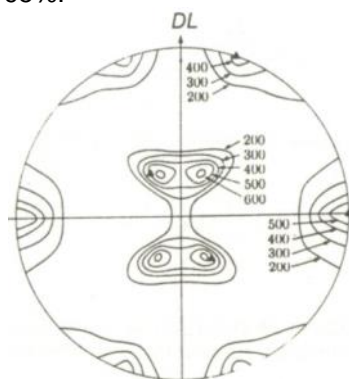
Figura 3.7 — Figuras de pólo (100) para uma chapa com 10 grãos. **(a)** distribuição aleatória de orientações; **(b)** orientação preferencial.



Fonte: (CULLITY, 1978)

Uma análise de textura real, ao contrário do exemplo acima, exige que o material tenha grãos relativamente finos. Nestes materiais com grãos finos, os polos de uma mesma forma dos diferentes grãos se superpõem e a visualização dos diferentes polos e texturas é praticamente impossível. A visualização se torna então possível traçando-se linhas de iso-intensidade, conforme a figura 3.8.

Figura 3.8 — Figura de pólo (111) de uma chapa de latão 70 Cu – 30 Zn laminada a frio para uma redução de espessura de 95%.



Fonte: (VIANA e PAULA, 2003)

A descrição da textura com o auxílio de figuras de polos diretas é bastante útil, mas as informações que estas contêm são incompletas ou semiquantitativas, uma vez que apenas os planos $\{hkl\}$ difratados pelo material são representados. Uma descrição mais completa da textura deve incluir informação sobre a distribuição das orientações dos cristais dadas por um plano e uma direção: $\{hkl\}\langle uvw \rangle$, e a fração volumétrica de cada orientação presente. Este tipo de representação pode ser obtido com o auxílio da Função de Distribuição de Orientações Cristalinas (FDOC).

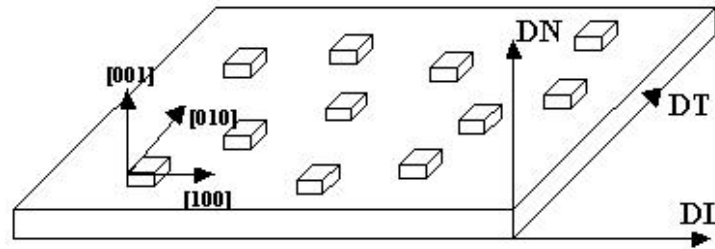
3.1.1.2 FUNÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO DE ORIENTAÇÕES CRISTALINAS (FDOC)

A Função de Distribuição de Orientações Cristalinas (FDOC) caracteriza a densidade de probabilidades de se encontrar determinadas orientações (ou componentes $\{hkl\}\langle uvw \rangle$) dos grãos de uma amostra em um espaço tridimensional. Esta probabilidade, num material sem textura é igual a 1. Uma intensidade 2 em uma orientação, por exemplo, diz que esta orientação é duas vezes mais provável de estar presente na amostra do que a aleatoriedade (FREITAS, 2003).

Na FDOC, a orientação de um grão é definida segundo ângulos, denominados ângulos de Euler, onde descreve um conjunto mínimo de rotações que podem trazer uma orientação em coincidência com outra.

Em relação a orientações cristalográficas, os ângulos de Euler constituem três rotações consecutivas, que aplicadas aos eixos $[100]$, $[010]$ e $[001]$ da célula unitária tornam os mesmos coincidentes com os eixos da amostra, por exemplo, em chapa de metal laminado os eixos serão DL, DT e DN. Ou seja, relacionam os eixos macroscópicos do material com os eixos da célula unitária do material (VIANA, 2001). A figura 3.9 mostra, ilustrativamente, tal relação após as rotações consecutivas.

Figura 3.9 — Relação entre os eixos [100], [010] e [001] e as direções DL, DT e DN.



Fonte: (VIANA e PAULA, 2003)

A FDOC pode ser calculada a partir de figuras de polos diretas (obtidas por difração de raio-X) ou pode ser medida diretamente usando a técnica de EBSD (*ElectronBackscatterDiffraction*) (VIANA e PAULA, 2003).

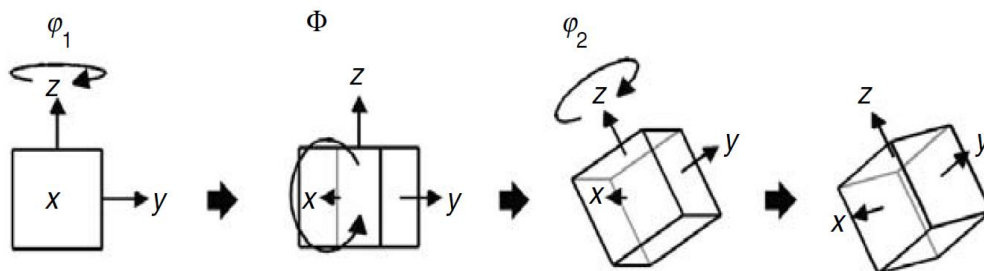
A FDOC não pode ser medida diretamente por difração de raios-X e sim calculada a partir dos dados das figuras de polos. No geral a FDOC não é completamente determinada com apenas uma figura de polos, são necessárias outras para o cálculo completo.

Existem algumas convenções e desenvolvimentos matemáticos para o cálculo da FDOC. Os mais utilizados são os métodos de séries desenvolvidos por Roe e Bunge. As convenções de Bunge diferem das de Roe na definição dos ângulos de Euler. Roe adota uma rotação (Ψ, θ e ϕ) e Bunge (ϕ_1 , ϕ e ϕ_2). Durante esse estudo serão utilizadas as convenções desenvolvidas por Bunge.

A definição dos ângulos de Euler segundo Bunge é da seguinte forma, ver figura 3.10:

1. Rotação de ϕ_1 em torno de Z;
2. Em seguida, rotação de ϕ em torno de X;
3. Finalmente, rotação de ϕ_2 em torno de Z.

Figura 3.10 — Os eixos $x = DT$, $y = DL$ e $z = DN$ representam o sistema de referência da amostra e os eixos [100], [010] e [001] os eixos da célula unitária do material.



Fonte: (MAITLAND e SITZMAN, 2006)

A função de distribuição de orientações cristalográficas (FDOC) estabelece uma relação entre o sistema de referência macroscópico da amostra (DL, DT e DN) com os eixos da célula unitária ([100], [010] e [100]). Esta relação é feita através dos três ângulos de Euler ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$).

A equação fundamental para calcular a FDOC é dada abaixo (RANDLE e ENGLER, 2000):

$$P_h(y) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} f(g) dy, \text{ onde } g = (\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \quad (3.1)$$

Na literatura alguns desenvolvimentos matemáticos foram propostos para a solução da equação acima.

O método de séries que tem como premissa básica que tanto as figuras de pólos, lado esquerdo da equação, quanto a função $f(g)$, que representa a FDOC, podem ser aproximadas por uma expansão em séries, mostrado abaixo (SOUZA JUNIOR, ABREU e TEODÓSIO, 2006).

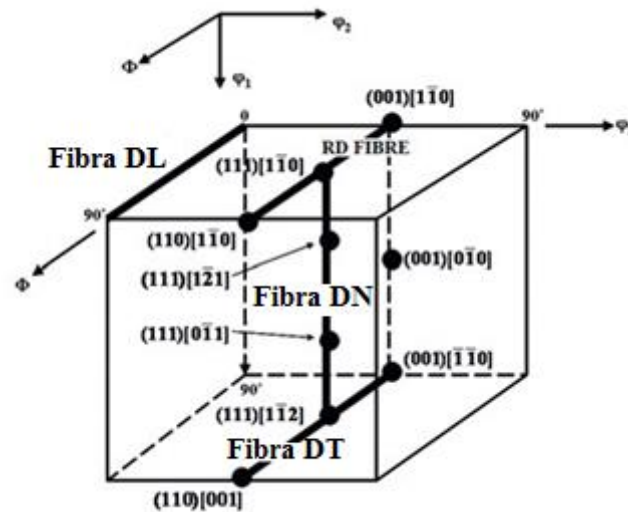
$$f(g) = \sum_{l=0}^{l_{max}} \sum_{m=-l}^l \sum_{n=-l}^l C_l^{mn} T_l^{mn}(g) \quad (3.2)$$

A FDOC é completamente descrita por expansão em série de coeficientes C_l^{mn} . Este é o princípio geral da expansão em séries. A análise mais utilizada é através de séries de Fourier, a qual utiliza as funções de seno ou cosseno (RANDLE e ENGLER, 2000). Utilizando esse método de cálculo da FDOC são necessárias 3 figuras de polos, para um sistema cúbico (RANDLE e ENGLER, 2000).

Outros processos de cálculo da função $f(g)$ são os chamados “métodos diretos” e dentre eles destacam-se os métodos WINV (Willians, Imhof, Matheus, Vinel) e ADC (Arbitrary Defined Cells) (SOUZA JUNIOR, ABREU e TEODÓSIO, 2006).

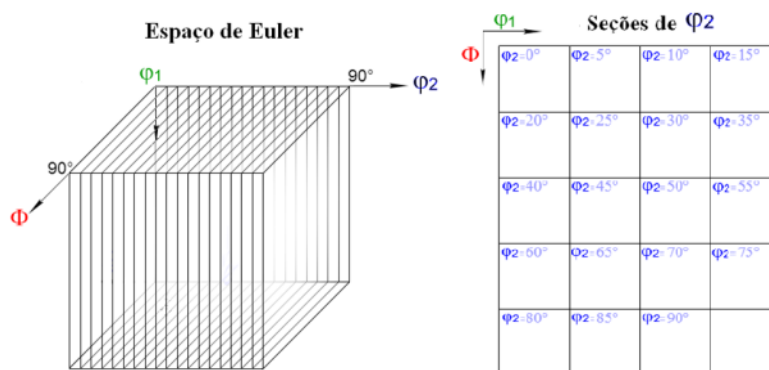
Independente do método adotado para solucionar a equação 3.1, ela nos dá um espaço tridimensional (Espaço de Euler) onde os eixos são ângulos de Euler, ver figura 3.11. Na figura, encontra-se a localização de importantes fibras nos estudos de texturas (fibras são localizações de orientações, com um plano comum ou orientação comum), bem como algumas orientações importantes.

Figura 3.11 — Desenho esquemático do espaço tridimensional de Euler utilizando a notação de Bunge e mostrando a localização de importantes fibras e componentes de textura.



A FDOC é normalmente representada graficamente por seções de φ_2 constante pertencentes ao intervalo $(0 \leq \varphi_2 \leq 90^\circ)$ em passos de 5° , com curvas de nível de isovalor em função de Φ e φ_1 , figura 3.12.

Figura 3.12 — Desenho esquemático das seções φ_2 de constante no espaço de Euler. (notação de Bunge).



A determinação das orientações $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ nas FDOC's é feita através de ábacos. Nestes ábacos são apresentadas as orientações em função dos ângulos de Euler e algumas orientações preferenciais no espaço de Euler, onde os planos são representados por linhas retas e as direções por pontos sobre as linhas, ver figura 3.13.

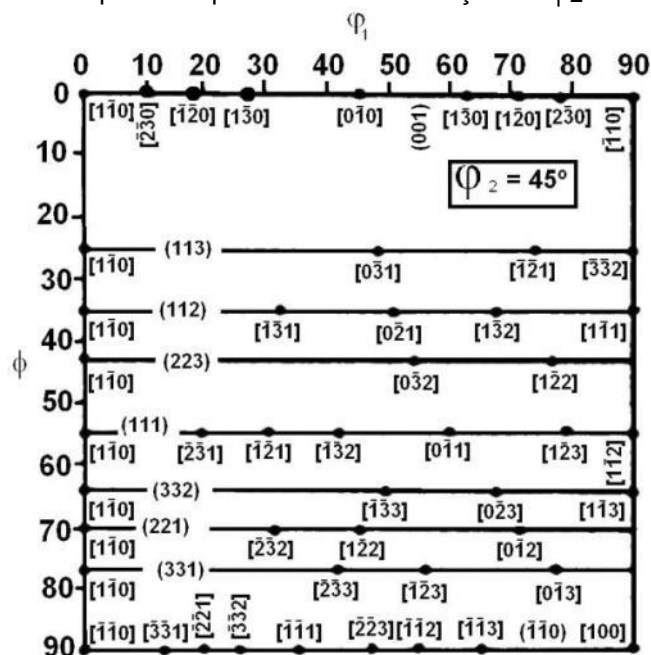
Figura 3.13 — Ábacos para interpretação das FDOC's. Notação de Bunge.



Fonte: (VIANA e PAULA, 2003)

Para a maioria dos aços a seção mais utilizada é a seção de $\Phi_2 = 45^\circ$, pois nesta seção estão presentes as principais orientações de interesse, ver figura 3.14 (RANDLE e ENGLER, 2000).

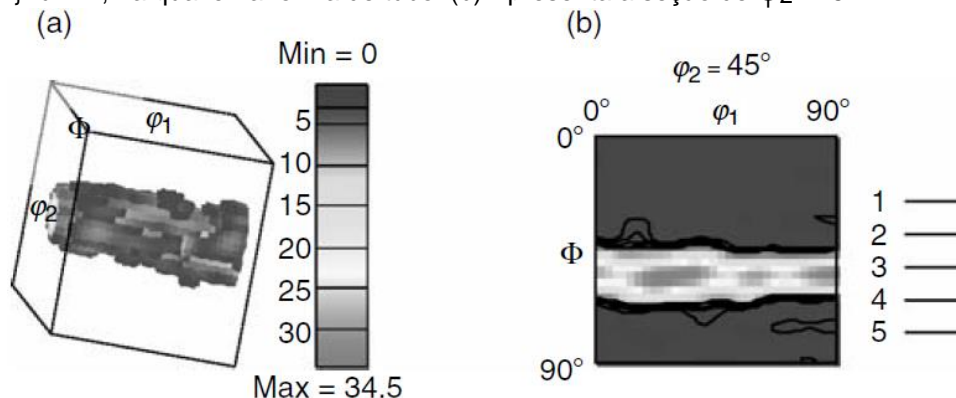
Figura 3.14 — Ábaco de para interpretar a FDOC na seção de $\phi_2 = 45^\circ$.



Fonte: (VIANA e PAULA, 2003)

A figura 3.15 mostra a fibra DN ($\{111\}\langle uvw \rangle$), uma fibra muito comum em materiais CCC laminados e depois recozidos.

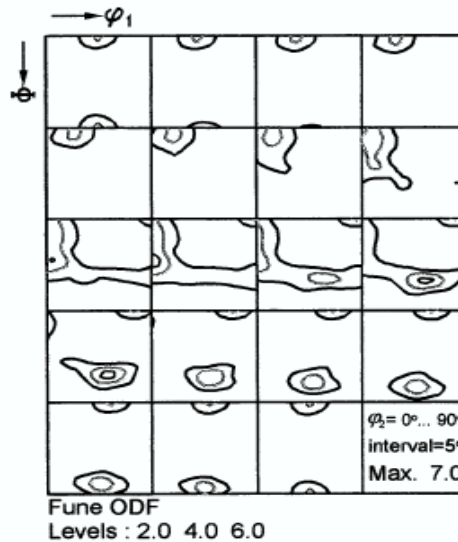
Figura 3.15 — (a) Uma visão 3D de uma FDOC de um material CCC mostrando a fibra $\{111\}\langle uvw \rangle$, na qual é na forma de tubo. (b) Apresenta a seção de $\phi_2 = 45^\circ$.



Fonte: (MAITLAND e SITZMAN, 2006)

A figura 3.16 mostra as seções da FDOC parametrizadas em seções de ϕ_2 em cortes a cada 5° de um aço IF laminado a frio. A textura é caracterizada por uma fibra DN e uma componente $\{100\}\langle -110 \rangle$ (chamada de Cubo Girado).

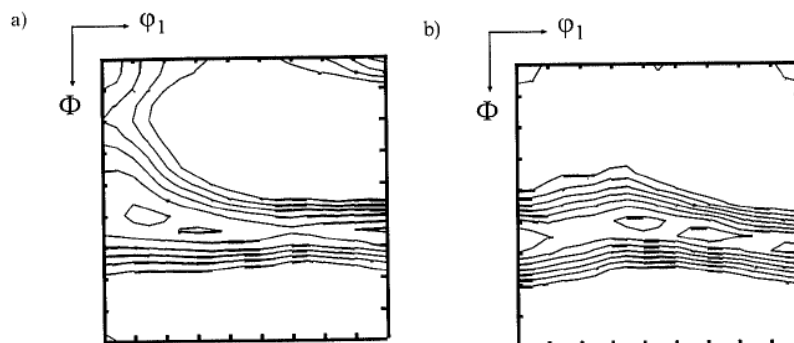
Figura 3.16 — FDOC de um aço IF80% laminado a frio; seções de $\varphi_2 = 0^\circ$ a $\varphi_2 = 90^\circ$, em intervalos de 5° . Notação de Bunge.



Fonte: (HONG e LEE, 2002)

Na figura 3.17 é mostrada a seção de $\varphi_2 = 45^\circ$ da FDOC de um aço IF laminado a frio (Figura 3.17a) e recozido (Figura 3.17b). Observa-se na Figura 3.17a a textura característica composta de uma fibra DN com direções preferenciais $(111)[112]$, $(111)[231]$ e $(111)[121]$, além da componente Cubo $(001)[110]$ e a presença da fibra DL ($\{hkl\} \langle 110 \rangle$). Na Figura 3.17b há o completo desaparecimento da componente Cubo e da fibra DL restando apenas uma alta intensidade da fibra DN, com algumas orientações preferenciais.

Figura 3.17 — Seção $\varphi_2 = 45^\circ$ da FDOC representando a textura de um aço IF (a) laminado 65% a frio e (b) completamente recristalizado a 700°C (intensidades de 2,3,4...).

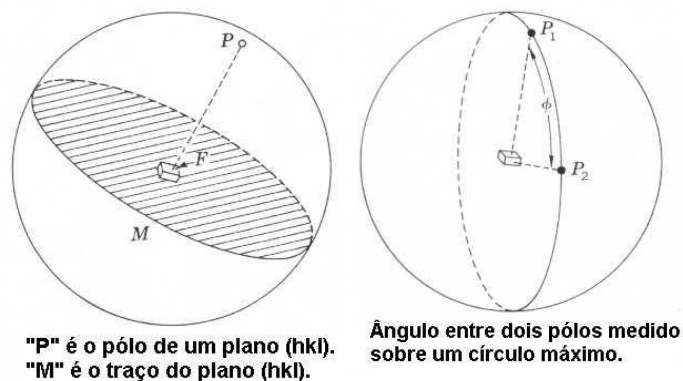


Fonte: (BARNETT e KESTENS, 1999)

3.1.1.3 FIGURAS DE PÓLOS INVERSA

Se colocarmos uma célula cristalina no centro de uma esfera de referência e estendermos seus planos e as normais de seus planos até que cortem a superfície da esfera, produziremos o que está representado na figura 3.18.

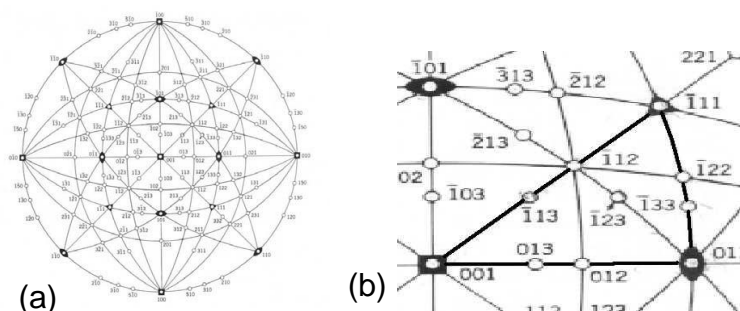
Figura 3.18 — Pólos e traços de planos sobre uma esfera de referência.



Fonte: (PADILHA e SICILIANO, 2005)

Na figura de polos inversa registra-se a densidade dos polos dos planos {hkl} paralelos a uma dada superfície da amostra, sobre um triângulo estereográfico característico do sistema cristalino do material, Figura 3.19.

Figura 3.19 — (a) Projeção estereográfica padrão; (b) Triângulo estereográfico (sistema cúbico).

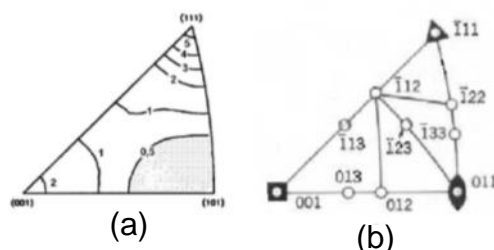


Fonte: (KESTENS, JONAS, *et al.*, 1996)

Chama-se figura de polos inversa porque é a normal à superfície que varre o triângulo de orientações à procura daquelas que representam a textura. A densidade de polos pode ser obtida por difração

de raios-x ou por EBSD e é normalizada pelas densidades dos planos de uma amostra sem textura, em unidades “vezes o padrão aleatório”.

Figura 3.20 — (a) Figura de polos inversa típica; (b) Projeção padrão do sistema cúbico.



Fonte: (KESTENS, JONAS, *et al.*, 1996)

A figura de polos inversa é representada por linhas de isodensidade de polos e é muito empregada na representação de texturas de fibra.

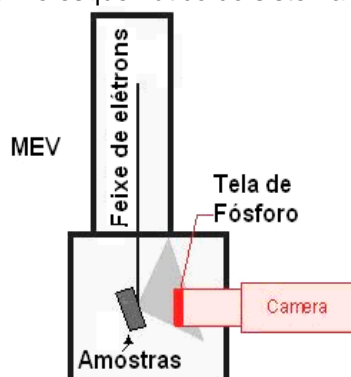
3.1.1.4 EBSD – Difração de Elétrons Retroespalhados (*Electron BackScatter Diffraction*)

As medições de texturas por meio de difração de raio-X são muitas vezes utilizadas para caracterizar e compreender a formação da textura de recristalização. No entanto, essa técnica não consegue diferenciar entre uma região deformada e uma região recristalizada, de modo que podem deixar algumas dúvidas acerca da recristalização. A técnica de EBSD possibilita estudar a relação entre texturas e mudanças nas microestruturas.

A técnica EBSD consiste em um sistema acoplado ao Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) que fornece informação quantitativa microestrutural sobre a natureza cristalográfica dos metais. Obtém tamanho de grão, características dos contornos de grão, orientação do grão, grau de deformação e recristalização, textura e identifica fases de amostras metálicas (MAITLAND e SITZMAN, 2006).

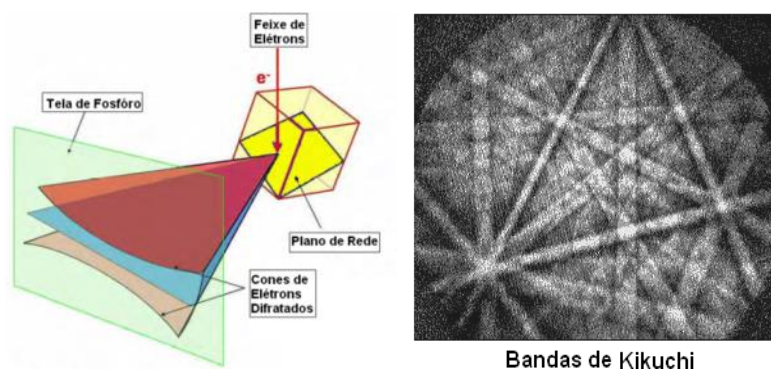
A técnica de análise por EBSD consiste em incidir um feixe de elétrons sobre um ponto da amostra perfeitamente polida e inclinada 70° em relação a horizontal. O feixe de elétrons incide sobre a amostra, com um ângulo de 20°, ver figura 3.21.

Figura 3.21 — Desenho esquemático do sistema utilizado no EBSD.



Os átomos próximos à superfície podem interagir com os elétrons do feixe incidente, promovendo choques (quase) elásticos que causam o espalhamento (difração) pela Lei de Bragg. Os elétrons são espalhados numa trajetória que forma um par de cones, sendo interceptadas por um detector formando um par de linhas, chamadas de bandas de Kikuchi (figura 3.22) (GALLEGO, 2012). O detector é na verdade uma câmera digital com tela de Fósforo. Estas linhas estão relacionadas à cristalografia da amostra, tornando possível sua análise. (MAITLAND e SITZMAN, 2006).

Figura 3.22 — (esquerda) Desenho esquemático mostrando a formação das bandas de Kikuchi e (direita) padrões de Kikuchi detectados pela câmera com tela de fosfóro.

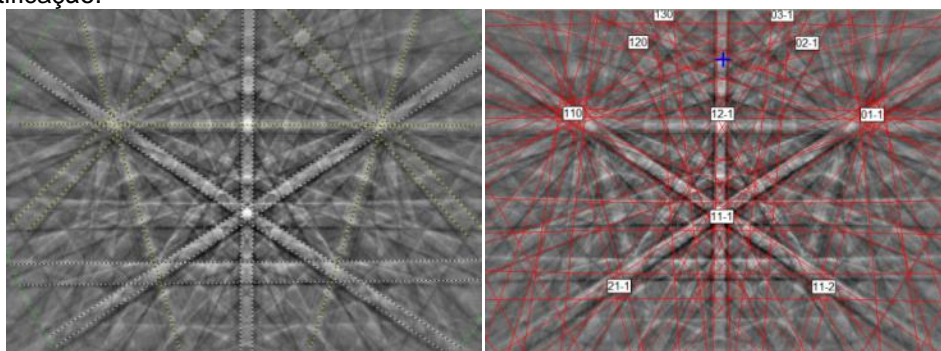


Fonte: Adaptada de (OXFORD, 2013)

A maior parte do espalhamento incoerente ocorre em baixos ângulos, não interferindo na imagem (PINTO e LOPES, 2003). Assim a inclinação da amostra permite, eliminar o espalhamento incoerente e diminuir a absorção das bandas de Kikuchi pela amostra.

A imagem então passa por um sistema de pré-processamento de sinal visando a redução do ruído, a subtração do fundo incoerente e o aumento de contraste. Feito isso, a imagem processada é enviada à um sistema de identificação automática dos padrões captados figura 3.23.

Figura 3.23 — Esquerda um padrão (bandas) de Kikuchi e direita o sistema de identificação.

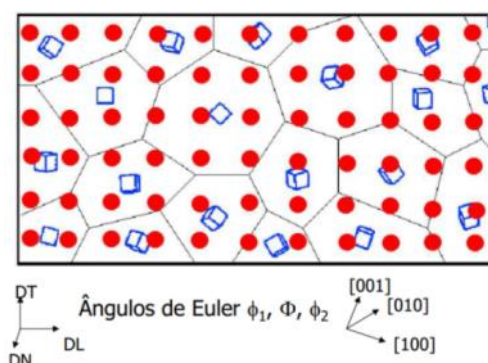


Fonte: (DAY, 2001)

O *software* analisa a imagem através da detecção do número de bandas de Kikuchi, utilizando a transformada de Hough. Na qual as bandas de Kikuchi dão origem a pontos únicos no espaço de Hough. Tais pontos são então identificados e a transformação de Hough inversa pode proporcionar linhas artificiais paralelas às bandas de Kikuchi (PINTO e LOPES, 2003). Sendo o ângulo entre as bandas correspondentes ao ângulo entre os planos cristalinos.

Com uma informação *a priori* sobre uma fase, o software determina todas as orientações possíveis, com cada uma das fases que consta no seu banco de dados e mostra a que tem o melhor ajuste. Com a fase e a orientação identificada, o EBSP é então considerado indexado (MAITLAND e SITZMAN, 2006). Este procedimento é repetido em ponto a ponto tomado em intervalos constantes numa área previamente selecionada (figura 3. 24)

Figura 3.24 — Representação esquemática de uma varredura de EBSD realizada sobre uma microestrutura recrystalizada.



Fonte: (PINTO e LOPES, 2003)

Para cada ponto analisado, são armazenadas (PINTO e LOPES, 2003):

- Coordenadas X, Y;
- Índice de Qualidade do padrão;
- Ângulos de Euler φ_1 , Φ , φ_2 ;
- Fase cristalina.

Depois de realizada a varredura por EBSD em uma amostra, pode-se analisar diversas informações sobre a amostra como o tamanho de grão, texturas, mapas de qualidade – distorção da rede, mapas de orientação e análise dos contornos de grão, grau de deformação e recrystalização.

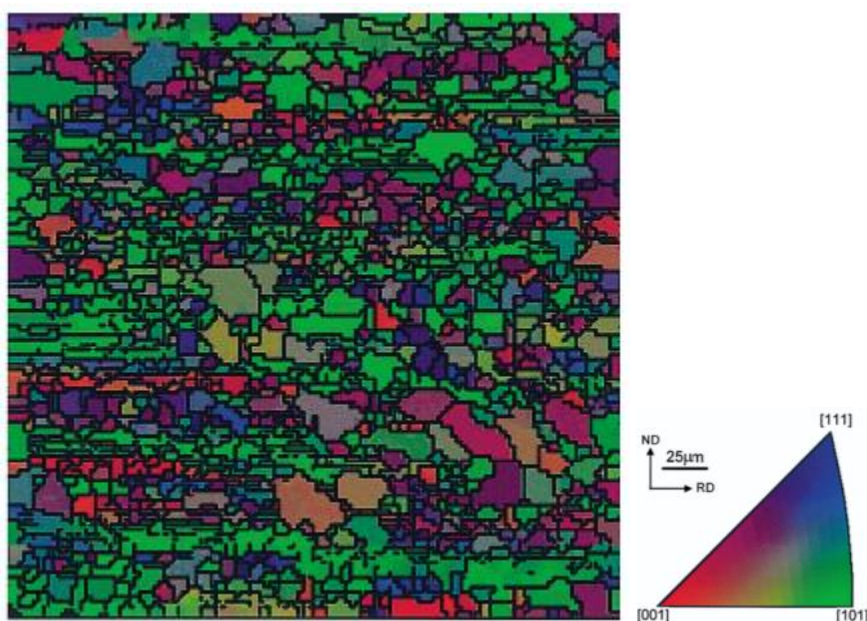
A determinação do tamanho de grão é através das alterações na orientação cristalográfica entre pontos vizinhos onde essa diferença seja maior que um mínimo definido, normalmente 10° ou 15° , para determinar a posição dos contornos de grão. Tanto a fase como a orientação são conhecidas em cada ponto indexado, bem como a localização e a característica de cada contorno de grão. Assim, certos tipos de contornos de grãos, como maclas, podem ser incluídos ou excluídos, ficando a critério do analista (MAITLAND e SITZMAN, 2006).

Outra análise importante que pode ser realizada com dados fornecidos pela técnica EBSD é a criação de imagens da microestrutura do material. Como a fase e a orientação de cada grão são conhecidas, pode-se também gerar outras imagens como: mapa de orientação (contendo a orientação de cada grão - microtextura), distribuição de grãos

nas orientações específicas, distribuição de fase, distribuição de contornos de grãos, fração de volume recristalizado e deformado, etc.

Na figura 3.25, pode-se observar um mapa de orientação de um aço IF laminado a frio e depois recozido a 650°C durante 150 segundos, onde se pôde verificar que o material não está completamente recristalizado, podendo identificar a orientação dos novos grãos que estão surgindo na recristalização.

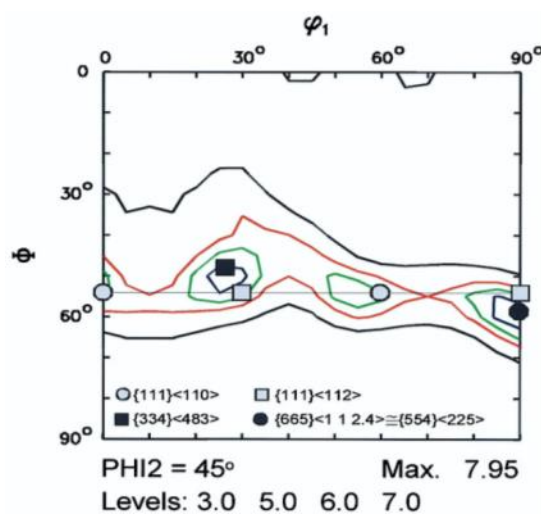
Figura 3.25 — Mapa de orientação obtido pela técnica EBSD de um aço IF-Ti 80% laminado a frio e recozido a 650 °C durante 150 s.



Fonte: (HONG e LEE, 2002)

Na Figura 3.26 tem-se a ODF dos grãos recristalizados. Observa-se que os grãos recristalizados foram orientados ao longo da fibra DN com maior densidade das componentes $\{111\}\langle 112 \rangle$ e $\{111\}\langle 110 \rangle$. (HONG e LEE, 2002).

Figura 3.26 — FDOC obtida diretamente pela técnica EBSD de um aço IF-Ti 80% laminado a frio e recozido a 650 °C durante 150 s.



Fonte: (HONG e LEE, 2002)

A maior vantagem da técnica EBSD é que ela é uma técnica que fornece a informação de textura local de forma quantitativa. É, portanto, útil para fazer uma relação com a técnica de raios-X.

3.2 AÇO IF

Na década de 1970 desenvolveu-se um novo tipo de aço, devido à necessidade da indústria automobilística que precisava de material de ótima conformabilidade para ser usado no processo de estampagem. Esses novos aços foram denominados de Aços IF (*Interstitial Free*) devido a redução de elementos intersticiais em solução, Carbono e o Nitrogênio, conseguido ao reduzir o teor desses elementos à concentrações extremamente baixas (40 – 50 ppm) e precipitando-os na forma de carbonetos e nitretos ao adicionar elementos microligantes, também chamados de elementos estabilizantes.

Os aços IF possuem baixo limite de escoamento, alto valor do coeficiente de anisotropia normal, resistência ao envelhecimento e uma textura cristalográfica adequada, resultando em boa conformabilidade e bom desempenho industrial para peças com elevada complexidade, condição comum na indústria automobilística.

A produção dos aços IF pode ser feita segundo três concepções diferentes:

- i) Utilizando apenas o Ti, como elemento estabilizante, Aço IF-Ti, “aço utilizado no presente estudo”.
- ii) Usando apenas o Nb, Aço IF-Nb;
- iii) Usando uma combinação dos dois NbTi ou TiNb), Aço IF-TiNb.

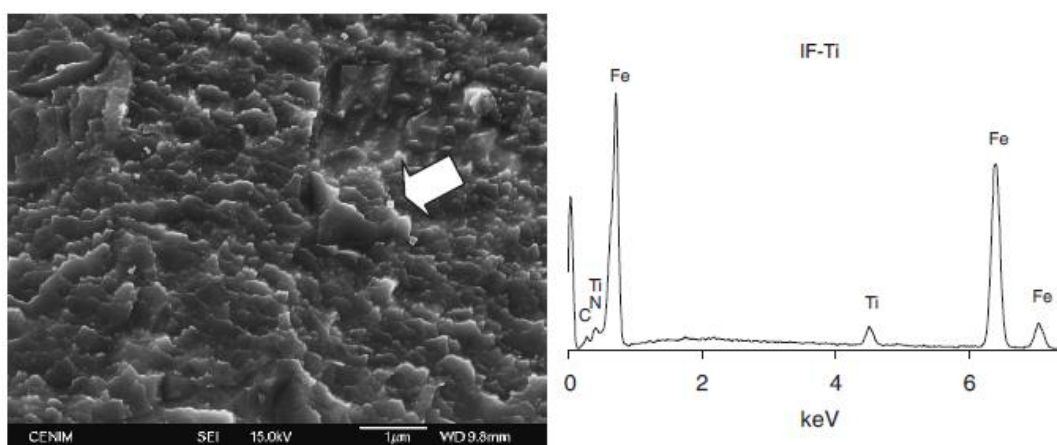
No decorrer deste trabalho será utilizado o Aço IF-Ti, por isso se dará maior foco nele.

O mecanismo de estabilização dos aços IF-Ti ocorrem na seguinte sequência (OLIVEIRA, 2010):

- O Ti se combina primeiro com o N e S (enxofre) e depois com o C, para formar compostos como TiN, TiS, TiC e $Ti_4C_2S_2$.

De acordo com Capdevila, (CAPDEVILA, AMIGÓ, *et al.*, 2010), em aços IF-Ti, todo o C está na forma de precipitado (TiC e $Ti_4C_2S_2$). Na Figura 3.27 pode-se observar a presença de precipitados finos de Ti (C,N), composição confirmada no resultado da espectroscopia EDX (energy dispersive x-ray).

Figura 3.27 — Micrografia obtida por MEV (microscopia eletrônica de varredura, destacando a presença de precipitados finos de Ti (C,N),.



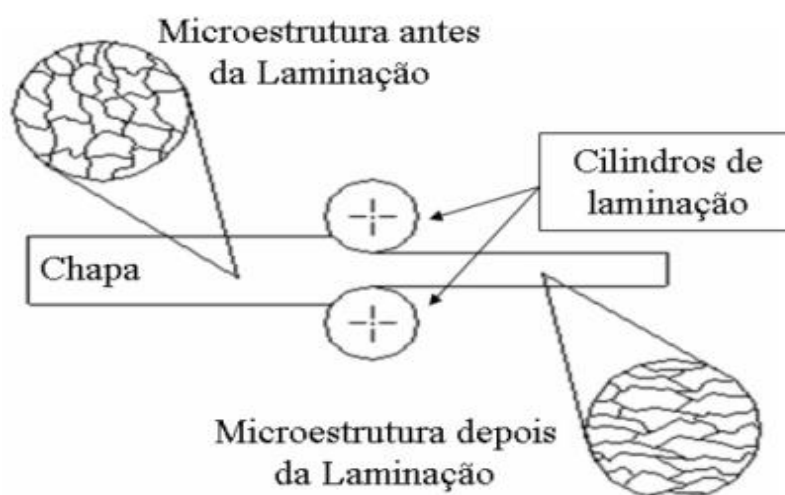
Fonte: (CAPDEVILA, AMIGÓ, *et al.*, 2010)

3.3 ANISOTROPIA

A anisotropia ocorre devido à orientação preferencial dos planos e direções cristalinas do metal após sofrer deformações nos processos de conformação mecânica (laminação, forjamento, extrusão, etc.) ou devido ao alinhamento de inclusões, vazios de segregação ou alinhamento de uma segunda fase precipitada por causa também de trabalho mecânico (SARDINHA, 2012).

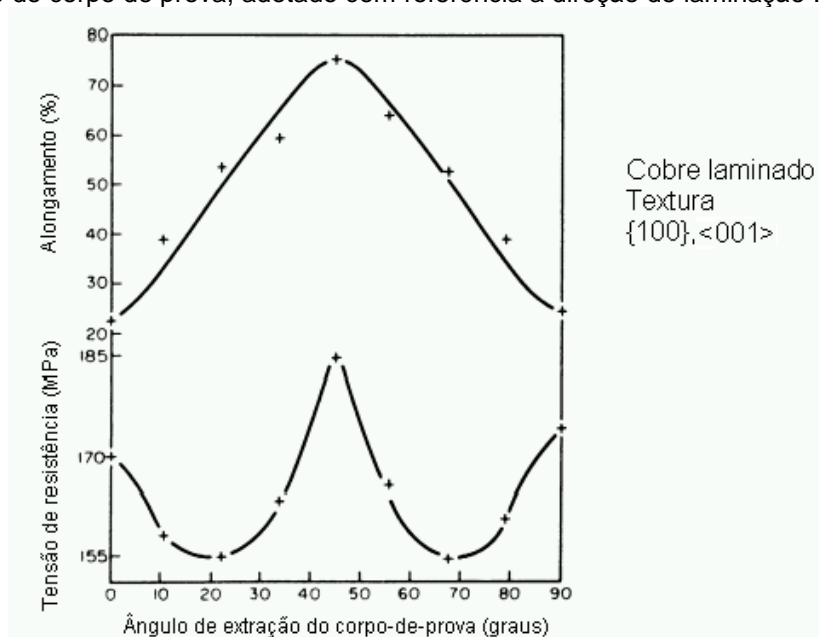
Durante o processamento dos aços IF visando à estampagem, ocorre o processo de laminação. A laminação reordena os grãos em um determinado sentido (FILHO, SILVA, *et al.*, 2011), podendo gerar uma orientação preferencial. Havendo essa orientação preferencial irá ocorrer uma modificação nas propriedades do material, dependendo da direção que serão medidas. Com isso o material será dito anisotrópico (LORA, 2010).

Figura 3.28 — Surgimento da anisotropia devido à orientação dos grãos no processo de laminação.



A figura 3.29 mostra a variação das propriedades mecânicas em função da direção de extração do corpo de prova.

Figura 3.29 — Variação das propriedades mecânicas em função da direção de extração do corpo de prova, adotado com referência a direção de laminação .



Fonte: (VIANA e PAULA, 2003)

A anisotropia é mensurada através do coeficiente de anisotropia ou de Lankford, r , que é a razão entre a deformação verdadeira na largura e deformação verdadeira na espessura do corpo de prova submetido ao ensaio de tração. Entretanto, em corpos de provas de espessura muito finas, pode-se utilizar a deformação ao longo do comprimento, dada pela equação 3.3 (CAMILO JUNIOR, 2008).

$$r = \frac{\varepsilon_w}{\varepsilon_h} = \frac{\ln\left(\frac{w_0}{w_f}\right)}{\ln\left(\frac{l_f w_f}{l_0 w_0}\right)} \quad (3.3)$$

onde,

ε_w — deformação verdadeira ao longo da largura de um CP de tração

ε_h — deformação verdadeira ao longo da espessura do mesmo CP

w_f — largura final do CP

w_0 — largura inicial do CP

l_f — comprimento útil final do CP

l_0 — comprimento útil inicial do CP

A anisotropia em materiais sob a forma de chapas provém de 3 fatores: tensões internas, linhas de segregação e textura cristalográfica

(GONÇALVES e KLEIN, 2010) e pode ser do tipo planar ou normal. A primeira ocorre quando a anisotropia ocorre no plano da chapa, e a segunda, quando ela ocorre na direção da espessura. O grau de conformabilidade da chapa pode ser medido através desses 2 parâmetros.

1. *Coeficiente de anisotropia normal* (r_m) é dado pela equação 3.4:

$$r_m = \frac{r_{0^\circ} + 2r_{45^\circ} + r_{90^\circ}}{4} \quad (3.4)$$

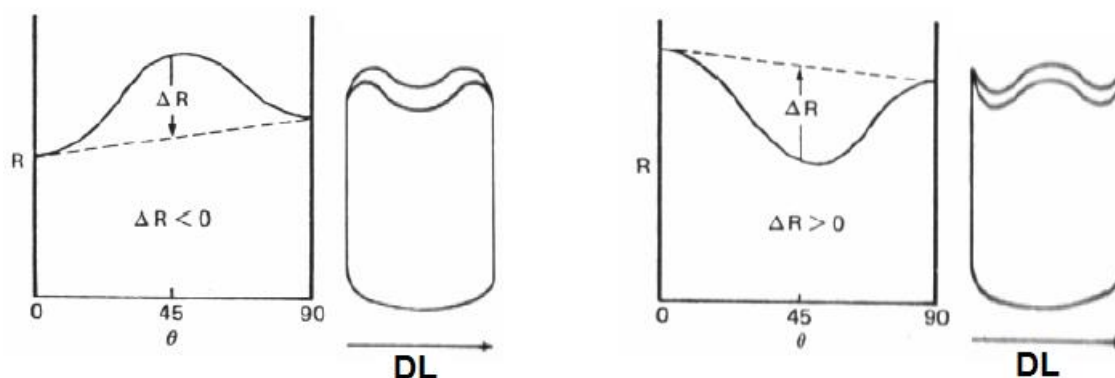
2. *Coeficiente de anisotropia planar* (Δr), definido pela equação 3.5.

$$\Delta r = \frac{r_{0^\circ} - 2r_{45^\circ} + r_{90^\circ}}{2} \quad (3.5)$$

Onde o r_{0° representa o valor da anisotropia calculado no ensaio de tração para o corpo de prova retirado na mesma direção que a laminação, r_{45° a 45° em relação à direção de laminação e r_{90° a 90° , ou seja, perpendicular à direção de laminação.

Usa-se o valor da anisotropia normal, r_m , para estimar o índice de anisotropia de um material, podendo-se ainda calcular a anisotropia planar (Δr), que determina a localização do “orelhamento” em uma peça cilíndrica em formato de copo (LORA, 2010). A figura 3.30 mostra a relação entre o r_m e o plano da chapa em um aço IF.

Figura 3.30 — Relação entre o Δr e o ângulo do plano da chapa em um aço IF. Mostrando o efeito de “orelhamento”.



Fonte: (PADILHA e SICILIANO, 2005)

Qualitativamente, o gráfico da variação de r_m no plano da chapa é semelhante ao perfil do orelhamento do copo. Onde há máximos,

há orelhas; onde há mínimos, há depressões. Este problema pode ser controlado pela avaliação da textura.

Altos valores de r_m (2 a 3) estão correlacionados com uma boa conformabilidade e a formação de uma textura favorável. No caso dos aços IF esta textura seria quando grande parte dos grãos estejam orientados de acordo com a fibra DN ($\{111\}\langle uvw \rangle$) (BANERJEE, 2012). De acordo com Kestens, (KESTENS, JONAS, *et al.*, 1996), para maximizar o valor de r_m as componentes $\{111\}\langle 110 \rangle$ e $\{111\}\langle 112 \rangle$ da fibra DN são as ideais para o processo de estampagem, pois essa textura proporciona a orientação adequada para o sistema de deslizamento, de modo que a resistência na direção da espessura seja maior do que a do plano da chapa.

Anisotropia planar Δr mede a variação de r_m entre as direções longitudinal e transversal de laminação. Já o índice de anisotropia normal, r_m , é assim chamado porque mede a resistência à deformação na espessura da chapa, ou seja, é a anisotropia plástica através da espessura (LORA, 2010). O índice $r_m = 1$ indica que existe igualdade entre a resistência, a deformação na largura e na espessura. Para $r_m > 1$ significa que a chapa oferece maior resistência à deformação plástica na espessura. O que se deseja para um aço de boa estampabilidade é que tenha um valor elevado de r_m e um Δr próximo de zero e que quanto mais alto o valor de r_m maior a resistência do material a diminuição da espessura (LORA, 2010). E assim menor será chance de formar “orelhas”.

Wang (WANG e WANG, 2001) alcançou um valor de r_m de 2,3 num aço IF ao Ti ao recozer a peça no final da laminação ocorrida na região ferrítica, logo após aplicou uma laminação a frio e um recozimento a 750 °C por 3 horas. Para outro tipo de aço IF, estabilizado com Nb, foi encontrado um valor de 2,4 para o r_m , ao ser recozido continuamente e sofrendo um resfriamento rápido durante a laminação a quente. Já Okuda (Okuda, 1998) determinou um valor de 3 para o r_m , para um aço IF estabilizado com Ti e Nb que passou por uma laminação contínua. A laminação a quente ocorreu na região ferrítica, seguida de uma laminação a frio (76% de redução) e de um recozimento contínuo na faixa de 700 a 900 °C por 40 segundos.

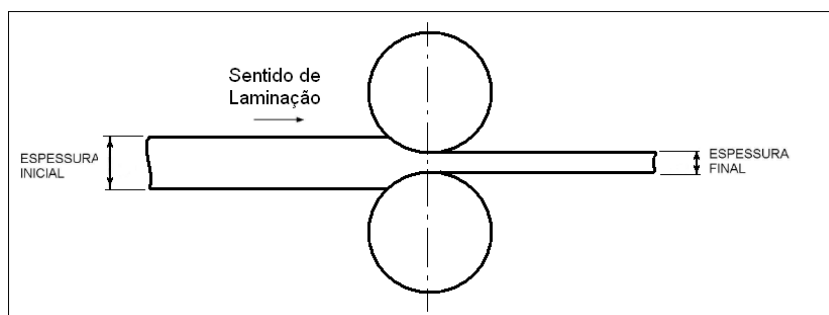
3.4 DEFORMAÇÃO A FRIO

O foco do presente trabalho é a evolução da recristalização que ocorre durante o aquecimento na etapa de recozimento, mas para compreender a recristalização é preciso compreender adequadamente o estado deformado que acontece na etapa de laminação a frio.

Os aços IF são geralmente comercializados na forma de chapas e as etapas de produção normalmente utilizadas para atingir essa forma são as seguintes: laminação a quente, laminação a frio e tratamento térmico de recozimento.

Durante a laminação a frio o material é submetido a deformações plásticas (deformação a frio), ou seja, deforma de forma permanente sofrendo reduções na sua espessura. A figura 3.31 esquematiza um processo de laminação a frio.

Figura 3.31 — Desenho esquemático de um processo de laminação a frio.



Fonte: Elaborado pelo autor.

As deformações plásticas (deformação a frio) provocam no material um grande aumento na densidade de discordâncias, por exemplo, em um metal perfeitamente recozido a densidade de discordância é da ordem de 10^5 a 10^6 cm^{-2} , enquanto em um material deformado a frio esse número passa a ser da ordem de 10^{10} a 10^{12} cm^{-2} , onde essa multiplicação é causada pela interação entre discordâncias umas com as outras e com barreiras que impedem seu movimento através da rede cristalina (DIETER, 1988).

De acordo com Padilha, (PADILHA e SICILIANO, 2005), na deformação a frio ocorrem alguns fenômenos importantes:

- I. Os grãos mudam de forma;

- II. A orientação dos grãos muda e eles geralmente adquirem orientações preferenciais (textura de deformação);
- III. A quantidade (área) dos contornos de grão aumenta;
- IV. A quantidade de defeitos puntiformes e discordâncias por unidade de volume aumentam de várias ordens de grandeza.

Durante a deformação a frio ocorre uma liberação de energia pelo material, a maior parte dessa energia é perdida na forma de calor, todavia uma parte é absorvida pelo material, por exemplo, na laminação a frio de chapas de aço baixo carbono que sofreram grandes reduções, em torno de 70 – 90%, de 2 a 10% da energia utilizada na deformação é armazenada no material na forma de defeitos cristalinos (lacunas e discordâncias) (DOHERTY, 1974), sendo 90% desses defeitos discordâncias.

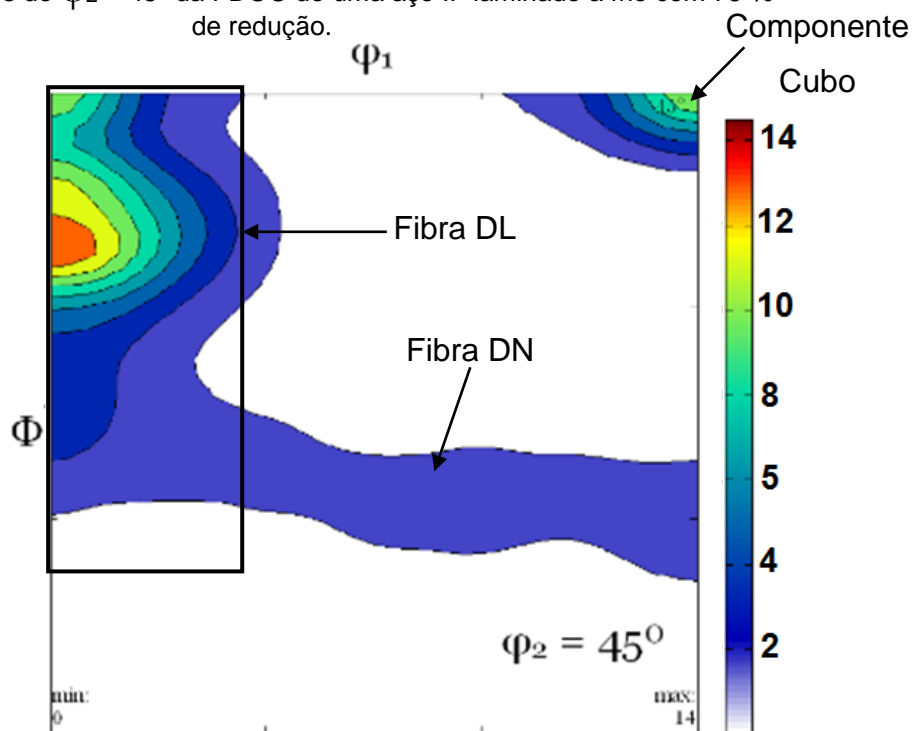
A forma como ocorre a destruição dos defeitos cristalinos (discordâncias) é mais importante para a recristalização do que a própria quantidade de defeitos (PADILHA e SICILIANO, 2005). As regiões que contêm maior quantidade de defeitos cristalinos contêm uma quantidade de energia armazenada sendo essa energia o potencial termodinâmico para o início da recristalização. Alguns autores chamam essas regiões de embriões de recristalização.

3.4.1 TEXTURA DE DEFORMAÇÃO

As estruturas de metais deformados a frio (por exemplo, aços laminados a frio) são frequentemente heterogêneas. As texturas de laminação a frio (deformação a frio) dos materiais CCC (cúbico de corpo centrado) se caracterizam por apresentarem suas orientações principais localizadas em duas fibras parciais: $\{111\}\langle uvw \rangle$, em regiões que armazenam alta energia de deformação, e $\{hkl\}\langle 110 \rangle$ aparecem em áreas com menor energia de deformação (MAGNUSSON, JENSEN e HUTCHINSSON, 2001). A primeira é chamada de fibra DN por ter várias componentes com as normais dos planos $\{111\}$ paralelas à direção normal ao plano da chapa. A segunda é chamada de fibra DL por ter várias orientações com as direções $\langle 110 \rangle$ paralelas à direção de

laminação. Além dessas fibras, em aços IF laminados a frio encontra-se também a chamada componente Cubo (001)[110], (VIANA e PAULA, 2003), observar a figura 3.32.

Figura 3.32 — Seções de $\varphi_2 = 45^\circ$ da FDOC de uma aço IF laminado a frio com 75 % de redução.



Fonte: (BARROS NETO, SANTOS, *et al.*, 2013)

Os aços IF deformados a frio são caracterizados por possuírem a fibra DL e componente Cubo em maior intensidade em relação a fibra DN, (VIANA e PAULA, 2003) e (PADILHA, FILHO, *et al.*, 2003)

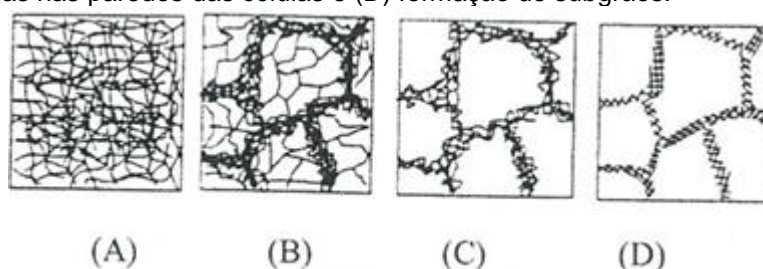
3.5 RECRISTALIZAÇÃO

As mudanças microestruturais que ocorrem durante o recozimento de um metal deformado a frio acontecem de maneira a diminuir a energia armazenada na deformação plástica. Essa diminuição de energia se dá por mecanismos de rearranjo e eliminação de defeitos cristalinos (lacunas e discordâncias) (PADILHA e SICILIANO, 2005). Todavia, para que esses mecanismos ocorram o material necessita ser aquecido a elevadas temperaturas, pois os mesmos são termicamente ativados.

No recozimento em metais deformados plasticamente ocorrem dois fenômenos: a recuperação e a recristalização.

Na recuperação há uma diminuição das lacunas e das discordâncias (pela aniquilação das discordâncias de sinais opostos) e as mesmas tendem a adquirir uma configuração que reduz a energia interna do metal (processo de poligonização), dando origem a sub-grãos, figura 3.33 (PADILHA e SICILIANO, 2005).

Figura 3.33 — Esquema das etapas da recuperação em metal deformado plasticamente: (A) emaranhados de discordâncias, (B) formação de células, (C) aniquilação de discordâncias nas paredes das células e (D) formação de subgrãos.



Fonte: (PADILHA e SICILIANO, 2005)

Durante esse fenômeno há uma recuperação parcial das propriedades mecânicas, mas não há mudanças nos contornos de grão da microestrutura.

O segundo fenômeno que ocorre durante o recozimento é a recristalização. Neste fenômeno há absorção de lacunas e discordâncias pela migração de contornos de grão e redução da área total de contornos de grão (PADILHA e SICILIANO, 2005). A recristalização pode ser definida como a eliminação de defeitos cristalinos através da migração de contornos de grão, ou seja, há formação de novos grãos com menor densidade de defeitos cristalinos (lacunas e discordâncias) e ocorre a substituição da microestrutura deformada (grãos alongados) por uma nova microestrutura (grãos equiaxiais).

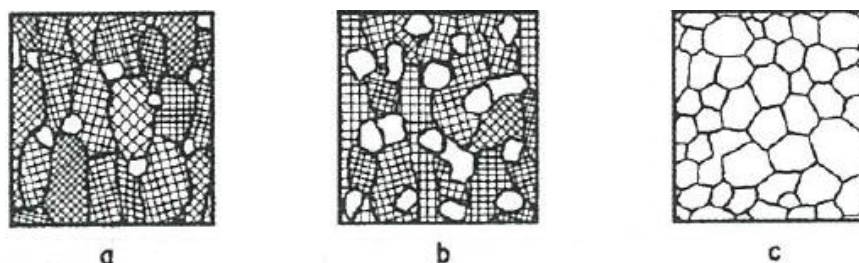
A recristalização se inicia com a nucleação de novos grãos (grão recristalizados) e posterior crescimento dos mesmos (movimentação dos contornos de grão). A nucleação acontece devido ao rearranjo das discordâncias, formando uma região livre de defeitos associado ao contorno de grão com alta mobilidade, portanto, capaz de migrar

rapidamente sobre a matriz encruada ou recuperada (PADILHA e SICILIANO, 2005).

Vários pesquisadores que estudaram a nucleação no sentido clássico verificaram que as energias envolvidas no processo não poderiam explicar com clareza o fenômeno da recristalização observado na recristalização de uma matriz deformada. Então foi aceito que a nucleação na recristalização ocorria a partir de pequenos volumes pré-existent na matriz deformada, conhecidos como sítios preferenciais de nucleação. Esses sítios seriam regiões de alta energia armazenada que possuem gradientes de orientação na microestrutura, normalmente associados com heterogeneidades microestruturais presentes, tais como contornos de grão, regiões ao redor de partículas e as heterogeneidades de deformação (HUMPHREYS & HATHERLY, 1996). Em metais, os sítios de nucleação seriam contornos de grão, bandas de transição, partículas de segunda fase ou precipitados, etc.

Com o decorrer do tempo a nucleação de grãos recristalizados vai crescendo e consumindo a estrutura deformada (não recristalizada) até que encontre outros grãos recristalizados. Esse processo acontece em toda a estrutura do material, tendo seu fim quando todos os contornos de grãos recristalizados, conhecidos como frente de reação, se encontram. Ao chegar ao final desse processo temos a chamada recristalização primária, ver figura 3.34.

Figura 3.34 — Representação esquemática da recristalização primária (a) início da recristalização, (b) 30% recristalizado e (c) completamente recristalizado (PADILHA e SICILIANO, 2005).

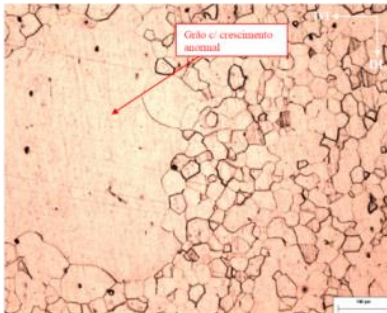


Fonte: (PADILHA e SICILIANO, 2005)

Ao completar a recristalização primária e mantendo o metal aquecido, os grãos recristalizados entram em outro estágio chamado de crescimento de grão. O crescimento de grão seria basicamente o crescimento de alguns grãos ao consumir outros. Assim como a recristalização primária, o crescimento de grão acontece quando há migração de contornos, mas com menor velocidade do que a recristalização. Os grãos crescem mantendo-se todos e em todo momento um tamanho próximo ao um tamanho médio, ou seja, crescem uniformemente.

Se, durante o crescimento de grão, apresentar algum fator que impeça ou limita o crescimento normal do grão, como por exemplo, precipitados no contorno de grão e impurezas em solução sólida, haverá um crescimento exagerado de alguns grãos englobando outros que permaneceram com seus tamanhos constantes. Esse fenômeno é conhecido como recristalização secundária (figura 3.35).

Figura 3.35 — Micrografia de um aço elétrico GNO (Grãos Não Orientados) laminado 50% e recozido a temperatura de 840 °C durante 1000 minutos.



Fonte: (FREITAS, 2011)

Burke e Turnbull (BURKE e TURNBULL, 1952) sintetizaram o conhecimento disponível sobre a recristalização em metais deformados plasticamente na forma de sete “leis”.

- 1) Para que a recristalização ocorra, é necessária uma deformação plástica mínima;
- 2) Quanto menor o grau de deformação, mais alta é a temperatura para início da recristalização;
- 3) Quanto mais longo o tempo de recozimento, menor é a temperatura necessária para ocorrência da recristalização;

- 4) O tamanho de grão final depende, fortemente, do grau de deformação e, fracamente, da temperatura de recozimento. Quanto maior o grau de deformação e/ou menor a temperatura de recozimento, menor será o tamanho de grão final;
- 5) Quanto maior o tamanho de grão original, maior é o grau de deformação necessário para que a recristalização se complete no mesmo tempo e temperatura de recozimento;
- 6) O grau de redução necessário para se obter um mesmo endurecimento por deformação, encruamento, aumenta com o aumento da temperatura de deformação. Para um dado grau de redução, quanto maior a temperatura de deformação, maior é a temperatura de recristalização e maior é o tamanho de grão final;
- 7) O aquecimento continuado após o término da recristalização causa crescimento de grão.

3.5.1 INFLUÊNCIA DOS PRECIPITADOS NA RECRISTALIZAÇÃO DE AÇO IF-Ti

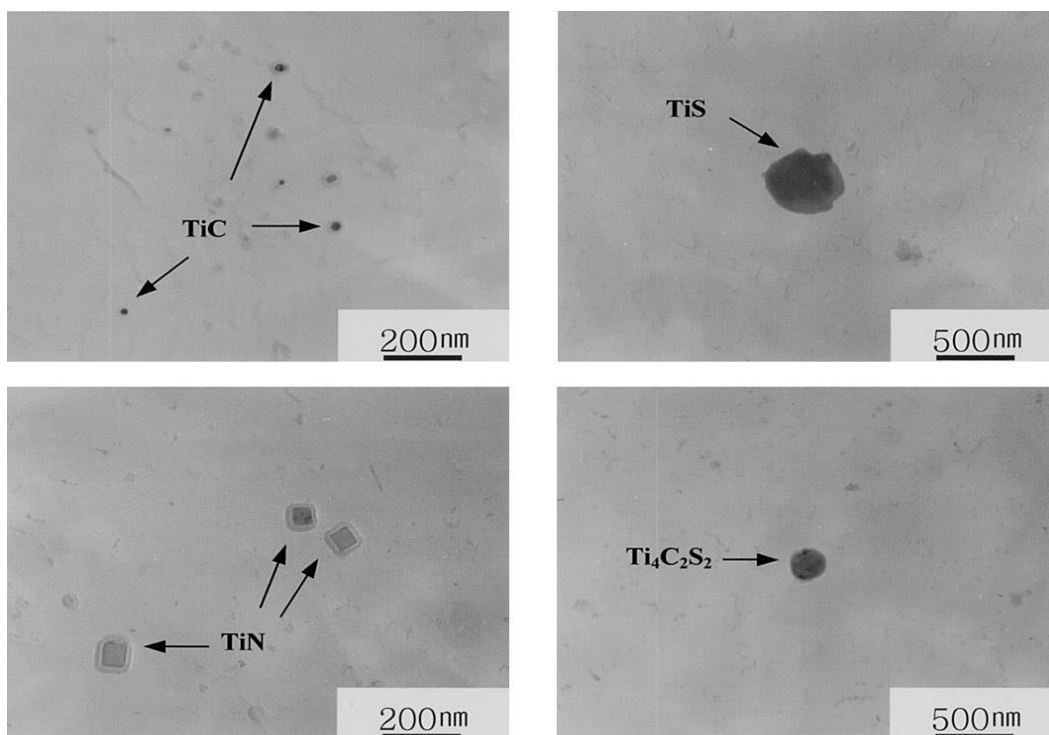
Como foi visto no item anterior, ao adicionar em aços IF elementos microligantes (elementos estabilizantes), no caso desse trabalho o Ti, poderá haver a formação de precipitados (precipitados de Ti).

Os precipitados presentes antes da deformação podem tanto acelerar como atrasar a posterior recristalização. Dispersões finas de precipitados em geral atrasam a recristalização, em comparação com soluções sólidas isentas de precipitados, enquanto dispersões grosseiras, contendo partículas maiores que $1\mu\text{m}$ e suficientes espaçadas, aceleram a recristalização. Para um determinado grau de deformação precipitados de tamanho menor que um tamanho crítico sempre retardam a recristalização, efeito este que é reduzido com o aumento do espaçamento entre partículas. Para precipitados com um tamanho maior que o tamanho crítico aparecerá um efeito retardador quando o espaço entre os mesmos for pequeno. Para distâncias muito grandes (número pequeno de precipitados), as partículas perdem o seu efeito e a

recristalização ocorre aproximadamente como no caso de uma liga monofásica (PADILHA, FILHO, *et al.*, 2003).

De acordo com Choi, (CHOI, SEONG, *et al.*, 2002), que comparou dois aços ultra baixo carbono laminados a frio (redução de 75%) com diferentes teores de Ti, o tipo de precipitado não se altera depois do tratamento de recozimento. Também segundo este autor, os precipitados de TiC e TiS possuem uma forma esferoidal enquanto os precipitados de TiN são retangulares, observar figura 3.36.

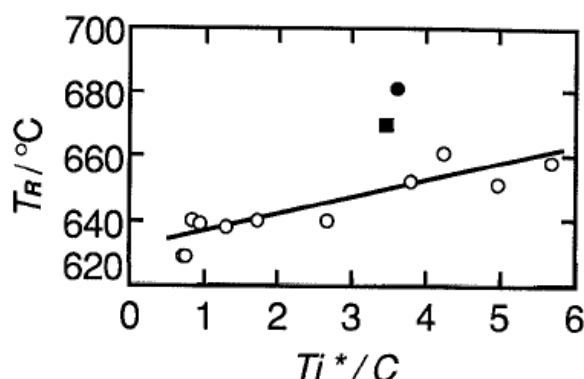
Figura 3.36 — Micrografias tiradas em um MET (Microscópio Eletrônico de Transmissão) mostrando os precipitados em um aço IF-Ti.



Fonte: (CHOI, SEONG, *et al.*, 2002)

Choi, (CHOI, SEONG, *et al.*, 2002), também comenta que a temperatura de recristalização é influenciada pela quantidade de TiC, mas Yoda *et al.*, (YODA, TSUKATANI, *et al.*, 1994), afirma que a temperatura de recristalização está mais fortemente relacionada com o teor de Ti em solução (figura 3.37).

Figura 3.37 — Variação da temperatura de recristalização em função do titânio (Ti) em solução, adaptada de.



Fonte: (YODA, TSUKATANI, *et al.*, 1994)

Choi, (CHOI, SEONG, *et al.*, 2002), concluiu que os precipitados de TiC interagem com as discordâncias retardando a recuperação e a recristalização durante o tratamento de recozimento. Capdevila, (CAPDEVILA, AMIGÓ, *et al.*, 2010), verificou que os precipitados são mais propensos a se formarem nos contornos de subgrãos atrasando ou mesmo impedindo a formação de grãos recristalizados.

3.5.2 TEXTURA DE RECRISTALIZAÇÃO

Em materiais deformados a frio, como em chapas de aço IF para estampagem, a textura de recristalização depende fortemente do grau de deformação aplicada (PADILHA, FILHO, *et al.*, 2003).

Na literatura existem duas teorias para explicar a formação da textura de recristalização em materiais deformados a frio (KIAEI, BACROIX e SCHMITT, 1995):

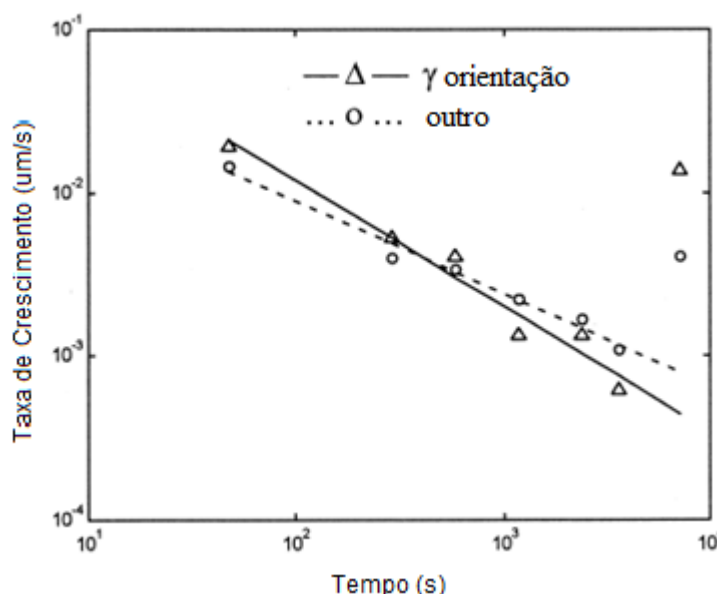
- (1) A Teoria da Nucleação Orientada assume que grãos especiais ou contornos de grãos agem como sítios preferenciais para a nucleação dependem da orientação: a nucleação pode ocorrer por meio de subgrãos coalescentes dentro dos grãos com uma alta energia armazenada e altos ângulos relativos entre os subgrãos ou através de deformações induzidas por migração de contornos de grãos entre grão de baixa energia armazenada, favorecendo a nucleação de

grãos de baixa energia armazenada. No caso de laminação a frio de aços de baixo carbono, acredita-se que o primeiro mecanismo favorece a nucleação de grãos com a textura $(111)\langle uvw \rangle$ (isto é, contem um alta energia armazenada), enquanto o segundo favoreceria a nucleação de grãos com textura $(100)\langle uvw \rangle$ (isto é, com baixa energia armazenada).

- (2) A Teoria do Crescimento Seletivo envolve o rápido aumento do tamanho do núcleo caracterizado por um ângulo particular com a respectiva matriz. Onde certos contornos de grão são menos móveis do que outros.

Magnusson, (MAGNUSSON, JENSEN e HUTCHINSSON, 2001), em seus resultados mostra que a recristalização em aço IF-Ti ocorre pela teoria da nucleação orientada. Em um dos seus resultados, gráfico da figura 3.38, demonstra que não há diferença significativa entre as taxas de crescimento dos grãos da fibra DN e de outras orientações. A mesma autora comenta que os principais sítios de nucleação são os grãos deformados com a orientação $\{111\}$ paralelo ao plano da chapa, (HUTCHINSON, 1992).

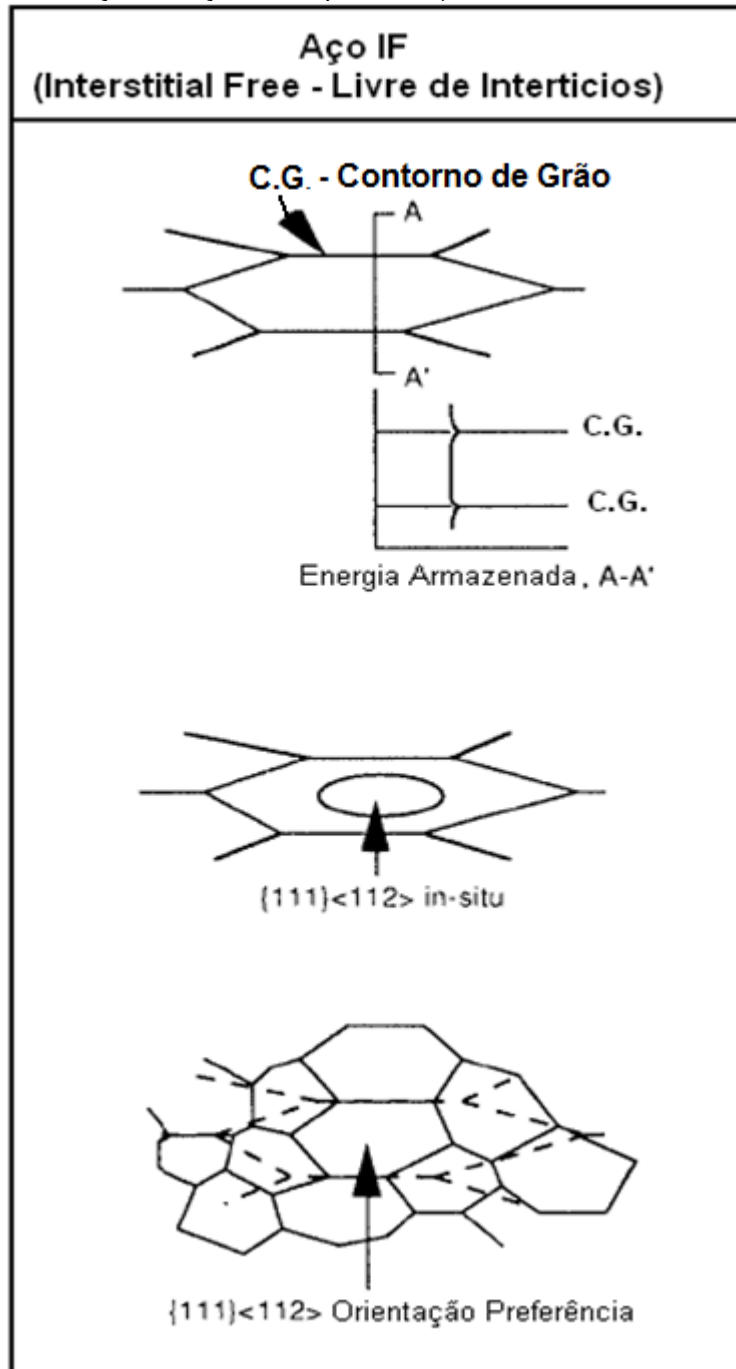
Figura 3.38 — Taxa de crescimento para grupos de orientação. Linha continua corresponde à fibra- γ (fibra DN) e linha tracejada corresponde a outras orientações.



Fonte: (MAGNUSSON, JENSEN e HUTCHINSSON, 2001)

De acordo com Nagataki e Hosoya, (NAGATAKI e HOSOYA, 1996), o mecanismo de formação de textura de recristalização em aço IF laminados a frio ocorre na seguinte forma (figura 3.39): os grãos de ferrita são deformados homogeneamente durante a laminação a frio independente da heterogeneidade da microestrutura devido à diminuição da força entre os contornos de grãos causados pela eliminação dos elementos intersticiais. Com isso também há a redução de pontos de nucleação dos grãos com a orientação $\langle 110 \rangle$ paralela à direção normal de laminação dentro da matriz deformada com orientação $\{111\}\langle 112 \rangle$. Consequentemente a recristalização dos grãos $\{111\}\langle 112 \rangle$ pode se desenvolver dentro da matriz de orientação $\{111\}\langle 112 \rangle$ consumindo os grãos com orientações $\langle 100 \rangle$ e $\langle 211 \rangle$.

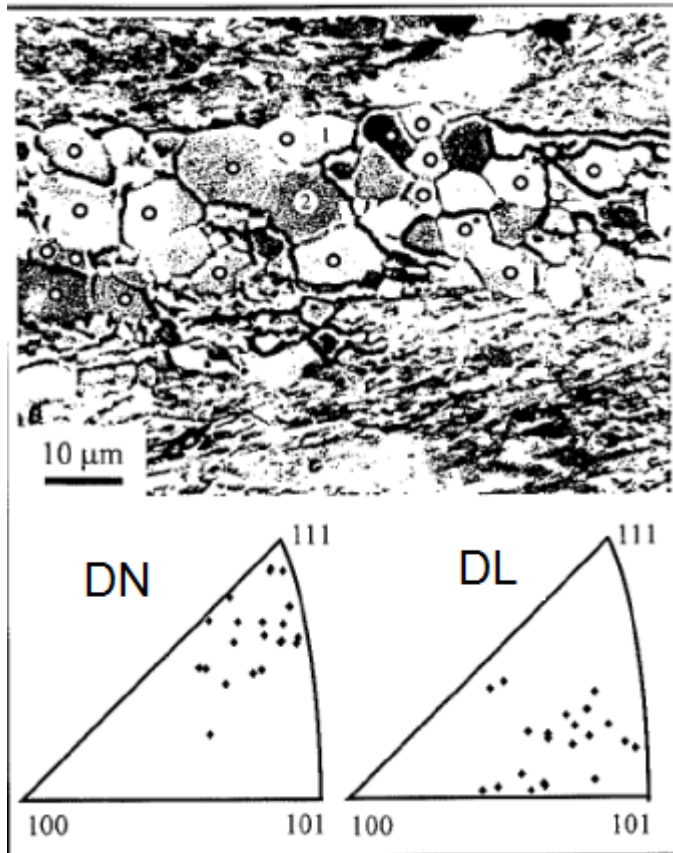
Figura 3.39 — Diagrama mostrando esquematicamente o mecanismo de formação da textura de recristalização no Aço IF. Adaptada de (NAGATAKI e HOSOYA, 1996).



Fonte: (NAGATAKI e HOSOYA, 1996)

A figura 3.40 mostra uma imagem obtida por EBSD de uma amostra de aço IF com 10% de grãos recristalizados, demonstrando que ocorreu um grande número de nucleação de grãos na matriz deformada. Muitos dos grãos recristalizados estão com a orientação próxima a da fibra DN (BARNETT e KESTENS, 1999).

Figura 3.40 — Imagem de EBSD de uma amostra de Aço IF-Ti (deformado 65%) e 10% recristalizado. As orientações dos grãos são dadas na forma de figura pólo inversas. DN – Direção Normal e DL – Direção de Laminação.



Fonte: (BARNETT e KESTENS, 1999)

A grande maioria dos trabalhos encontrados na literatura afirma que a teoria que prevalece para explicar a recristalização em aços IF-Ti é a Teoria da Nucleação Orientada.

4 MATERIAIS E METÓDOS

4.1 MATERIAL

Para a realização deste trabalho, foi utilizado um aço IF (IntertitialFree) com teor de carbono da ordem de 40ppm. O mesmo foi produzido e processado em escala industrial nas instalações da empresa USIMINAS. O material possuía composição química de acordo com a tabela 4.1.

Tabela 4.1 — Composição química do aço IF usado do estudo.

C	Mn	Si	P	S	Al	Nb	V	Ti
0,004	1,13	0,02	0,054	0,009	0,05	0,002	0,003	0,055

Fonte: Usiminas

Durante o processamento ele passou pelas etapas de laminação a quente, laminada a frio e recozimento, respectivamente.

4.2 LAMINAÇÃO A FRIO

Após o processo de Laminação a Quente o material foi direcionado para o processo denominado de Laminação a Frio. A mesma foi realizada em um laminador industrial na própria empresa, porém, antes de realizar a laminação a frio o material passou pela decapagem, onde o material é imerso em solução de ácido clorídrico promovendo a limpeza superficial.

O material em estudo sofreu uma redução de 75% na sua espessura em 5 passes, inicialmente de 2,953 mm para 0,7 mm na espessura final. A sequência dos passes na Laminação a Frio é mostrada na tabela 4.2.

Tabela 4.2 — Sequência dos passes na laminação, mostrando a redução da espessura de um passe para o outro.

Parâmetro	Unidade	Espessura inicial	1º Passe	2º Passe	3º Passe	4º Passe	5º Passe
Espessura	mm	2,953	2,101	1,435	1,021	0,726	0,7

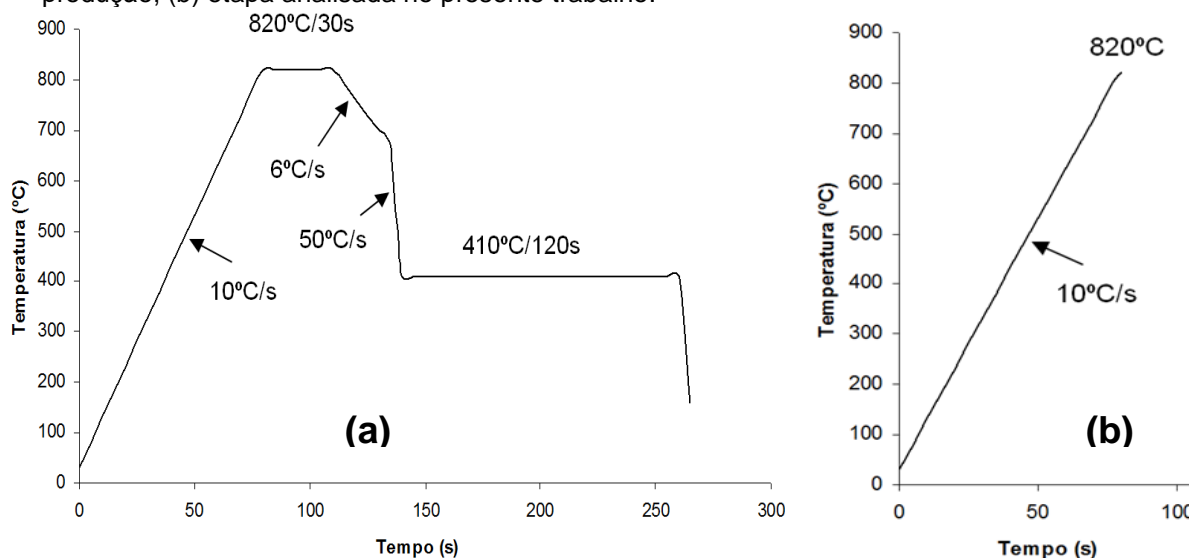
Fonte: Usiminas

4.3 RECOZIMENTO CONTÍNUO

Após a laminação a frio, o material (aço IF) foi encaminhado para o processo de recozimento contínuo.

A etapa de aquecimento do recozimento contínuo seguiu o ciclo mostrado na figura 4.1a. Para simular o recozimento contínuo, as amostras parcialmente recristalizadas foram obtidas por intermédio de simulação do tratamento térmico em um equipamento da marca GLEEBLE. Durante a simulação do recozimento foram extraídas amostras nas seguintes temperaturas: 730, 740, 750, 760, 770, 780, 790, 800, 810 e 820 °C durante o aquecimento do ciclo térmico (figura 4.1b). Ao retirar cada amostra na dada temperatura, ela foi resfriada rapidamente em água. O objetivo da retirada das amostras em várias temperaturas foi avaliar o grau de recristalização (recristalização parcial) em cada temperatura.

Figura 4.1 — (a) Ciclo de recozimento contínuo na qual aço IF submetido na sua produção, (b) etapa analisada no presente trabalho.



Fonte: Usiminas

4.4 PREPARAÇÃO METALGRÁFICA E MICROSCOPIA ÓTICA

Amostras retangulares 15 x 10 mm do material em todas as condições de recristalização parcial já citadas foram preparadas metalograficamente seguindo a sequência de atividades:

- ✓ Embutimento das amostras com baquelite através de máquina de embutimento a quente;
- ✓ Lixamento (granulometria das lixas: 220, 320, 400, 600 e 1200);
- ✓ Polimento mecânico com pasta de diamante 6, 3 e 1 μ m;
- ✓ Ataque químico por imersão em nital 4% (solução de 4% ácido nítrico + 96% de álcool etílico PA) por um tempo entre 3 e 5 segundos.

Após a preparação metalográfica foi feito o registro fotográfico da microestrutura das amostras no Microscópio Ótico Digital (marca LEICA – modelo DMI 3000 M) com aumentos de 200 e 500X.

4.5 MEDIDAS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (ANÁLISE DE TEXTURA)

Com o objetivo de analisar a textura cristalográfica (macrotextura) do material em sua recristalização parcial, amostras retangulares 15 x 25 mm foram lixadas até meia espessura e atacadas quimicamente por imersão em solução de 5% de ácido fluorídrico + 95% de peróxido de hidrogênio. O objetivo do ataque é eliminar as tensões superficiais do processo de lixamento.

Após o ataque, as amostras foram submetidas à técnica de difração de raios-X com radiação de cobalto. O equipamento utilizado para esta etapa foi um Difrátômetro de Raios-X (marca PHILIPS – modelo X'PERT). O *software* utilizado para aquisição dos resultados de difração de raios-X foi o X'PERT DATA COLLECTOR da PHILIPS. O processamento dos dados de textura e a construção das FDOC's foram feitos por meio dos *softwares* MTex e LABOTEX 3.0.

4.6 MEDIDAS DE EBSD (ANÁLISE DE TEXTURA)

Amostras retangulares 12 x 11 mm preparadas segundo o roteiro do item 4.4 foram submetidas a um polimento mecânico com sílica coloidal por um tempo entre 2 e 4 horas. Esse procedimento foi realizado por meio de uma máquina de polimento automática (marca BUEHLER – modelo MINIMET 1000) com velocidade em torno de 15 rpm e força de 1 lbf.

Após o polimento automático, as amostras foram submetidas à técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) para análise da orientação individual dos grãos. Utilizou-se um Microscópio Eletrônico de Varredura (marca PHILIPS – modelo XL 30) equipado com sistema de EBSD. O *software* utilizado nas aquisições e processamento de EBSD foi o Channel 5 da Oxford.

4.7 MEDIDAS DE MICRODUREZA

Visando uma comprovação do grau de recristalização nos materiais, foram realizadas medições de microdureza em amostras retangulares 12 x 11 mm. A superfície onde foram realizadas as medidas foi preparada por meio de lixamento com a mesma sequência de granulometrias adotada no item 4.4.

O equipamento utilizado para medição de microdureza foi um Microdurômetro (marca SHIMADZU – modelo HMV), com carga de 100g e por um tempo de 15s. Foram realizadas em cada amostra uma sequência de dez medidas dispostas de acordo com a figura 4.2. A média aritmética das medidas foi realizada de 8 valores (excluídos o maior e menor valor das 10 medidas).

Figura 4.2 — Perfil de impressões nas medições de microdureza.

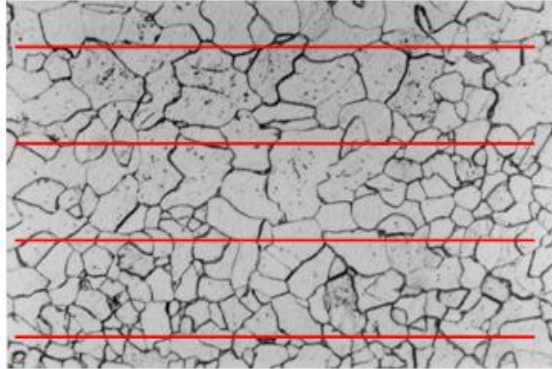


Fonte: Elaborado pelo autor.

4.8 MEDIÇÃO DO TAMANHO DE GRÃO

A medição do tamanho de grão nas amostras foi realizada conforme o método dos interceptos, de acordo com a norma ABNT / NBR 11568. O método consiste em traçar segmentos sobre uma micrografia do material conforme mostrado na figura 4.3.

Figura 4.3. Método manual para medição de tamanho de grão em materiais metálicos.



Fonte: (FREITAS, 2003)

O diâmetro do grão é dado pela equação 4.1.

$$d = \frac{L}{N \cdot A} \quad (4.1)$$

Onde:

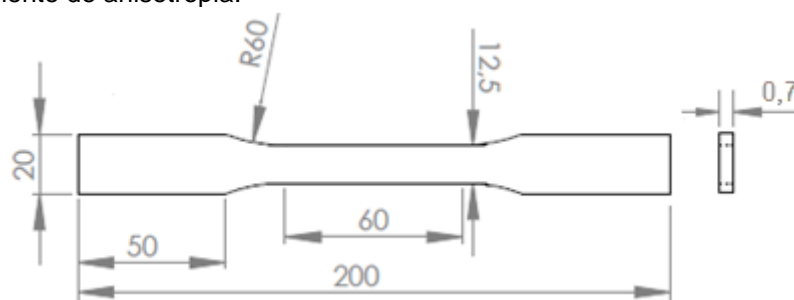
- d é o diâmetro do grão (mm ou μm);
- L é comprimento de cada segmento;
- N é o número de interceptos que o segmento faz com o contorno do grão;
- A é o aumento real da micrografia.

Na contagem do valor N , contornos triplíceis contam 1,5 e se o segmento apenas tangenciar um contorno de grão, conta-se 0,5.

4.9 MEDIÇÃO DO COEFICIENTE DE ANISOTROPIA (COEFICIENTE DE LANKFORD)

O Coeficiente de anisotropia é dado pela equação 3.3, para se determinar os valores utilizados na equação foi necessária a realização do ensaio de tração nos corpos de provas (CP) segundo a norma ASTM E-517-81. O desenho do corpo de prova pode ser visualizado na figura 4.4.

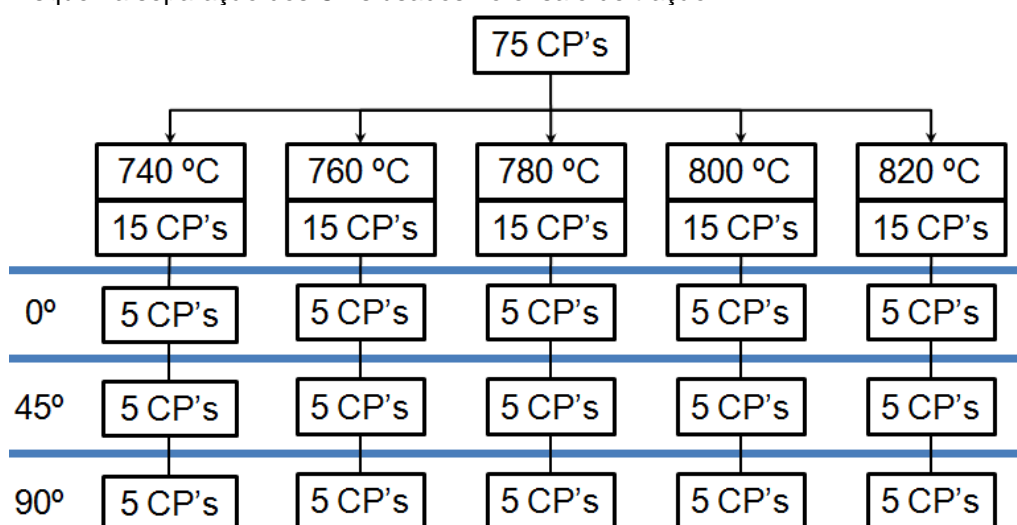
Figura 4.4 — Desenho do Corpo de Prova, de acordo com a norma ASTM E-517, para a medida do coeficiente de anisotropia.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Os CP's foram retirados de chapas de aço IF com 0,7 mm de espessura. Foram confeccionados 75 CP's onde se dividem em 25 CP's retirados a 0° com a direção de laminação (DL), 25 CP's a 45° com a DL e 25 CP's a 90° com a DL.

Figura 4.5 — Esquema separação dos CP's usados no ensaio de tração.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A norma ASTM E 517 determina que o material deva ser deformado até um alongamento tal que já se tenha ultrapassado qualquer ponto de escoamento, ao mesmo tempo em que não se tenha atingido o limite de resistência à tração. A norma indica que a deformação esteja em torno de 15% do comprimento inicial do CP.

Os valores do coeficiente de anisotropia normal e do coeficiente de anisotropia planar foram determinados através das equações 3.4 e 3.5, respectivamente.

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina universal de ensaios, capacidade máxima 2000 kgf (20kN), modelo DL2000 da marca EMIC, localizada no Laboratório de Metrologia do SENAI-CE (LMS), unidade do município de Maracanaú.

Figura 4.6 — Máquina Universal de ensaios usado nos ensaios de tração.



Fonte: Elaborado pelo autor.

As medidas das dimensões da largura realizadas nos corpo de provas antes e depois dos ensaios de tração foram realizadas com o auxílio de um paquímetro e micrômetro, ambos calibrados de acordo com as especificações do INMETRO. Em cada corpo de prova foram realizadas 3 medidas das dimensões retirando a média aritmética sendo essa o valor da medida adotado no calculo do coeficiente de anisotropia.

Em cada corpo de prova foram realizadas três medições da largura em regiões diferentes, retirando a média das medições, sendo o valor usado no cálculo do coeficiente de anisotropia. Em cada temperatura foram calculados 5 valores de coeficiente de anisotropia.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A seguir serão mostrados os resultados dos ensaios propostos e juntamente a discussão dos mesmos.

5.1 ANÁLISE DA MICROESTRUTURA E MICRODUREZA

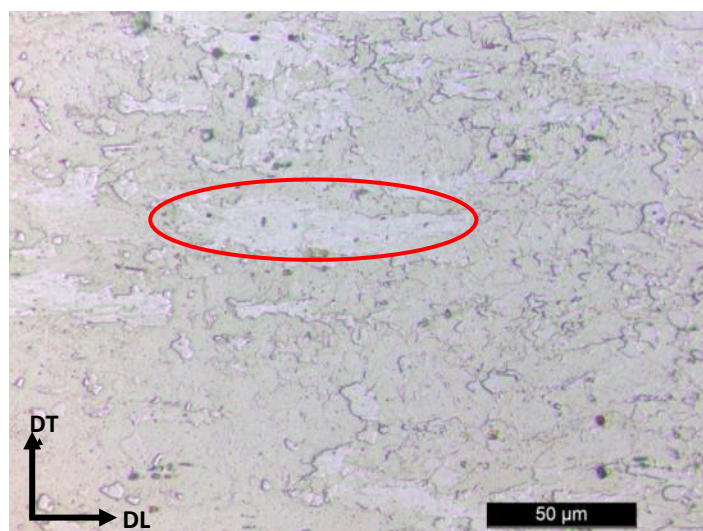
As figuras 5.1 a 5.10 mostram as microestruturas das amostras de Aço IF (Intertitial Free, em torno de 40ppm de C) retiradas em diferentes temperaturas, durante a etapa de aquecimento do recozimento.

Figura 5.1 — Micrografia da amostra retirada na temperatura de 730 °C. Ataque Nital 4%.



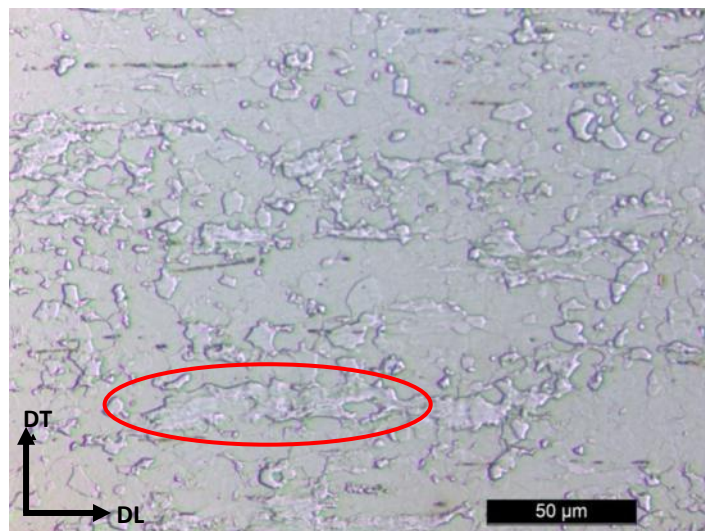
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.2 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 740 °C. Ataque Nital 4%.



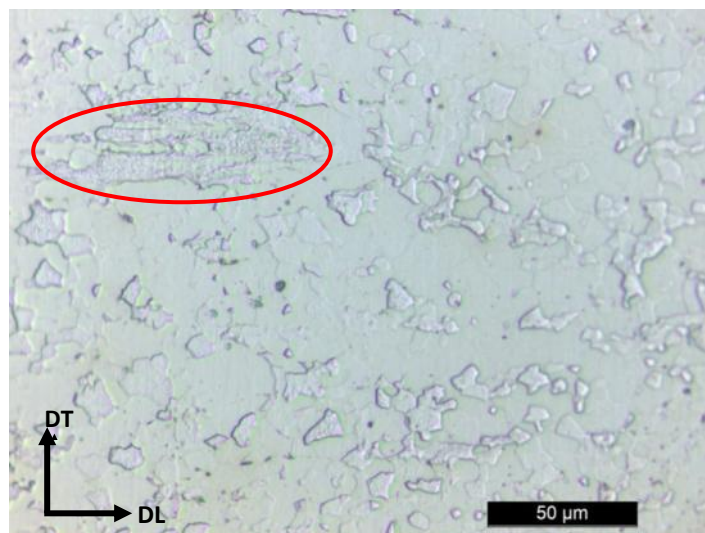
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.3 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 750 °C. Ataque Nital4%.



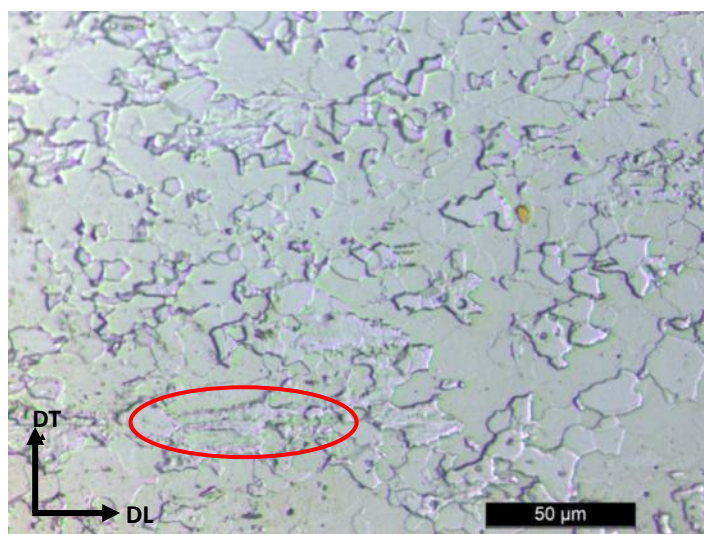
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.4 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 760 °C. Ataque Nital4%.



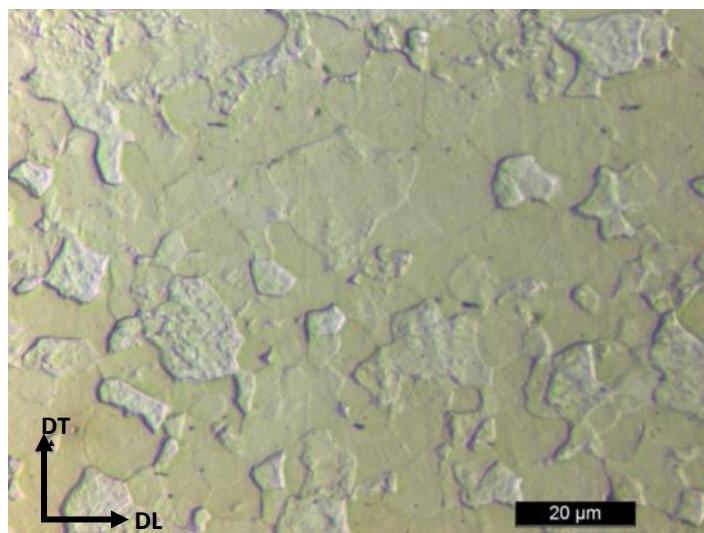
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.5 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 770 °C. Ataque Nital4%.



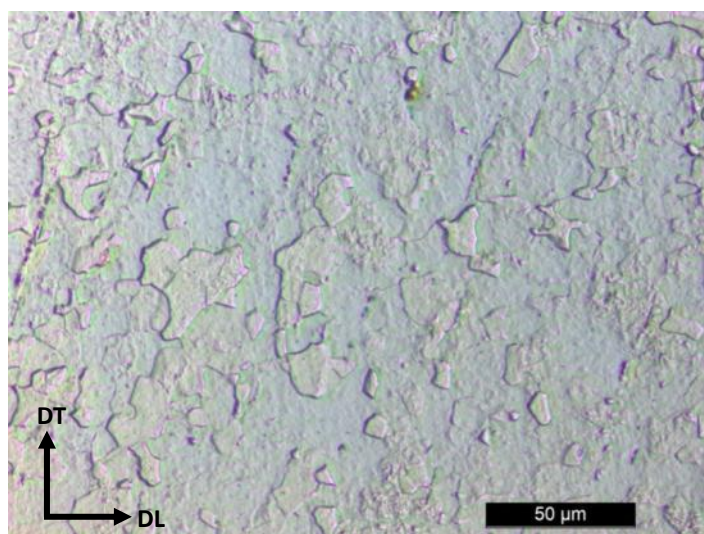
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.6 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 780 °C. Ataque Nital4%.



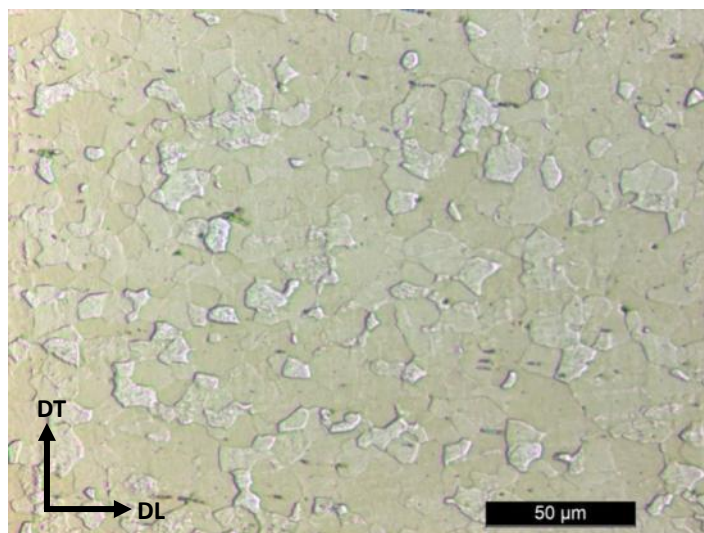
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.7 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 790 °C. Ataque Nital4%.



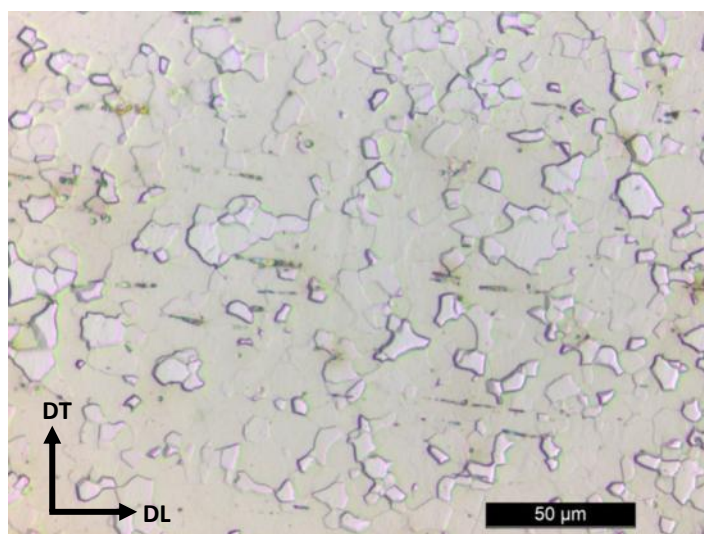
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.8 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 800 °C. Ataque Nital 4%.



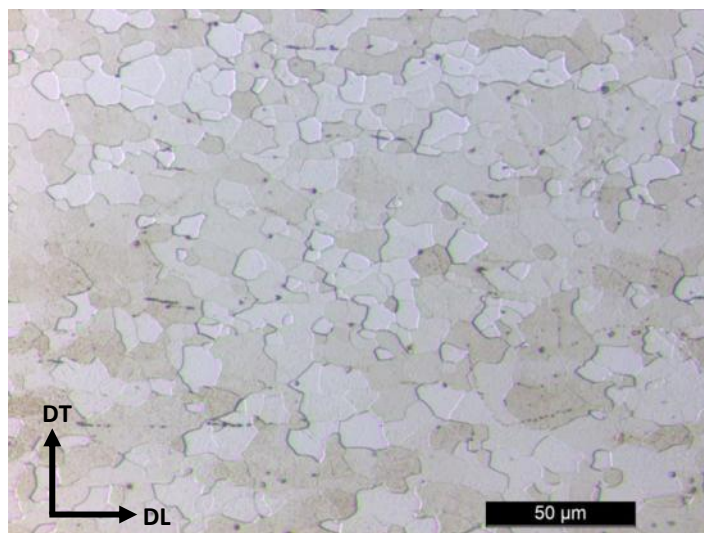
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.9 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 810 °C. Ataque Nital4%.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.10 — Micrografias da amostra retirada na temperatura de 820 °C. Ataque Nital 4%.



Fonte: Elaborado pelo autor.

As micrografias apresentaram microestruturas basicamente de grãos ferríticos, não constatando presença de outras fases, independente da temperatura em que foram retiradas. Este fenômeno pode ser explicado pelo baixíssimo teor de carbono (em torno de 40ppm de C), além da presença de titânio que tem a finalidade de combinar com o

carbono e o nitrogênio para a formação de precipitados (carbonetos e nitretos), ver figura 5.14, não permitindo, assim, que fiquem em solução.

Com o aumento da temperatura, observa-se a substituição dos grãos alongados (indicados por elipses vermelhas), devido à deformação plástica, por uma nova estrutura de grãos equiaxiais, esse fato deve-se ao fenômeno de recristalização (ver as figura 5.1 a 5.10). Ou seja, pode-se observar a evolução da recristalização de acordo com as micrografias e o aumento do tamanho dos grãos recristalizados (ver figura 5.13).

A figura 5.1 (temperatura de 730 °C) apresenta regiões recristalizadas e pode-se verificar também a presença de grãos alongados (não recristalizados).

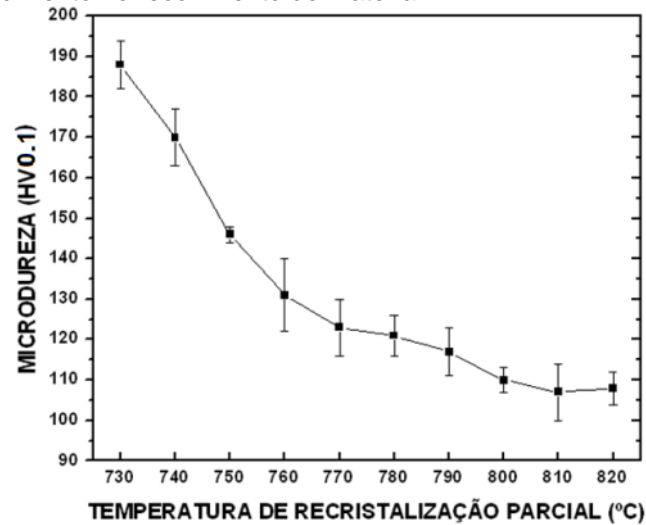
Na micrografia da amostra retirada na temperatura de 780 °C (Figura 5.6) verificou-se que não há mais presença de grãos alongados, ou seja, a microestrutura constitui-se de grãos equiaxiais, mas não se pode afirmar que o material está completamente recristalizado, pois na microestrutura do material pode haver a presença de subgrãos em grãos deformados, não identificados por microscopia ótica.

No estudo realizado por Verbeken *et al.*, (VERBEKEN, KESTENS e JONAS, 2003), num aço ultra baixo carbono, laminado a frio com 70% de redução e sem elementos microligantes, a completa substituição dos grãos alongados por grãos equiaxiais ocorre em 740 °C. Portanto, em uma temperatura mais baixa do que a encontrada no presente estudo. Uma explicação para esse fato seria a presença do titânio como elemento microligante, que ao formar precipitados (FILHO, LIMA, *et al.*, 2003), retardaria esse fenômeno no material (CHOI, SEONG, *et al.*, 2002) e (CAPDEVILA, AMIGÓ, *et al.*, 2010).

Outro método de avaliar a evolução da recristalização é através da medida da microdureza Vickers, vista na figura 5.11.

Os valores da microdureza foram relacionados com a temperatura, tendo o objetivo de se acompanhar o processo de recristalização, possuindo assim um meio de comparação com os resultados das micrografias.

Figura 5.11 — Evolução da microdureza em função da temperatura que a amostra foi retirada durante o aquecimento no recozimento do material.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Ao observar-se a relação da microdureza com a temperatura, verificou-se que entre as temperaturas de 730 e 770 °C, o valor da microdureza diminui de forma rápida e contínua. Já a partir da temperatura de 780°C, o valor da microdureza continua a diminuir, porém de forma mais lenta. Já em 800 °C, a microdureza estabiliza-se até 820 °C.

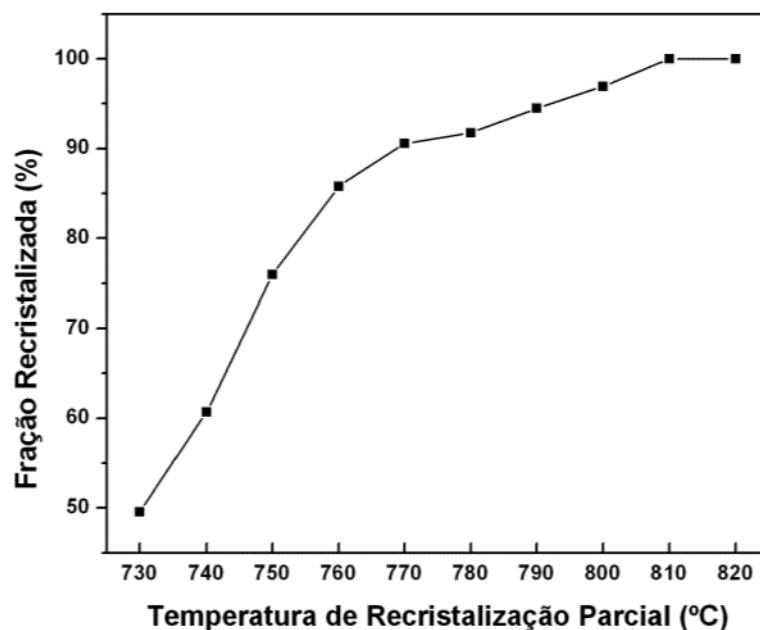
Gazder (GAZDER, HAZRA, *et al.*, 2010) relacionou a fração recristalizada com a microdureza Vickers através da equação 5.1, podendo estimar a fração recristalizada do material,

$$X = \frac{H_L - H_T}{H_L - H_0} \quad (5.1)$$

onde H_L é a dureza após laminação a frio, H_T é a dureza da amostra retirada em cada temperatura e H_0 é a dureza da amostra totalmente recristalizada (amostra retirada a 820 °C).

A relação entre a microdureza Vickers e a fração recristalizada, figura 5.12, mostra que quanto maior a temperatura de recristalização parcial maior a fração recristalizada. Estando este resultado compatível com os observados nas micrografias e da microdureza.

Figura 5.12 — Relação entre a microdureza Vickers e a fração recristalizada, em amostras de Aço IF retiradas em diferentes temperaturas durante o aquecimento do Recozimento.

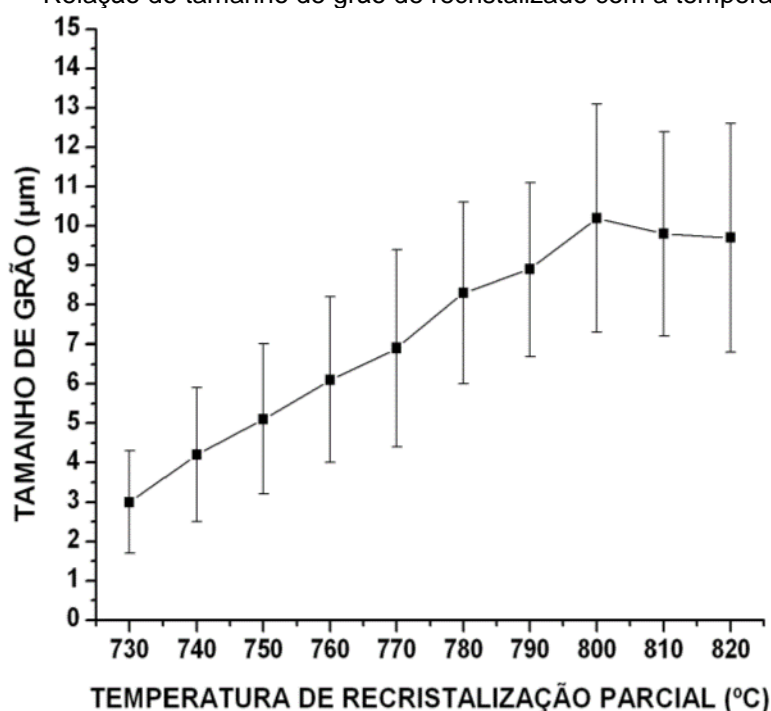


Fonte: Elaborado pelo autor.

Observa-se que em 780 °C o valor da fração recristalizada continua a aumentar, indicando que o processo de recristalização não foi finalizado, mas, de acordo com o gráfico em 810 °C, o material está 100% recristalizado.

Outro resultado que contribui para confirmação de que a recristalização completa não ocorre em 780°C, seria através da medida do tamanho médio dos grãos recristalizados, ver figura 5.13. O tamanho de grão recristalizado foi medido com o auxílio do programa de processamento de imagens, Image J ®, utilizando micrografias com aumento de 500X.

Figura 5.13 — Relação do tamanho de grão de recristalizado com a temperatura.

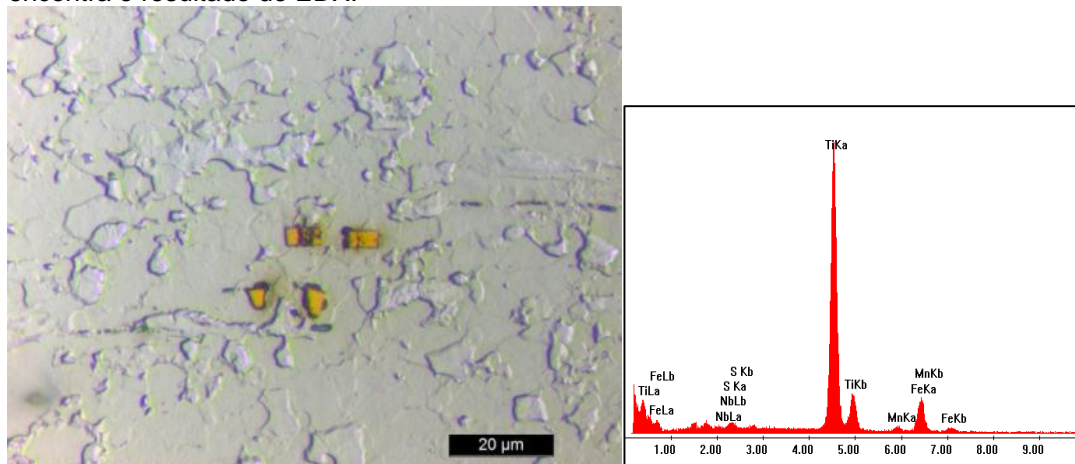


Fonte: Elaborado pelo autor.

Com relação ao tamanho médio de grão recristalizado, verifica-se um crescimento rápido e progressivo entre 730 °C e 800 °C, passando rapidamente de 3 μm para 10 μm, chegando a ser praticamente linear. Entre 800 °C e 820 °C, os tamanhos médios dos grãos mantiveram-se praticamente constantes em 10 μm.

Conforme citado anteriormente, o Ti possui a finalidade de se combinar com o C e N formando precipitados. Os precipitados encontrados nas amostras podem ser observados na figura 5.14, possuindo uma geometria retangular e trapezoidal, coloração amarela e um tamanho médio de 6μm (± 2), sendo encontrados em todas as temperaturas. A composição química dos precipitados foi comprovada por EDX, mostrando que são precipitados de Ti (carbonetos (TiC) e nitretos (TiN)).

Figura 5.14 — Precipitados formados pela combinação do Ti com o C e N, com a finalidade de retirar o C e o N da solução (**CAPDEVILA, AMIGÓ, *et al.*, 2010**). Esquerda encontra o resultado do EDX.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Assim como concluído por Choi, (CHOI, SEONG, *et al.*, 2002), os precipitados encontrados não variaram com a mudança da temperatura, não ocorrendo mudanças nas suas geometrias, composições químicas e a distância média entre eles. Sendo distribuídos de forma homogênea e muito dispersos.

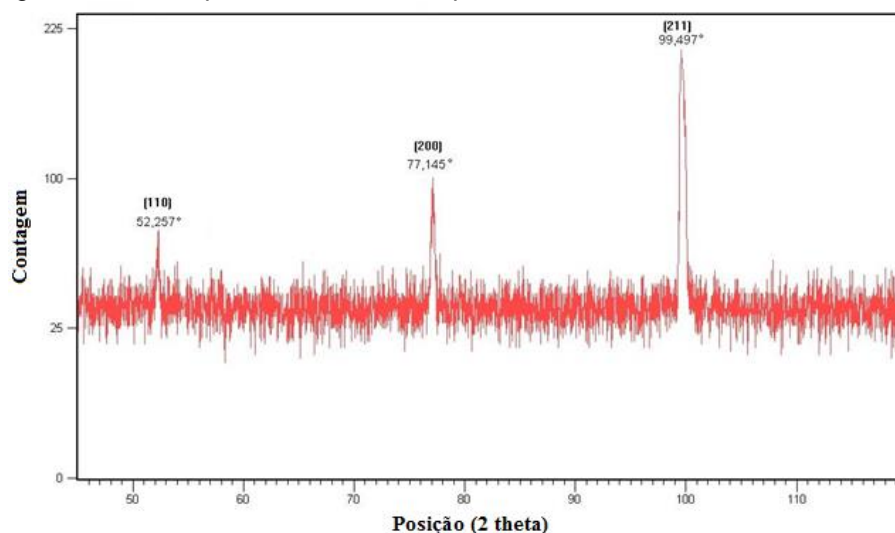
Outro fato não observado é a influência dos precipitados no crescimento de grão durante a recristalização, pois, de acordo com Satoh, *et al.*, (SATO, T. e TSUNOYAMA, 1986), os precipitados de Ti(C,N) influenciam no retardamento do crescimento de grão durante a recristalização (*effect pinning*). Entretanto, por possuírem um alto espaçamento entre si, o material se comportou como uma liga monofásica (FILHO, LIMA, *et al.*, 2003).

Porém, conforme citado anteriormente, os precipitados podem retardar a nucleação dos grãos recristalizados e assim aumentar a temperatura de início da recristalização.

5.2 ANÁLISE DA TEXTURA (Difração de raios-X)

Nas amostras, foram realizadas varreduras para a verificação dos ângulos, dos quais os raios-X sofrem interferência construtiva de onda, os chamados picos de difração. Com isso, podem-se determinar os planos cristalográficos onde há difração, sendo esses planos característicos da estrutura cristalina. Em todas as amostras os resultados foram os mesmos, por esse motivo, será apresentado apenas um resultado (figura 5.15).

Figura 5.15 — Difratoograma do Aço IF, mostrando os ângulos de difração e o plano cristalográfico de cada pico difratado. Corresponde a amostra de 820 °C.

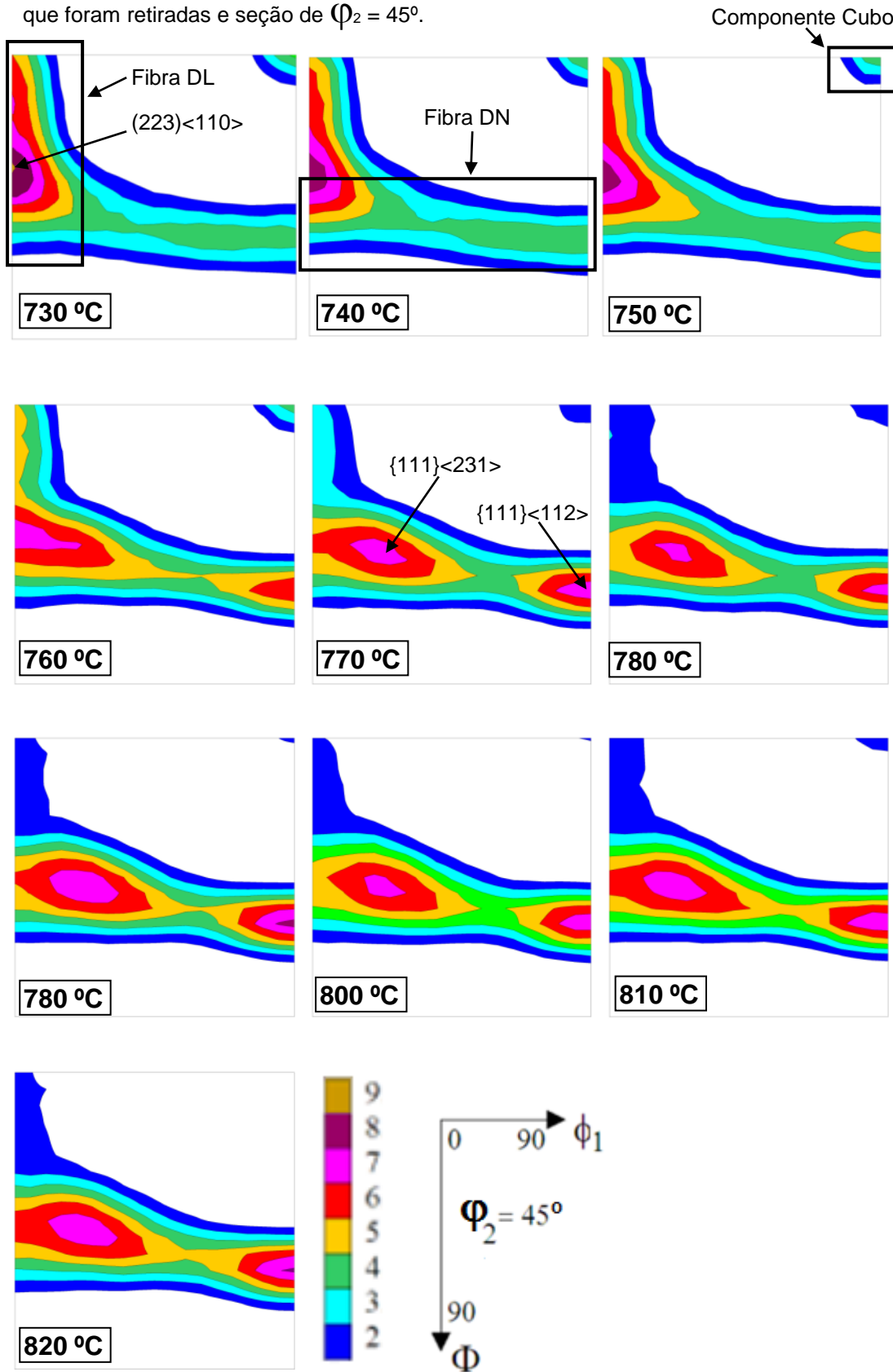


Fonte: Elaborado pelo autor.

A figura 5.15 mostra que os planos onde ocorre difração são (110), (200) e (211), estes planos são característicos da estrutura ferrítica.

Nas figuras 5.16a até 5.16j são mostradas as FDOC's calculadas a partir das figuras de polo dos planos difratados, medidas na difração de raios-X e representadas na seção de $\varphi_2 = 45^\circ$.

Figura 5.16 — Evolução da textura com o aumento da temperatura durante o aquecimento do recozimento. As FDOC's estão dispostas de acordo com a temperatura que foram retiradas e seção de $\Phi_2 = 45^\circ$.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Ao comparar as FDOC's das amostras nas retiradas em 730 °C e 740 °C, praticamente não houve alterações nas FDOC's, mantendo as intensidades das fibras DL (sendo a componente $(223)\langle 110 \rangle$ mais intensa), DN (não apresentando componentes preferenciais) e na componente Cubo Girado. Como se pode observar nas figuras 5.1 e 5.2 há presença de grãos recristalizados e as FDOC's apresentadas são características do estado deformado (figura 5.16). Portanto, os grãos deformados influenciam de forma mais intensa a textura (BARNETT e KESTENS, 1999).

A FDOC calculada para a amostra retirada na temperatura de 750°C mantém as mesmas características das temperaturas anteriores (as intensidades das fibras DL e DN e da componente Cubo se mantêm), diferenciando no surgimento de uma componente preferencial na fibra DN ($\{111\}\langle 112 \rangle$), podendo ser associada ao aumento do número de grãos nucleados (ver figura 5.13) com essa componente. Pois, de acordo com Nagataki e Hosoya, (NAGATAKI e HOSOYA, 1996), os grãos com a orientação $\{111\}\langle 112 \rangle$ possuem preferência na nucleação, principalmente na matriz deformada de orientação $\{111\}\langle 112 \rangle$.

A FDOC calculada da amostra retirada em 760°C. Observa-se que há diminuição da intensidade da fibra DL (caindo de 6 par 5), mas a componente $\{111\}\langle 110 \rangle$ se manteve com um alto valor, igual a 7. A componente Cubo manteve-se sem qualquer alteração na sua intensidade, significando que nesta temperatura os grãos deformados, contendo esta componente, não foram afetados ou, por outro lado, estão surgindo grãos recristalizados com essa orientação.

A fibra DN apresentou um aumento na sua intensidade como um todo, ocorrendo a elevação da intensidade da componente preferencial $\{111\}\langle 112 \rangle$ de forma mais intensa, podendo estar relacionada à nucleação e crescimento dos grãos com essa componente, na qual está consumindo principalmente os grãos de orientação pertencente a fibra DL (URABE e JONAS, 1994).

Ao calcular a FDOC da amostra retirada na temperatura de 770 °C pode-se observar que a fibra DL continua desaparecendo, ou seja, reduzindo ainda mais a sua intensidade, passando de 5 para 3. Apenas permanecendo a componente $\{111\}\langle 110 \rangle$ com alta intensidade, mas teve uma leve queda de 7 para 6. Significando que esta orientação pertence tanto aos grãos deformados quanto a alguns grãos recristalizados (URABE e JONAS, 1994). A componente Cubo teve uma forte diminuição em sua intensidade, caindo de 4 para 2, significando que muitos dos grãos com essa orientação foram consumidos.

Já a intensidade da fibra DN continua a aumentar e a componente $\{111\}\langle 112 \rangle$ teve um aumento na sua intensidade, passando de 6 para 7, assim, com afirmado anteriormente, este aumento está associado ao surgimento de novos grãos recristalizados com essa orientação. Entretanto, nesta temperatura também se observa o surgimento de uma nova componente preferencial $\{111\}\langle 231 \rangle$ na fibra DN. Ou seja, ao elevar-se a temperatura de 760 °C para 770 °C, ela se torna forte o suficiente para aparecer como uma orientação preferencial, evidenciando que muitos dos novos grãos recristalizados possuem essa orientação. Pode-se entender que esses grãos estão consumindo os grãos deformados que pertencem a componente Cubo e à fibra DL. Portanto, grande parte dos grãos pertencentes à orientação Cubo fazem parte da matriz deformada.

Observando a FDOC calculada para a amostra retirada a 780 °C, verifica-se que a fibra DL reduziu a sua intensidade de forma drástica comparada as FDOC's das amostras com temperaturas inferiores, mantendo-se apenas a componente $\{111\}\langle 110 \rangle$ com intensidade elevada, mas continua a diminuir passando de 6 para 5. Isto significa que os grãos deformados com essa orientação estão desaparecendo em decorrência do aparecimento de novos grãos recristalizados contendo outras orientações (URABE e JONAS, 1994). A componente Cubo permanece com a mesma intensidade da temperatura anterior (770 °C).

Verificando a fibra DN, nota-se que não ocorrem mudanças significativas em relação à amostra retirada a 770 °C, continuando a mesma intensidade da fibra (4) e permanecendo as componentes preferenciais $\{111\}<112>$ e $\{111\}<231>$ (ambas com intensidade de 7).

Ao comparar os resultados das FDOC's, vistos até o momento, com as micrografias (figuras 5.1 a 5.6) estes resultados estão coerentes, pois de acordo com Wang, (WANG, GUO, *et al.*, 2006), a fibra DL e a componente Cubo Girado, ambas intensas, são típicas do estado deformado e a fibra DN com as componentes preferências mencionadas é típica textura de recristalização em aços IF-Ti (NAGATAKI e HOSOYA, 1996) e (HUTCHINSON, 1992). Todavia, não significa que em 780 °C o material está completamente recristalizado, podendo haver grãos deformados ou subgrãos com as mesmas orientações da fibra DN.

Comparando as FDOC's das amostras retiradas a 790 °C e a 780 °C, em relação à fibra DL, houve algumas mudanças, como a componente $\{111\}<110>$ que teve um aumento na sua intensidade passando de 5 para 6, voltando ao estado encontrado na temperatura de 770 °C. Esse fato pode ser explicado pelo aumento do tamanho dos grãos recristalizados com essa orientação (ver figura 5.13).

A componente Cubo permanece com a mesma intensidade, mas a fibra DN continua o seu processo de aumento na intensidade, significando que os grãos recristalizados estão crescendo e consumindo grãos deformados remanescentes ou subgrãos que não possuem orientação pertencente a essa fibra.

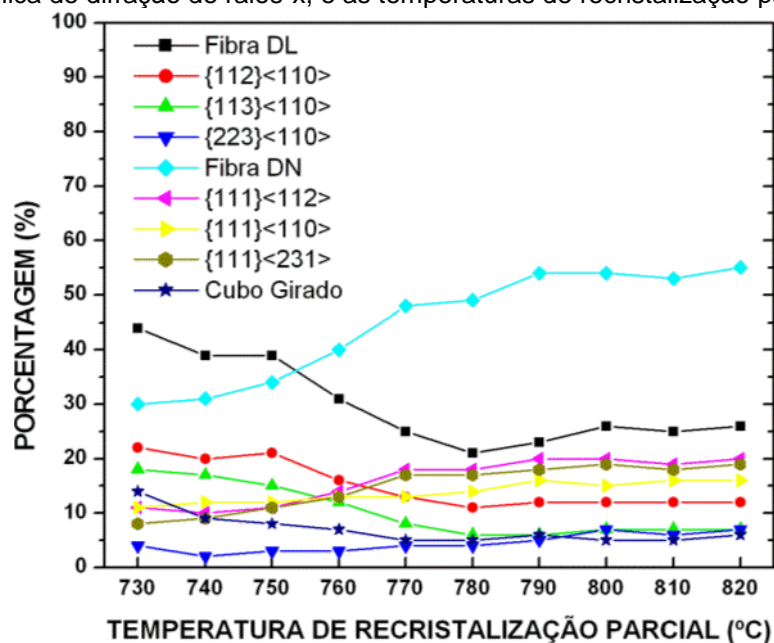
Destaca-se o aumento da intensidade na componente $\{111\}<112>$ de 7 para 8, mostrando que essa componente se torna mais intensa à medida que a recristalização avança. Além da permanência da componente preferencial $\{111\}<231>$ com mesma intensidade.

Conforme citado no item 5.1, a partir da amostra retirada a 810 °C, o tamanho de grão (figura 5.13) e a dureza (figura 5.11) se mantêm constantes, ou seja, nas amostras retiradas em 810 e 820 °C tanto os tamanhos de grãos recristalizados, fração recristalizada e dureza se mantêm praticamente constantes. Sendo indício que nesta temperatura (810 °C) o material estaria completamente recristalizado.

Ao observarem-se as FDOC's dessas amostras, 800, 810 e 820 °C, verifica-se que a fibra DL não se altera, permanecendo, com a intensidade baixa, em torno de 2, quase igual à aleatoriedade (sendo igual a 1) (RANDLE e ENGLER, 2000). O mesmo fato foi verificado na componente Cubo Girado, ou seja, os grãos pertencentes a essa orientação surgiram durante a recristalização. Na fibra DN verifica-se que a sua intensidade se mantém constante (igual a 5), mas ao elevar a temperatura de 790 °C para 800 °C a intensidade da componente $\{111\}<112>$ cai de 8 para 7, se mantendo ao longo das três temperaturas (800, 810 e 820), sendo a mesma intensidade da componente preferencial $\{111\}<231>$.

De acordo com os resultados apresentados acima, com o aumento da temperatura, pode-se observar o desaparecimento da fibra DL e da componente Cubo Girado (BANERJEE, 2012), que são prejudiciais à conformabilidade do material (RAY, JONAS e HOOK, 1994) e o fortalecimento da fibra DN. Juntamente a esse fato, há um aparecimento de direções preferenciais.

Figura 5.17 — Relação do percentual da fração volumétrica, calculada a partir dos dados obtidos pela técnica de difração de raios-x, e as temperaturas de recristalização parcial.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Então, do ponto de vista das micrografias, da dureza, da fração recristalizada, do tamanho de grão e da textura, medida com a difração de raios-X, a completa recristalização acontece em 800 °C.

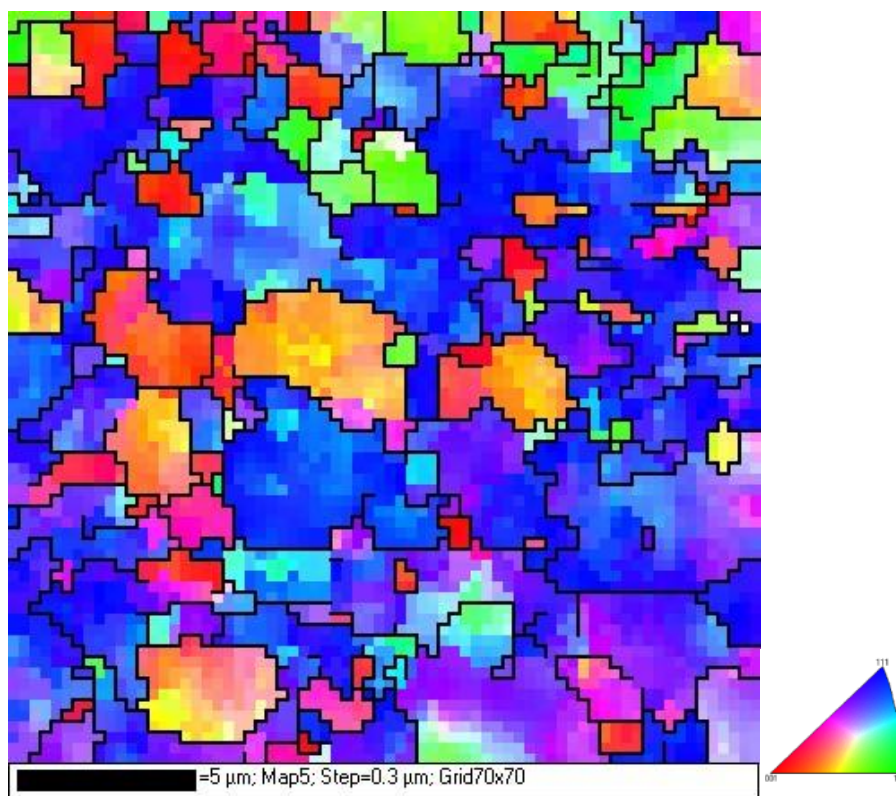
Assim, como encontrado na literatura, a textura de recristalização de um aço IF-Ti deformado a frio, 75% de redução é dado pela fibra DN com as seguintes componentes preferenciais $\{111\}\langle 110 \rangle$, $\{111\}\langle 112 \rangle$ e $\{111\}\langle 231 \rangle$, (BARNETT e KESTENS, 1999), (HASHIMOTO, YOSHINA e SENUMA, 1998), (PADILHA, FILHO, *et al.*, 2003) e (URABE e JONAS, 1994), e a variação da textura durante o recozimento é compatível com as mudanças nas micrografias, na dureza, fração recristalizada e no tamanho de grão recristalizado .

5.3 ANÁLISE DA TEXTURA (EBSD)

A seguir serão apresentados e comentados os resultados obtidos pelo EBSD, sendo os mapas de orientações cristalográficas e as funções de distribuição de orientação cristalográfica (FDOC) sempre os correlacionados com os resultados anteriores.

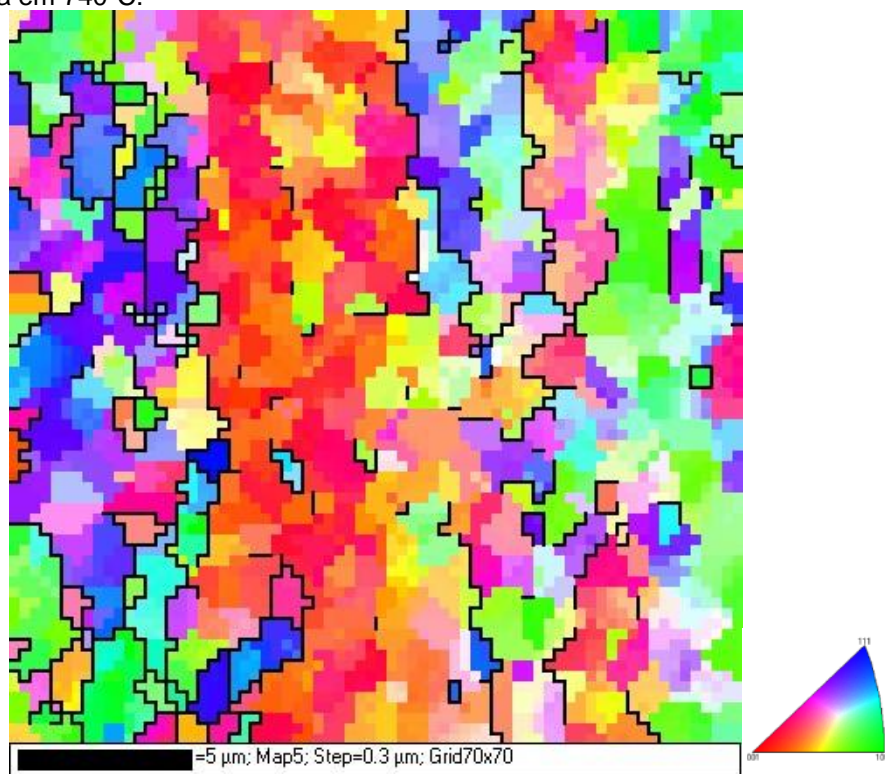
Devido ao tamanho de grão muito pequeno nas amostras retiradas nas temperaturas de 730, 740, 760 e 770 °C foi utilizado um aumento de 1000x e nas amostras retiradas em 780, 790, 800, 810 e 820 °C foram usados um aumento de 500x.

Figura 5.18 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 730°C.



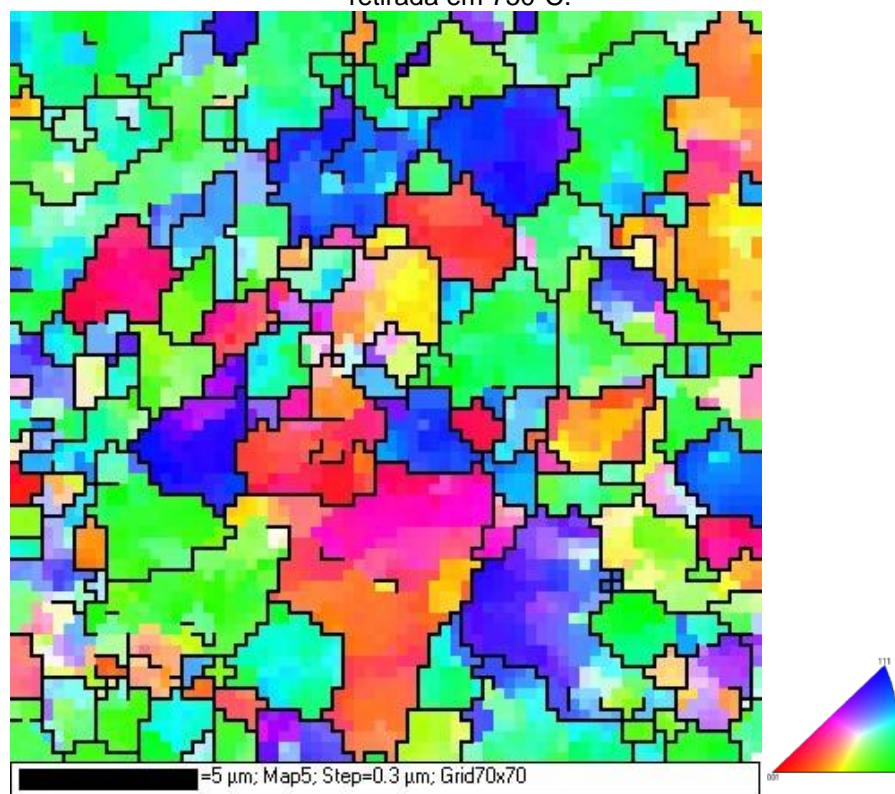
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.19 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 740°C.



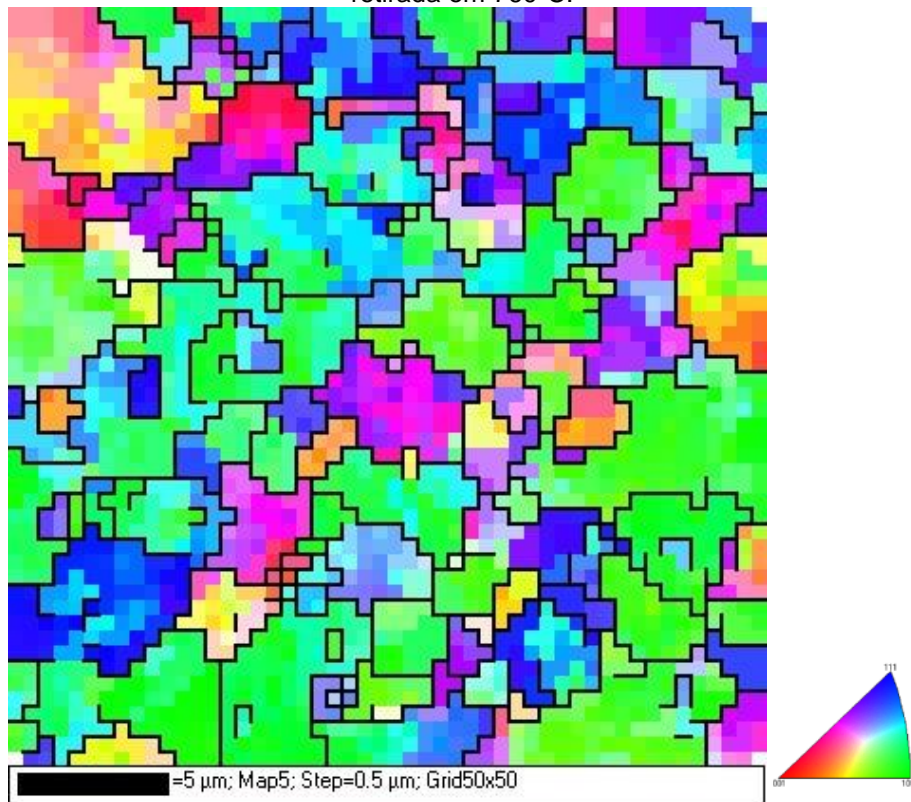
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.20 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 750°C.



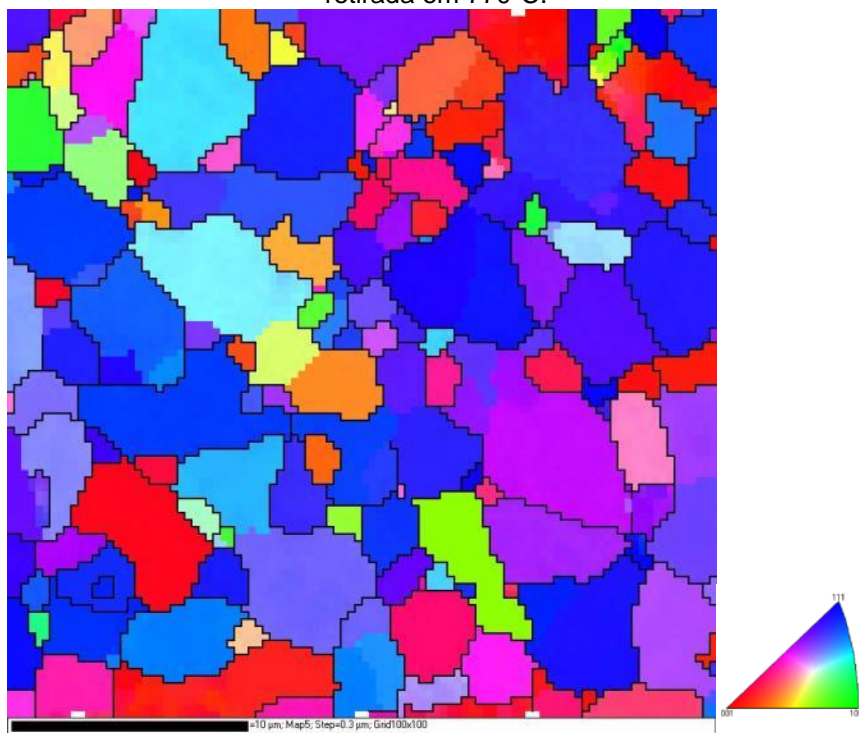
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.21 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 760°C.



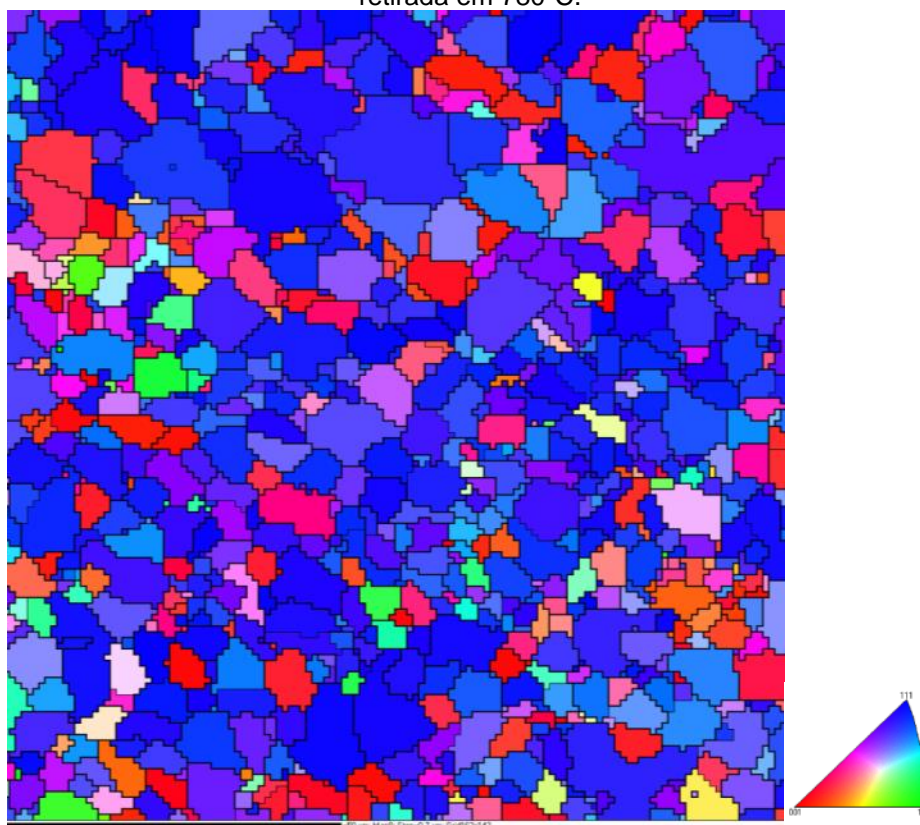
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.22 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 770°C.



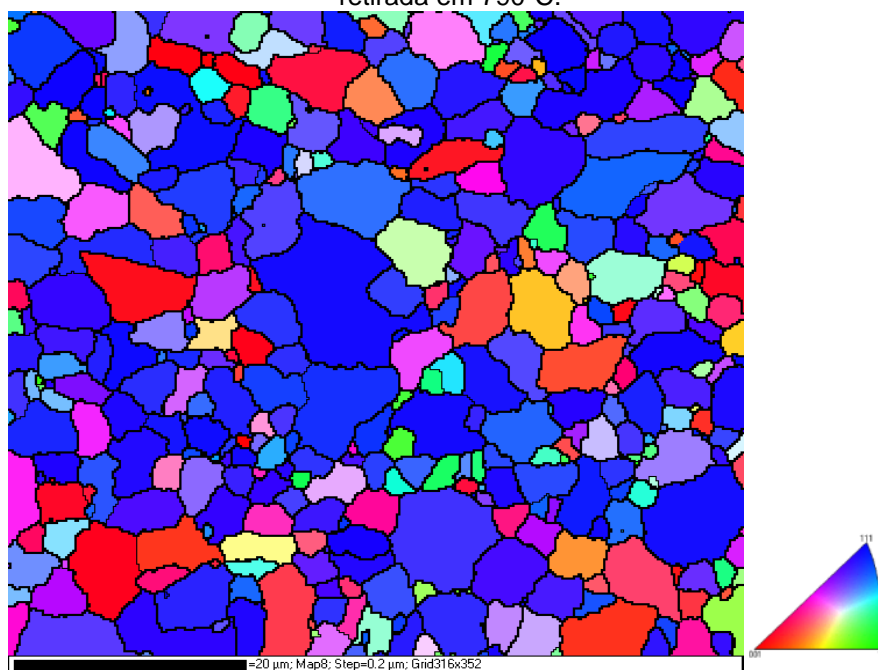
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.23 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 780°C.



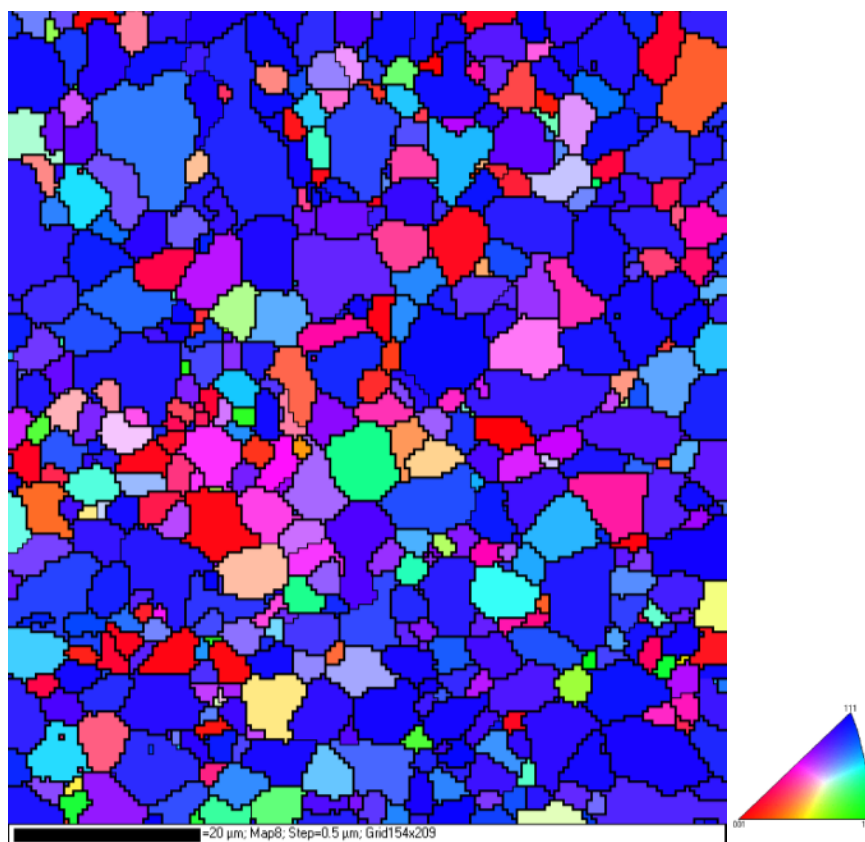
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.24 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 790°C.



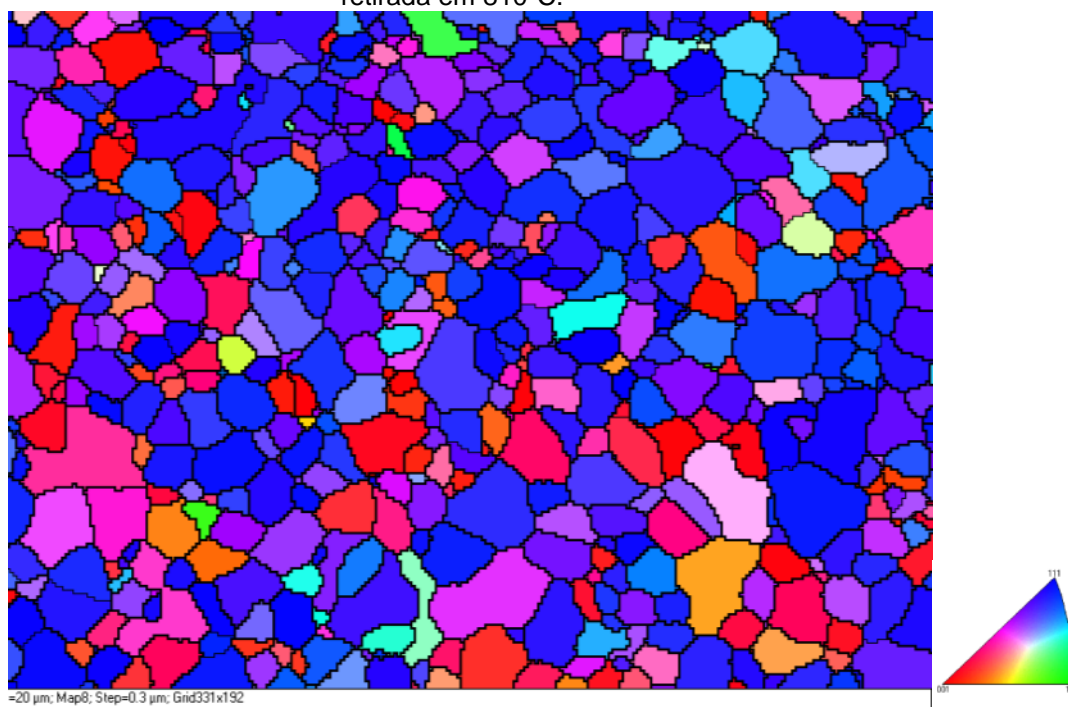
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.25 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 800°C.



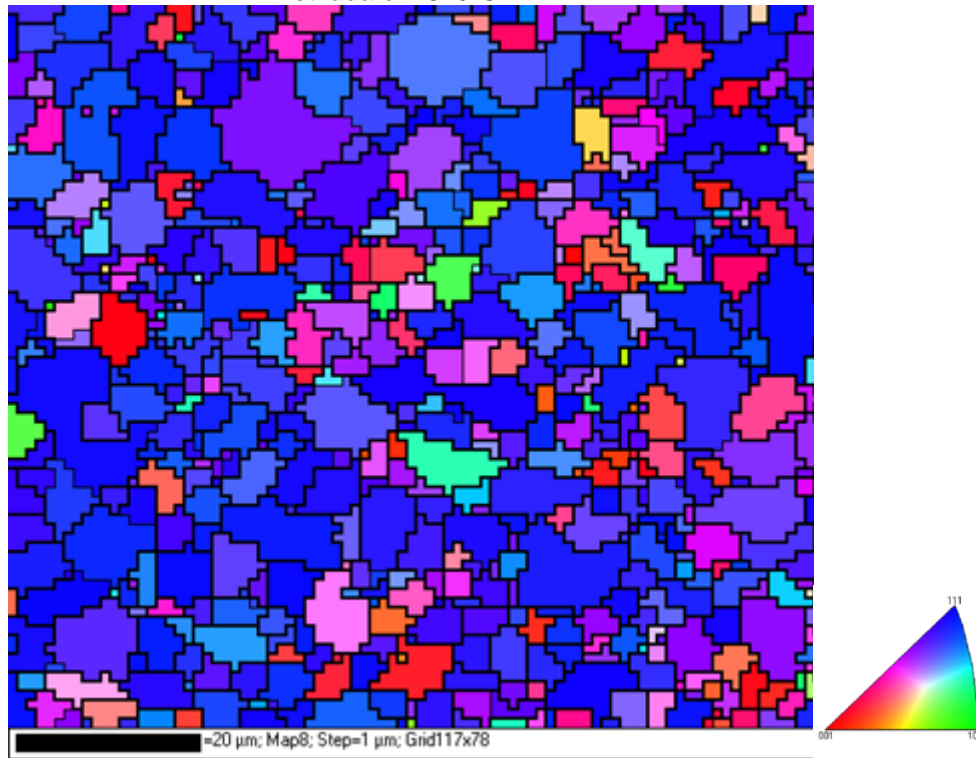
Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.26 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 810°C.



Fonte: Elaborado pelo autor.

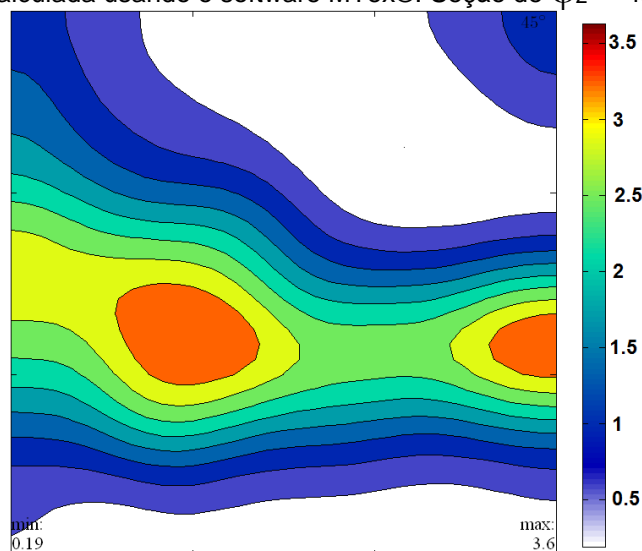
Figura 5.27 — Mapa de orientações cristalográficas obtida por EBSD da amostra retirada em 820°C.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A figura 5.18 apresenta o mapa de orientação da amostra retirada a 730°C. Observa-se nitidamente uma forte presença de grãos com sua orientação pertencente ao plano $\{111\}$, grãos azuis, constatação incoerente aos resultados mostrados anteriormente. Esta situação se explica devido ao fato de que no EBSD se tem a medida de uma área muito pequena. Então, a medida foi realizada em uma região rica de grãos contendo essa orientação, $\{111\}$, afetando diretamente a FDOC, ver figura 5.28.

Figura 5.28 — FDOC da amostra retirada a 730 °C, calculada a partir dos dados obtidos por EBSD e calculada usando o software MTEX®. Seção de $\Phi_2 = 45^\circ$.



Fonte: Elaborado pelo autor.

As figuras 5.19 até 5.27 mostram a evolução dos mapas de orientação das amostras em diferentes temperaturas. Através dos mapas de orientação pode-se observar o aumento da quantidade de grãos que possui o $\{111\}$ (grãos azuis) e diminuição dos grãos com orientação $\{110\}$ (grão verdes) paralelos a DL.

Nos mapas de orientação das amostras retiradas em 740, 750 e 760°C (figuras 5.19, 5.20. e 5.21, respectivamente) observa-se uma presença acentuada de grãos que possuem a orientação $\{110\}$ paralela a ao plano da amostra (grãos verdes), significando uma forte presença da fibra DL, comprovada pelas FDOC's calculadas com esses dados (observar figuras 5.29), sendo assim compatível com as FDOC's calculadas pelos dados coletados na difração de raios-X (figura 5.16).

A componente Cubo (plano $\{100\}$ – grãos vermelhos) aparece apenas nas FDOC's calculadas para a amostra 740°C (figura 5.29). Devido a região escolhida nas amostras de 750 e 760°C não possuir grãos com essa orientação (grãos vermelhos), necessariamente não significado que não há grãos com tal orientação.

O mapa para a amostra retirada em 770°C (figura 5.22) apresenta um nítido aumento da quantidade de grãos pertencente à orientação $\{111\}$ (grãos azuis), juntamente com a diminuição dos grãos com a orientação $\{110\}$ (grãos verdes) e o surgimento de grãos com a

orientação {100} (grãos vermelhos), em relação aos mapas das amostras com temperaturas inferiores. Devido a esse fato, a FDOC calculada é semelhante com a de um material completamente recristalizado, possuindo uma maior intensidade na fibra DN e contendo as direções {111}<231> e {111}<112> como preferências, sendo muito parecidas com a FDOC da figura 5.16.

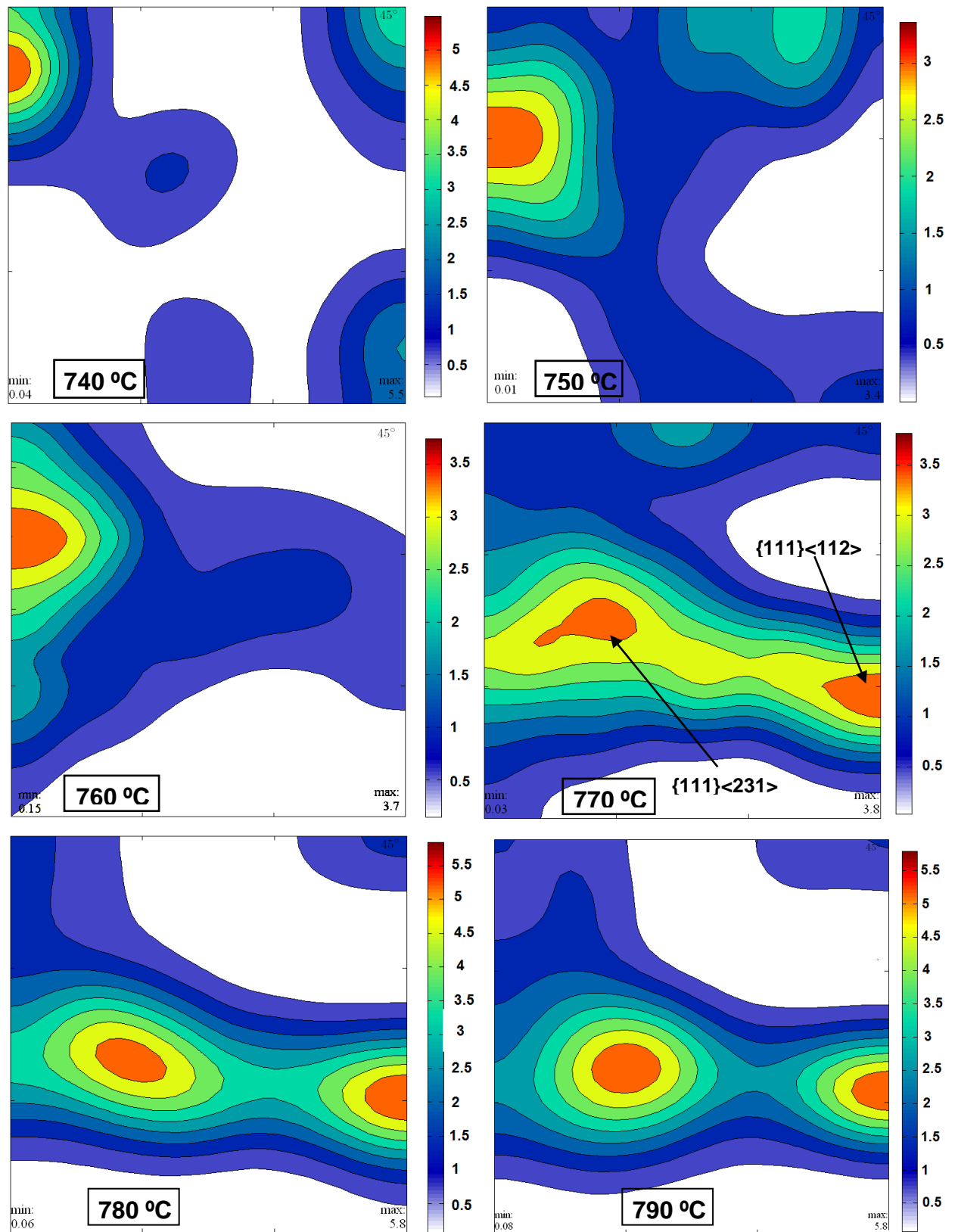
Nos mapas de orientações das amostra retirada em 780 e 790 °C (observar as figura 5.23 e 5.24) ocorrem a presença de grãos com as orientações {001} e {111} em sua maioria. Nas FDOC's calculadas (figura 5.29) podem ser observadas as presenças da componente Cubo e da fibra DN com as direções preferenciais {111}<231> e {111}<112>. Observa-se a tendência de formação da fibra DL, havendo, portanto, grãos deformados, confirmando o resultado obtido pela FDOC medida pela técnica de difração de raios-X (figura 5.16).

A figura 5.25 mostra o mapa de orientações cristalográficas da amostra retirada em 800°C. Observa-se que a maioria dos grãos possuem as orientações {001} e {111} sendo esse último em maior quantidade. Na FDOC calculada a partir deste mapa, pode-se notar a presença da componente Cubo (intensidade menor do que a da amostra a 790 °C), da fibra DN e não havendo uma tendência de formação da fibra DL semelhante a figura 5.16). Ocorrendo, assim, a substituição dos grãos deformados por novos recristalizados (conforme figura 5.8).

O mapa de orientação para a amostra retirada em 810°C é apresentado na figura 5.26. Assim como nas anteriores, ocorre a presença de grãos contendo a orientação {001} em menor número e com orientação {111} de maior número. Como a região analisada possuía certa quantidade de grãos com orientação {001}, este fato se refletiu no cálculo da FDOC, ver figura 5.30, com uma presença mais intensa da componente Cubo Girado, o que não ocorreu na FDOC calculada pela técnica de raios-X (ver figura 5.16). Contudo, pode-se confirmar a presença da fibra DN e das componentes preferenciais {111}<231> e {111}<112>. O mesmo fato ocorre na amostra retirada a 820°C (figuras 5.27 e 5.30).

Figura 5.29 — FDOC's calculadas a partir dos dados obtidos pela técnica EBSD.

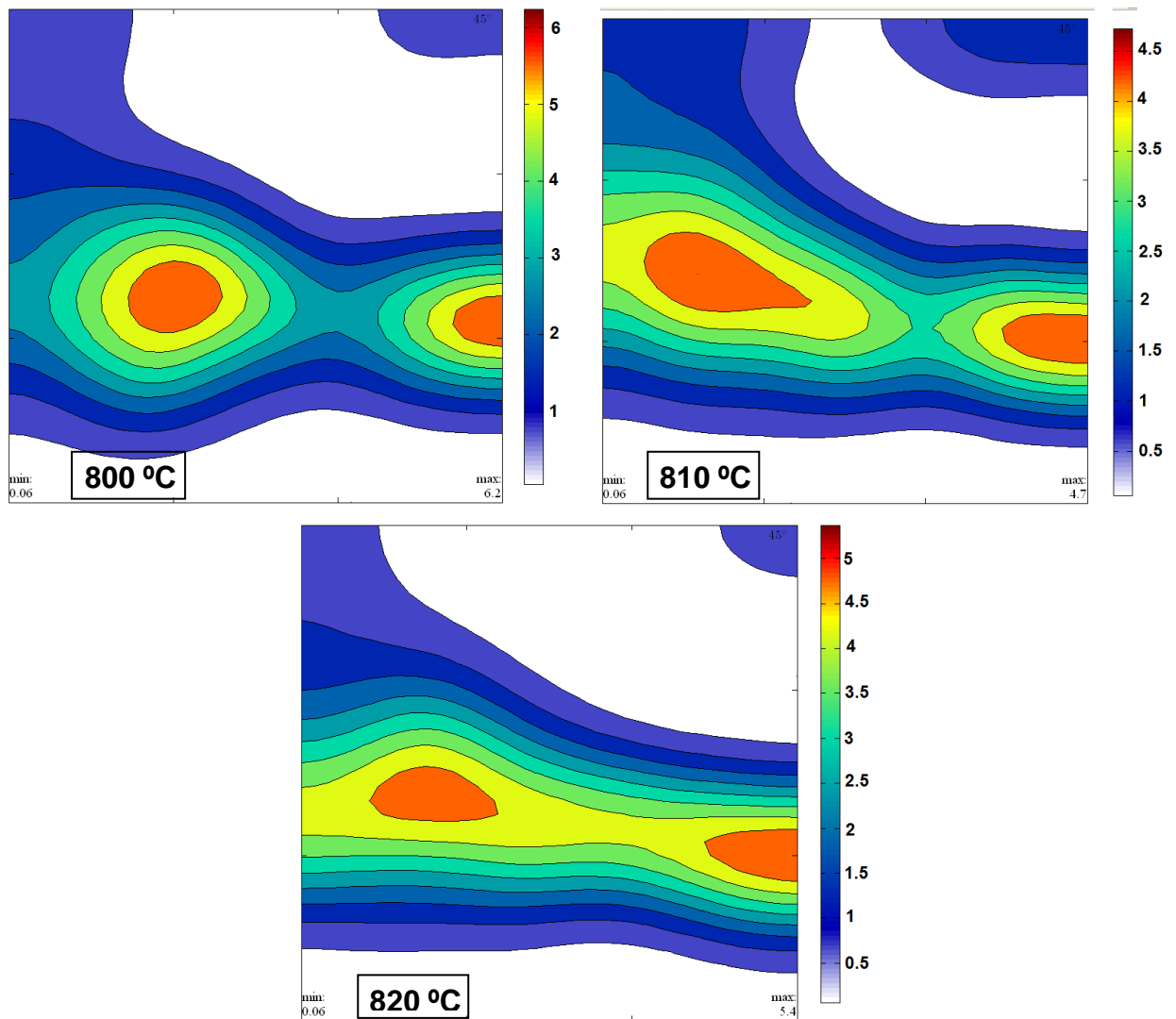
Seção de $\varphi_2 = 45^\circ$.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Figura 5.30 — FDOC's calculadas a partir dos dados obtidos pela técnica EBSD.

Seção de $\Phi_2 = 45^\circ$ (continuação).



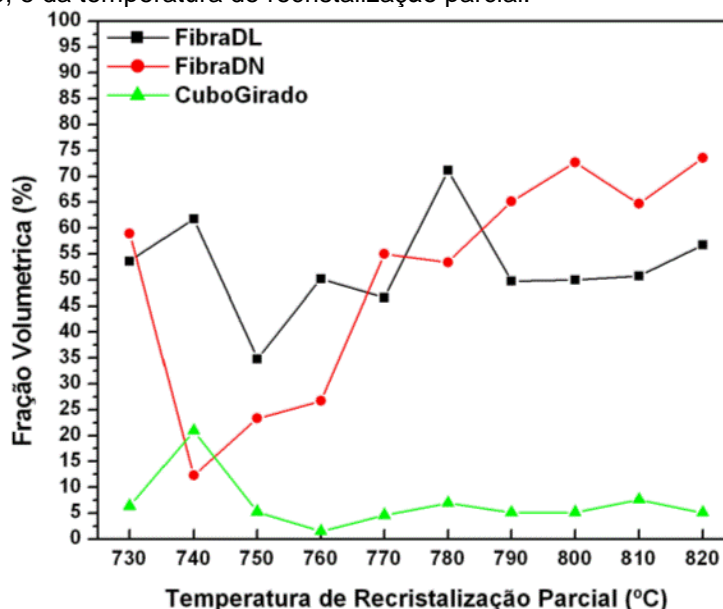
Fonte: Elaborado pelo autor.

A figuras 5.29 e 5.30 evidenciam a evolução da textura cristalográfica utilizando a técnica EBSD, verificando a presença de grãos com orientação $\{111\}$ paralela à direção DL e o surgimento das seguintes componentes preferências: $\{111\}\langle 121 \rangle$, $\{111\}\langle 123 \rangle$ e $\{111\}\langle 110 \rangle$, sendo as principais orientações dos grãos recristalizados.

Ao quantificar a fração volumétrica das fibras DL e DN e da componente Cubo (figura 5.31) verifica-se que nas temperaturas mais baixas (740, 750 e 760 °C) há uma predominância de grãos com a orientação $\{110\}$, como visto nos mapas de orientações. No avanço da temperatura o volume de grãos com a orientação $\{111\}$ será maior chegando a ser em torno de 80%, sendo resultados similares aos

encontrados por Nakamichi, Humphreys e Brouch que estudaram evolução da textura de recristalização em um aço IF-Ti utilizando a técnica EBSD (NAKAMICHI, HUMPHREYS e BROUGH, 2008).

Figura 5.31 — Relação entre fração volumétrica, das fibras DL e DN e da componente Cubo Girado, e da temperatura de recristalização parcial.



Fonte: Elaborado pelo autor.

5.4 COEFICIENTE DE ANISOTROPIA

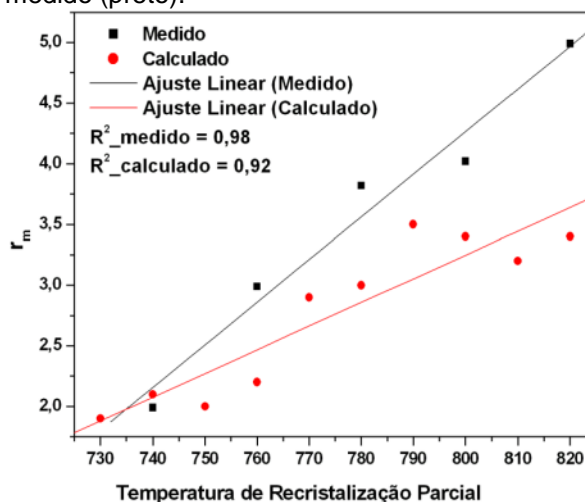
Conforme citado no item 3.1.3, quanto maior o valor de r_m maior será a capacidade do aço de sofrer conformação, além disso, esse coeficiente tem a capacidade de oferecer uma medida de resistência à perda de espessura durante o seu processamento. (LLEEWLLYN e HUDD, 1998).

Os r_m 's foram divididos em dois grupos, o primeiro foi medido pelo método do ensaio de tração seguindo a norma ASTM E 517-81 e o segundo calculado pelo *software PopLA®*.

No gráfico mostrado na figura 5.32 observa-se a relação entre as temperaturas de recristalização parcial e os r_m 's calculados e medidos. Ao realizar um ajuste linear verifica-se que há uma ótima relação linear entre os r_m 's e a temperatura, tanto o r_m medido quanto o calculado. Quando ocorre o aumento da temperatura o valor de r_m também aumenta, esse fato pode ser explicado pela elevação da porcentagem de grãos com

os planos {111} paralelos à superfície (fibra DN) e uma diminuição da proporção de grãos com os planos {100} e {110} paralelos à superfície.

Figura 5.32 — Relação entre a temperatura que as amostras foram retiradas e os r_m calculado (vermelho) e r_m medido (preto).



Fonte: Elaborado pelo autor.

As diferenças entre os valores de r_m 's medidos e calculados são atribuídos a dois fatos :

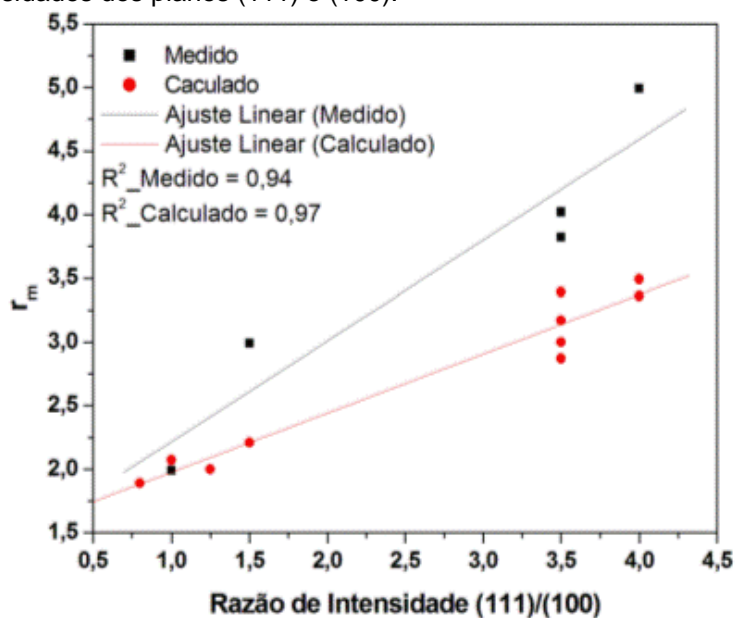
1. No método do ensaio de tração utilizam-se aparelhos de medição (paquímetro e micrômetro) para determinar as dimensões do corpo de prova antes e depois do ensaio, existem possíveis erros intrínsecos devido a calibração dos aparelhos ou até mesmo pela precisão das medidas.
2. No ensaio de tração a norma recomenda utilizar uma deformação de 15% do corpo de prova e a medida dessa deformação foi determinada pelo deslocamento das garras o equipamento. Implicando em possíveis erros na determinação da deformação.

Devido aos fatos acima, os valores dos r_m 's medidos divergem dos valores encontrados na literatura (em torno de 1,5 a 3) (Wang e Okuda, 2001). Todavia, os valores dos r_m 's calculados deram resultados satisfatórios, sendo muito próximos aos entrados na literatura.

Várias relações empíricas entre textura cristalográfica e valor r_m têm sido estabelecidas, uma das mais simples é ilustrada na figura 5.33, que mostra uma relação substancialmente linear entre os r_m 's medidos e

calculados e a razão das intensidades das componentes de textura $\{111\}$ e $\{100\}$.

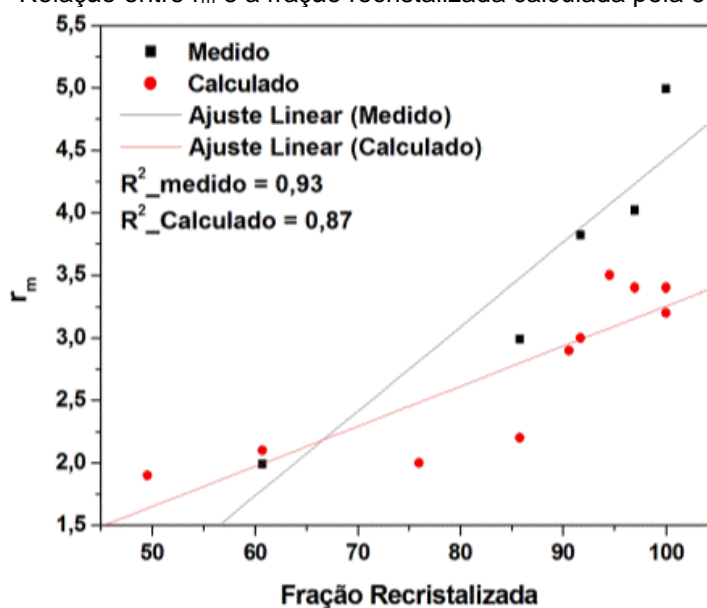
Figura 5.33 — Relação entre o coeficiente de anisotropia normal (r_m) medido e a razão entre as intensidades dos planos (111) e (100).



Fonte: Elaborado pelo autor.

A figura 5.34 mostra relação entre os r_m 's e a fração recristalizada, podendo ser observada uma linearidade, ou seja, a medida que a um aumento da fração cristalizada o r_m também aumenta.

Figura 5.34 — Relação entre r_m e a fração recristalizada calculada pela equação 5.1



Fonte: Elaborado pelo autor.

A tabela 5.1 mostra a relação entre valor do coeficiente de anisotropia planar (Δr) calculado e medido e temperatura de recristalização parcial. Observa-se uma oscilação dos valores do Δr , mas sempre mantendo valores muito baixos.

Tabela 5.1 — Valores dos coeficientes de anisotropia planar (Δr) medido e calculado para cada temperatura de recristalização parcial.

Temperatura (°C)	ΔR Medido	ΔR Calculado
730		1,9
740	0,54	1,7
750		0,2
760	0,07	0,7
770		0,1
780	0,64	0,3
790		0,8
800	0,83	0,4
810		0,5
820	0,3	0,5

Fonte: Elaborado pelo autor.

6 CONCLUSÕES

À medida que a temperatura aumenta ocorre o avanço da recristalização, sendo observada pela substituição dos grãos alongados por novos grãos equiaxiais, figuras 5.1 a 5.10. Em todas as temperaturas foram observados precipitados (figura 5.14), não havendo mudança na sua forma e/ou composição a medida que a temperatura aumenta.

Pela análise das micrografias não se pode concluir que o material está completamente recristalizado quando não se observa mais grãos alongados, pois a técnica não nos dá informações sobre a textura cristalográfica e subgrãos.

A respeito das análises de textura medidas pelos dados da difração de raios-X (figura 5.16), apresentaram o desaparecimento da fibra DL e da componente Cubo e o fortalecimento da fibra DN, a medida que a temperatura se elevava. Observou-se que a partir da temperatura de 800 °C o material possui uma textura favorável para processos que exijam uma boa conformabilidade.

Os resultados da textura medida com os dados obtidos pelo EBSD mostraram ser compatíveis com os resultados da difração de raios-x, mas observou-se algumas desvantagens devido ao fato da coleta de dados ter sido realizada em uma área muito pequena da amostra.

Dos valores de r_m pode-se concluir que as temperaturas 800, 810 e 820 °C são as mais aconselháveis para aplicações em processos que requerem boa conformabilidade, pois apresentaram os maiores valores de r_m .

O material em 800 °C está completamente recristalizado e possui uma textura adequada para processos de conformação que exijam boa conformabilidade. Portanto, podendo diminuir a temperatura de patamar no recozimento de 820 °C para 800 °C.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Estudar sobre a influência da recristalização secundária em aços IF nas condições laminado a frio e recozido, sobre as propriedades mecânicas, por exemplo, a conformabilidade.

Realizar tratamentos térmicos para descobrir a temperatura de início da recristalização em aços IF estabilizado ao Ti na condição laminado a frio.

Estudar o mecanismo e as localizações preferenciais de nucleação dos grãos recristalizados em aço IF – Ti.

A influência dos precipitados no início da recristalização de aços IF-Ti laminados a frio. Se agem como pontos preferências de nucleação dos novos grãos.

Estudar a formação da textura de recristalização em aços IF, qual a teoria mais adequada: a teoria da Nucleação Orientada ou a teoria do Crescimento Seletivo.

REFERÊNCIAS

AKISUE, O.; OSUDA, M. **Development of High Strength Steels for Automobiles**, v. 88, 1993. 1-5 p.

BANERJEE, K. Physical Metallurgy and Drawability of Extra Deep Drawing and Interstitial Free Steels. In: PERLOVICH, Y., et al. **Recrystallization**.: Intech, 2012.

BARNETT, M. R.; KESTENS, L. Formation of and Textures in Cold Rolled and Annealed IF Sheet Steel. **ISIJ International**, v. 39, 1999. 923-929.p.

BUNGE, H. J. **Theoretical Methods of Texture Analysis**. Frankfurt: DGM Informationsgesellschaft, Deutsche Gesellschaft fur Metallkunde, 1987.

BURKE, H. J.; TURNBULL, D. **Recrystallization and grain growth**. Londres: Pergamon, 1952.

CALLISTER JR., W. D. **Introdução a Ciência e Engenharia dos Materiais**. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2007.

CAMILO JUNIOR, M. A. B. **Estudo de materiais e processos de fabricação para barras de proteção lateral veicular**. 2008. Dissertação (Mestrado Profissional em Engenharia Mecânica) Universidade de Taubaté, Universidade de Taubaté, Taubaté, 2008.

CAPDEVILA, C. et al. Influence of microalloying elements on recrystallization texture of warm-rolled interstitial free. **Materials Transactions**, v. 51, n. 4, 2010. 625-634 p.

CHOI, J.-Y. et al. Precipitation and Recrystallization Behavior in Extra Low Carbon Steels. **ISIJ International**, v. 42, 2002. 889-893 p.

CHOI, J.-Y. et al. Precipitation and Recrystallization Behavior in Extra Low Carbon Steels. **ISIJ International**, v. 42, 2002. 889-893 p.

CULLITY, B. D. **Elements of X-ray diffraction**. 2. ed. Indiana: Addison-Wesley Publishing Company, 1978.

DAY, A. P. **Channel 5 User Manual**. Hobro, Denmark: HKL Technology A/S, 2001.

DIETER, G. E. **Mechanical Metallurgy**. Tradução de Antonio Sergio de Sousa e Silva; Luiz Henrique de Almeida e Paulo Emílio Valadão de Miranda. London: McGraw - Hill, 1988.

DOHERTY, R. D. The deformed state and the nucleation of recrystallization. **Metal Science Journal**, v. 8, 1974. 132-142 p.

FILHO, A. F. et al. Controle da microestrutura e da texturade chapas de aço baixo carbono para estampagem. In: **Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização e crescimento de grão**. 2. ed. São Paulo: TWA Studio Gráfica, 2003.

FREITAS, F. N. C. **Influência da Recristalização no Comportamento da textura Cristalográfica e nas Perdas Magnéticas por Histerese de um Aço Elétrico de Grão Não Orientados (GNO)**. 2011. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais) - Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará. Fortaleza, 2011.

FREITAS, F. N. C. **Adequabilidade das Condições de Laminação de um Aço Baixo Carbono à Estampagem Profunda**. 2003. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia dos Materiais) - Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará. Fortaleza, 2003.

FUKUDA, N.; SHIMIZU, M. Effect of Titanium Addition on the Improvement of r-value in Cold-Rolled Sheet Steels. **Journal of Japan Society for Tecnology of Plasticity**, 1972. 841–850 p.

GALLEGO, J. **Notas de Aula: Microscopia Eletrônica de Varredura**. São Paulo, 2012.

GAZDER, A. A. et al. Mechanical, microstructure and texture properties of interstitial-free steel and copper subjected to equal channel angular extrusion and cold-rolling. **Journal of Physics: Conference Series**, 2010. 240 p.

HASHIMOTO, N.; YOSHINA, N.; SENUMA, T. Texture Fvolution of IF Steel Dueto Recrystallization. **ISIJ International**, v. 38, n. 6, 1998. 617–624 p.

HONEYCOMBE, R. W. K. **Aços microestruturas e propriedades**. Lisboa: Fundação Gulbenkian, 1992.

HONG, S.H.; LEE, D. N. Recrystallization Textures in Cold-Rolled Ti Bearing IF Steel Sheets. **ISIJ International**, v. 42, 2002. 1278–1287p.

HULL, D.; BACON, D. G. **Introduction to dislocations**. 3. ed. Oxford: Pergamon Press, 1984. 175 p.

HUTCHINSON, W. B. Development and Control of Annealing Temperature in Low Carbon Steels. **International Metallurgical Reviews**, v. 29, 1984, p. 25–42.

HUTCHINSON, W. B. Nucleation of recrystallization. **Scripta. Met.**, v. 27, 1992. 1471–1475.

SOUZA JUNIOR, C. M. D. **Influência da deformação e do tratamento térmico na textura cristalográfica de um aço inoxidável duplex**. 2008. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais), Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.

KESTENS, L. et al. Orientation selection during static recrystallization of cross rolled non-oriented electrical steels. **Textures and Microstructures**, v. 26-27, 321-335 p, setembro 1996.

KIAEI, M.; BACROIX, B.; SCHMITT, J. H. Development of Recrystallization Textures in Deep-Drawing Steels, Measured by X-Ray Diffraction and EBSD. **Journal de physique IV**, Paris, v. 5, n. 4, p. 63-75, Abril 1995.

LIU, D. et al. The Deformation Microstructure and Recrystallization Behavior of Warm Rolled Steels. **ISIJ International**, v. 42, 2002. 751-759 p.

LLEWELLYN, D. T.; HUDD, R. C. **Steels: Metallurgy e Applications**. 3ª ed. Londres, 1998. ISBN 0 7506 3757 9.

LORA, F. A. **Avaliação do processo de estampagem profunda de chapas de aço BH 180 e BH 220 utilizado na indústria automobilística**. 2010. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.

MAGNUSSON, H.; JENSEN, D. J.; HUTCHINSSON, B. Growth rates for different texture components during recrystallization of if steel. **Scripta Materialia**, v. 44, 2001. 435-441 p.

MAITLAND, T.; SITZMAN, S. Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples. In: ZHOU, W.; WANG, Z. L. **Scanning Microscopy for Nanotechnology**: Springer, 2006. 41-75 p.

MARTÍNEZA, V. J.; VERDEJA, J. I.; PERO-SANZ, J. A. Interstitial free steel Influence of a-phase hot-rolling and cold-rolling reduction to obtain extra-deep drawing quality. **Materials Characterization**, Madrid, v. 46, maio 2000. 45-53 p.

MIRANDA, W. J. **Avaliação da Estampabilidade do Aço Livre de Intersticial Galvanizado a Quente por imersão (GA, GI), Eletrogalvanizado (EG), Eletrogalvanizado e Pré-fosfatizado (EGP)**. 2007. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Mecânica): Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007.

NAGATAKI, Y.; HOSOYA, Y. Origin of the Recrystallization Texture Formation in an Interstitial Free Steel. **ISIJ International**, v. 36, 1996. 451-460 p.

NAKAMICHI, H.; HUMPHREYS, F. J.; BROUGH, I. Recrystallization phenomena in an IF steel observed by in situ EBSD experiments. **Journal of Microscopy**, v. 230, n. 3, 2008. 464–471 p.

NAVE, M. D.; BARNETT, M. R.; BELADI, H. The Influence of Solute Carbon in Cold-rolled Steels on Shear Band Formation and Recrystallization Texture. **ISIJ International**, v. 44, 2004. 1072–1078 p.

Norma ASTM E 517-81, **Standard Test Method for Plastic Strain Ratio *r* for Sheet Metal**, 1987.

OLIVEIRA, A. F. D. **Caracterização de um aço IF após relaminação no Laminador De Encrumeneto**. São Paulo: USP, 2010.

OXFORD. Sobre EBSD. **Oxford Instruments EBSD**, 2013. Disponível em: <<http://www.ebsd.com>>. Acesso em: 25 Fevereiro 2013.

PADILHA, A. F. et al. Controle de microestrutura e da textura de chapas de aço baixo carbono para estampagem. In: JR, A. M. J., et al. **Textura e relações de Orientação: deformação plástica, recristalização e crescimento de grão**. São Paulo: TWA Studio Gráfica, 2003.

PADILHA, A. F.; SICILIANO, F. J. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grãos e Textura**. 3. ed. São Paulo: ABM, 2005. 12-29 p.

PADILHA, A. F.; SICILIANO, F. J. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grãos e Textura**. 3. ed. São Paulo: ABM, 2005. 29-42 p.

PINTO, A. L.; LOPES, A. M. A utilização da técnica de EBSD em estudo de microtexturas e mesotextura. In: JR, A. M. J., et al. **Textura e relações de Orientação: deformação plástica, recristalização e crescimento de grão**. São Paulo: TWA Studio Gráfico, 2003. p. 442-458.

RANDLE, V.; ENGLER, O. **Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping**. 1. ed, Amsterdam: Gordon and Breach Science, 2000.

RAY, R. K.; JONAS, J. J.; HOOK, R. E. Cold Rolling and Annealing Texture in Low Carbon and Extra Low Carbon Steels. **Int. Mater. Rev.** v. 39, n. 4, 1994. 129-172 p.

SAMAJDAR, I.; VERLINDEN, B.; VAN HOUTTE, P. Development of recrystallization texture in if-steel: an effort to explain developments in global texture from microtextural studies. **Acta mater**, v. 48, n. 8, 1998. 2751-2763 p.

SARDINHA, N.A. **Comparação da Textura e Propriedades Mecânicas de um Aço IF para Estampagem Resultante da Laminação**

Convencional e Assimétrica, Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais), Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2012.

SATOH, S.; T., O.; TSUNOYAMA, K. **Trans. Iron Steel Inst.**, 26, 1986. 737.

SILVA, A. L. D. C. E.; MEI, P. R. **Aços e Ligas Especiais**. 3. ed. Sumaré, SP: EDGARD BLUCHER, 2005. ISBN 9788521205180.

SILVA, A. L. V. D. C. E.; AVILLEZ, R. R. D. Um Banco de Dados Termodinâmicos para Aços IF (Interstitial Free). **Revista ABM**, São Paulo, v. 1, 64-68 p, Julho 2004.

SOUZA JUNIOR, C. M.; ABREU, H. F. G.; TEODÓSIO, J. R. Comparação entre Diferentes Métodos de Cálculo da Função de Distribuição de Orientação Cristalográfica quando Aplicados em Aços Inoxidáveis Duplex. **III Workshop sobre textura**, São Paulo, 2006, 176-184 p.

STROHAECKER, T. R.; FRAINER, V. J. **Princípios de Tratamentos Térmicos**. Porto Alegre: UFRGS, 2007.

SWAN, P. R. Dislocations arrangements in face centered cubic metals. In: THOMAS, G.; WASHBURN, J. **Electron microscopy in strength of crystals**. New York: Interscience, 1963, 131-181 p.

TIITO, K. M. et al. Evolution of Texture in Ferritically Hot Rolled Ti and Ti + Nb Alloyed ULC Steels during Cold Rolling and Annealing. **ISI International**, v. 44, n. 2, 2004. 404-413 p.

TOTTEN, G. E. **Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies**. 2. ed. Portland: Taylor & Francis Group, 2007. ISBN-13: 978-0-8493-8455-4.

URABE, T.; JONAS, J. J. Modeling Texture Change during the Recrystallization of an IF Steel. **ISI International**, v. 34, n. 5, 1994. 435-442 p.

VERBEKEN, K.; KESTENS, L.; JONAS, J. J. Microtextural study of orientation change during nucleation and growth in a cold rolled ULC steel. **Scripta Materialia**, v. 48, 2003. 1457-1462 p.

VIANA, C. S. D. C.; PAULA, A. D. S. Texturas de deformação. In: PADILHA, A. M., et al. **Textura e Relações de Orientação: deformação plástica, recristalização e crescimento de grão**. São Paulo: TWA Studio Gráfico, 2003, 45-47 p.

WANG, Z. et al. Recrystallization Texture Characteristic and Drawability of a warm rolled and cold rolled interstitial-free steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 15, 2006. 646-650 p.

WANG, Z.; WANG, X. J. **Mater. Proc. Technol.** v. 113, 2001. 659-661.

YODA, R. et al. Effect of Chemical Composition on Recrystallization Behavior and r-value in Ti-added Ultra Low Carbon Sheet Steel. **ISIJ International**, v. 34, 1994. 70-76 p.