

**TEXTURA E TAMANHO DE GRÃO
DE CHAPAS FINAS DE AÇO DE BAIXO TEOR DE CARBONO**

BARNABÁS BELCSÁK

Dissertação apresentada
à Escola Politécnica da
Universidade de São Pau
lo, para obtenção do Tí
tulo de "Mestre em En-
genharia"
(Engenharia Metalúrgica)

TEXTURA E TAMANHO DE GRÃO
de chapas finas de aço de bai
xo teor de carbono.



BARNABÁS BELCSÁK

Dissertação apresentada
à Escola Politécnica da
Universidade de São Pau
lo, para obtenção do Tí
tulo de "Mestre em En
genharia".
(Engenharia Metalúrgica)

Orientador: Prof. Ass. Dr. Paulo Sérgio Carvalho Pereira da Silva
Coorientador: Prof. Tit. Dr. Gustavo Ferran Lorente

São Paulo - 1977

100

Para Ivan Sandoval Falleiros e
para Vilem Flusser pelo estímulo
que exerceram na minha formação.

RESUMO

Foi revista a questão da conformabilidade de chapas finas de baixo teor de carbono, destinadas a estampagem profunda. A revisão foi conduzida através de primeiro, as relações entre estampabilidade e anisotropia plástica e em seguida, entre anisotropia plástica e textura cristalográfica, até chegar a algumas considerações a respeito da estrutura fina do material e de seu efeito sobre as texturas. Particular atenção foi dada ao estado deformado a frio, às transformações no recozimento e aos seus efeitos sobre o desenvolvimento das texturas. Foi considerada a dependência de orientação das transformações e como essa relação afeta as texturas. Foram escolhidos alguns estados particulares do material, com a finalidade de verificar como variam o tamanho de grão e a textura de recozimento, de acordo com as variações estruturais presumíveis, decorrentes da variação do estado.

Na parte experimental dois aços de baixo teor de carbono efervescentes, foram laminados a frio e recozidos. Antes da laminação a frio, foram tratados termicamente para obter quatro estados iniciais diferentes. Depois de laminados a frio até 75-80% de redução, recozimentos foram feitos às temperaturas de 500°, 600°, 700° e 800°, com cinco durações diferentes entre 0,1 minuto a 47 horas, e mais um recozimento em caixa simulado em condições de laboratório. Foi verificado também o efeito da recuperação sobre o tamanho de grão obtido em recozimento posterior. O tamanho de grão foi determinado por microscopia ótica, utilizando o método das intersecções. Obteve-se uma variação bastante diversificada e ampla do tamanho de grão. Foi feita uma análise da variação do tamanho de grão e

foram escolhidas doze amostras, para prosseguir o estudo da relação entre o tamanho de grão e a textura cristalográfica.

Os dados para a determinação das texturas foram obtidos por difratometria de raio X (método de Schulz). Foram investigadas as texturas de deformação e de recozimento das amostras escolhidas. Figuras de polo incompletas foram construídas com as intensidades relativas dos planos {200}, {220} e {222} por meio de um programa de computador. A normalização das intensidades foi executada por intermédio da intensidade média dos planos {123} calculada a partir de dados experimentais, pelo mesmo programa. Foi determinado também um parâmetro de textura ($p = I_{R(222)} / I_{R(200)}$).

Os resultados obtidos indicam, que a relação entre o parâmetro de textura p e o tamanho de grão do aço de baixo teor de carbono investigado não pode ser expressa por meio de uma lei geral, pois esta relação varia com a estrutura do material, anterior à deformação plástica a frio e com as condições de recozimento. Foi observado, no entanto, que o aumento de p acompanhava o aumento do tamanho de grão em certas condições particulares, no caso, quando o carbono formava cementita em perlita.

AGRADECIMENTOS

Grato, quando reconhecimento da contribuição inestimável de cada um dos muitos colegas, professores, superiores, amigos, companheiros, familiares e entidades, que possibilitaram a realização do trabalho que toma agora a forma de dissertação.

Queria expressar esse reconhecimento de maneira apenas indicativa e dirigir particularmente àqueles que mais direte ou mais intensamente participaram da realização do trabalho.

Em primeiro lugar aos Profs., cuja aceitação, compreensão e atuação fez com que eu acefasse melhor o curso e aproximasse do destino da minha vida profissional, através desse trabalho. Nas consultas, muitas vezes desesperadas suas intervenções ajudaram a superar as diversas fases críticas do trabalho.

Ao Prof. Paulo Sérgio por sua orientação precisa que reforçou o sentido do trabalho, condensou, valorizou-o muito. Ao Prof. Gustavo Ferran por sua atenção, orientação e assistência na parte do trabalho relacionado com difratometria de raio-X. Sua visão ampla e profunda sua maneire de trabalhar simples e objetiva contribuíram muito pa-

re a conclusão do trabalho. Ao Prof. Ivan Falleiros pelas extensivas leituras de textos, comentários e objeções consistentes, ora serenas, ora bem humoradas.

Ao Prof. Renato Rocha Vieira por seus conselhos oportunos para o meu amadurecimento profissional.

Aos colegas e amigos Renato Papaleo, Franklin Evrard, Alcindo Ludovico, Hyong Choi, Hélio Goldstein, André Tschiptschin, Eduardo Barchese, Ângelo Padilha pelas discussões, conselhos, conversas, opiniões, sugestões, críticas, pelos estímulos vitais e frutíferos.

Aos meus superiores do IPT na época pela oportunidade que ficou à minha disposição.

Ao José Roberto do Departamento de Metalurgia da Poli pelos trabalhos preparatórios de amostras.

Aos que me acolheram no Rio de Janeiro e proporcionaram condições para que pudesse terminar a segunda fase experimental: ao Prof. Rupen Ademian, Coordenador do Programa de Metalurgia do COPPE, que autorizou a plena utilização das dependências e dos equipamentos dos laboratórios que necessitasse para a obtenção dos dados de difratometria. Ao Prof. Juan Carlos Blas, amigo e companheiro, que com seus amplos e bons conhecimentos em com

putação e em difratometria tornou realizável o programa cuja lógica adaptei para os fins do presente trabalho.

Ao pessoal do Centro de Cálculo Numérico da UFRJ em particular a Tinoco, que ajudaram vencer todas as dificuldades para passar o programa e registrar os dados em cartão.

Ao pessoal dos Laboratórios de Metalurgia da UFRJ/COPPE pela colaboração e pela simpatia, em particular a Francisco, a José, a Bianchini, ao Sr. Dima.

A Zoila, a Sérgio, pela ajuda, pela alegria com que me presentearam durante as minhas permanências no Rio e pela rara e viva amizade.

A Maria Lúiza por sua disposição e ânimo de longos anos. Por seus olhos, por seu coração, por sua amizade.

A Richard do Centro de Pesquisas Informáticas do IPT pelo interesse profissional e atenção gentil com que fez os ajustamentos do programa e o seu encaminhamento para finalmente colocá-lo em funcionamento.

Ao Prof. Tharcisio Demy de Sousa Santos pelas suas palavras de incentivo.

Ao Prof. Carlos Dias Brosh, por autorizar a utilização da cota de horas do computador do CCE da USP.

A Francisca Evrard pelas sugestões e pela normalização da relação Bibliográfica.

A Fausta por sua dedicação e por todo seu trabalho que teve com a datilografia do texto.

Ao Sr. Chico Wada por sua competência e pelos seus trabalhos de fotografia, ao Seu Patrício, à D.Santina e a Marisa.

Pelos trabalhos gráficos a Roberto, Alvaro e Ataliba.

Aos meus amigos pelo apoio tenaz, pelas sugestões e incantivas, pela tolerância. Em particular a Jacques pelas traduções de textos em francês, a Csaba por suas leituras e reparos, por seu traço nos desenhos por seu bom senso e generosidade, à querida Yvonne por seus cuidados por suas apreciações, a Miguel por sua força, persistência e disposição na reta de chegada, pelas leituras, correções, por sua consideração.

As entidades IPT, Escola Politécnica da USP, COPPE/UFRJ e FEI na medida em que com seus recursos contribuíram para a realização desse trabalho.

A minha mãe.

A Dinah por sua fé e coragem, por nosso tempo.

São Paulo, setembro de 1977.

Í N D I C E

1 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	1
1.1 - O MATERIAL	3
1.2 - A CONFORMABILIDADE DE CHAPAS	5
1.3 - ESTAMPABILIDADE E ANISOTROPIA PLÁSTICA	12
1.4 - ANISOTROPIA PLÁSTICA E TEXTURA CRISTALOGRÁFICA	14
1.4.1 - Descrição de texturas.....	15
1.4.2 - Relação entre anisotropia plástica e textura...	18
1.5 - ORIGEM DAS TEXTURAS	19
1.5.1 - Textura de deformação.....	21
1.5.2 - Textura de recozimento.....	23
1.6 - TAMANHO DE GRÃO, ANISOTROPIA PLÁSTICA E TEXTURA	27
1.7 - TRANSFORMAÇÕES NO RECOZIMENTO E O DESENVOLVIMENTO DAS TEXTURAS	32
1.7.1 - Recristalização.....	32
1.7.2 - Nucleação.....	34
1.7.3 - Orientação dos núcleos.....	37
1.7.4 - Recristalização secundária.....	42
1.7.5 - Transformações no recozimento e textura.....	43
1.8 - EFEITOS DE ALCUNS FATORES ESTRUTURAIS SOBRE A CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO	45
1.8.1 - Estrutura de defeitos.....	45
1.8.2 - Solutos e segundas fases.....	49
1.9 - RESUMO E OBJETIVOS	53
2 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	54
2.1 - MATERIAL	61
2.2 - PREPARO DAS AMOSTRAS E PROCESSAMENTO DE LABORATÓRIO DO MATERIAL	63
2.2.1 - Preparo mecânico.....	63
2.2.2 - Tratamentos prévios.....	63
2.2.3 - Laminação a frio.....	65
2.2.4 - Recozimentos.....	65
2.3 - TÉCNICAS METALOGRÁFICAS E CONDIÇÕES EXPERIMENTAIS	67
2.3.1 - Obtenção dos dados para a determinação do tamanho de grão.....	67
2.3.2 - Obtenção dos dados para a determinação da textura.....	68
a) Preparo dos corpos de prova.....	69
b) Condições experimentais.....	71

3 - TRATAMENTO DOS RESULTADOS E CONCLUSÕES PRELIMINARES	77
3.1 - CÁLCULO DO TAMANHO DE GRÃO	79
3.2 - SELEÇÃO DE AMOSTRAS DE ACORDO COM A VARIAÇÃO DOS TAMANHOS DE GRÃO	82
3.3 - DETERMINAÇÃO DAS INTENSIDADES RELATIVAS	84
3.3.1 - Precisão estatística da determinação das intensidades.....	87
3.3.2 - Correção e compatibilização das intensidades...	87
a) Determinação da intensidade do ruído de fundo.....	88
b) Compatibilização das intensidades de acordo com o tempo de contagem e com a abertura da fenda DS.....	89
3.3.3 - Cálculo da intensidade média.....	89
3.3.4 - Normalização (Cálculo das intensidades relativas).....	91
3.4 - TRAÇADO DAS FIGURAS DE POLO	93
4 - APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS FINAIS E DISCUSSÃO	97
4.1 - INTENSIDADES MÉDIAS REFERENTES AOS PLANOS(123)	99
4.2 - PARÂMETROS DE TEXTURA	103
4.2.1 - Grau de redução e o parâmetro de textura p	105
4.2.2 - Tamanho de grão e parâmetro de textura p	106
4.3 - COEFICIENTES DE VARIAÇÃO	108
4.4 - FIGURAS DE POLOS	110
5 - CONCLUSÕES	112
6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	115
7 - TABELAS	
8 - FIGURAS	
9 - ANEXOS	

1 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

- 1.1 - O MATERIAL
- 1.2 - A CONFORMABILIDADE DE CHAPAS
- 1.3 - ESTAMPABILIDADE E ANISOTROPIA PLÁSTICA
- 1.4 - ANISOTROPIA PLÁSTICA E TEXTURA CRISTALOGRÁFICA
 - 1.4.1 - Descrição de texturas
 - 1.4.2 - Relação entre anisotropia plástica e textura
- 1.5 - ORIGEM DAS TEXTURAS
 - 1.5.1 - Textura de deformação
 - 1.5.2 - Textura de recozimento
- 1.6 - TAMANHO DE GRÃO, ANISOTROPIA PLÁSTICA E TEXTURA
- 1.7 - TRANSFORMAÇÕES NO RECOZIMENTO E O DESENVOLVIMENTO DAS TEXTURAS
 - 1.7.1 - Recristalização
 - 1.7.2 - Nucleação
 - 1.7.3 - Orientação dos núcleos
 - 1.7.4 - Recristalização secundária
 - 1.7.5 - Transformações no recozimento e textura
- 1.8 - EFEITOS DE ALGUNS FATORES ESTRUTURAIS SOBRE A CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO
 - 1.8.1 - Estrutura de defeitos
 - 1.8.2 - Solutos e segundas fases
- 1.9 - RESUMO E OBJETIVOS

1.1 - O MATERIAL

Chapa fina de aço de baixo teor de carbono é um dos materiais metálicos de maior produção e de emprego mais diversificado. É um produto plano, de espessura menor do que 6mm. A composição do material é relativamente simples, contém carbono em teores menores do que 0,15% e menos do que 1% de outros elementos de liga, elementos residuais ou impurezas. Além do carbono, o manganês é o principal elemento de liga do material dessas chapas. Normalmente sua concentração fica dentro da faixa de 0,20 a 0,50%. Para obter certas propriedades, costuma-se fazer pequenas e estritamente controladas adições de Al, Ti, V, Ni, e de outros elementos. Normalmente, os elementos residuais comuns, tais como O, N, P, S, Si, Cu, Cr, Mo e Ni são mantidos com teores tão baixos, quanto é condizente com as sucatas empregadas e com a prática de

produção de aço /1,2/.

Apesar do fato que o aço-carbono em consideração é um material de composição relativamente simples, pequenas alterações em sua composição ou modificações nas condições de seu processamento podem acarretar sensíveis variações nas suas propriedades /1/.

Peças de formas bastante variadas e complicadas podem ser produzidas a partir de chapas. A relativa facilidade que as chapas oferecem à conformação, faz com que a estampagem seja o processamento mais típico e mais frequente das chapas. Conseqüentemente, a principal propriedade exigida do material de chapa é a conformabilidade, na grande maioria de suas aplicações.

1.2 - A CONFORMABILIDADE DE CHAPAS

O método mais comum de conformação de chapas é a conformação por pressão. Nesse processo uma placa plana (desenvolvimento) adquire a sua forma final sob ação conjunta de um par de matrizes correspondentes, que são comprimidas uma contra a outra durante a operação, de modo que a conformação da chapa se efetua entre as duas matrizes. Para efeito do presente estudo, será considerado como estampagem, esse tipo de operação.

A questão de conformabilidade por estampagem não é simples. Muitos fatores interferem no processo de deformação do material da chapa. O comportamento da chapa depende, de um lado, das propriedades do seu material, e por outro lado, é determinado pelas condições de operação. Ou seja, o desempenho do material não só depende

do seu estado, mas é condicionado também pela forma particular de interação entre a ferramenta e a peça (chapa): a resposta da chapa submetida à solicitação de conformação por estampagem depende da natureza e da severidade da solicitação, além das propriedades inerentes ao seu material.

A solicitação na estampagem, por sua vez, é função do tamanho e forma final, que se pretende conferir à peça; da sequência de operações que conduzem até essa forma final; do desenho e da confecção das ferramentas; da temperatura e da velocidade da operação; da lubrificação; e assim por diante.

A natureza e a severidade de solicitação, a qual o material fica submetido nas operações de estampagem, podem variar muito, tanto de um caso para outro; quanto de uma região da chapa para outra, na mesma operação.

Para compreender, ou para descrever o comportamento do material da chapa durante uma operação de estampagem, suas propriedades inerentes devem ser confrontadas com os fatores externos de solicitação. A conformabilidade da chapa, conseqüentemente, não pode ser descrita com rigor, simplesmente por meio de uma única propriedade intrínseca do seu material. É necessário combinar adequadamente diversas propriedades, de acordo com a natureza do caso particular que está sendo considerado.

As principais características inerentes ao material, que são exigidas durante a conformação por estampagem, e que ficam manifestas pelo seu comportamento, são as propriedades plásticas, tais como limite de escoamento, índices de anisotropia e de encruamento etc. . São, portanto, propriedades que representam o comportamento médio do material.

No interior do material podem ocorrer anormalidades locais ou heterogeneidades (tais como defeitos de laminação, inclusões, regiões segregadas, irregularidades com o tamanho de grão etc.) de tal sorte, que comprometam localmente o desempenho do material. Isso pode ocorrer, mesmo que suas propriedades gerais sejam comprovadamente satisfatórias.

Apenas para simplificar a questão de estampabilidade, e com isso restringir mais o curso do presente trabalho, estes fatores, que tem efeito local e ocasional, não mais serão considerados. Pela mesma razão será simplificada a questão do efeito das condições de solicitação sobre o comportamento do material. Na sequência da exposição não serão consideradas as eventuais particularidades que, na prática de estampagem, fazem de cada caso um caso diferente dos outros, apesar de que tais aspectos particulares possam ser mais críticos para efeito da estampabilidade, que propriamente a qualidade média do material.

É fato bem conhecido /3/, que a conformabilidade do material das chapas depende de sua estrutura. Porém, não é fácil descrever de modo quantitativo a estrutura de um material. Mesmo quando se trata de um metal monofásico, é necessário definir e medir um conjunto numeroso de parâmetros, para representar a estrutura. Trata-se de parâmetros tais como: tamanho de grão, distribuição do tamanho de grão, forma dos grãos, distribuição de orientações dos grãos, grau de deformação, fração recristalizada e outros, conforme o caso. As propriedades sensíveis à estrutura dependem também da composição da liga. E quando a liga não é monofásica, estas propriedades ficam também afetadas por um conjunto de outros fatores relativos à microconstituição da liga (natureza, forma, tamanho e distribuição de segundas fases). Não existe uma teoria quantitativa completa que combinasse os efeitos simultâneos de todos os fatores efetivos, nem mesmo para o caso mais simples do material monofásico.

Algumas questões de conformabilidade são resolvidas com bastante sucesso com a utilização dos parâmetros semi-empíricos n (índice de anisotropia plástica) e n (expoente de encruamento). Estes parâmetros servem razoavelmente bem nos propósitos de ambas as naturezas: prático e teórico. Os dois parâmetros podem ser obtidos a partir dos resultados fornecidos pelo ensaio de tração simples.

O parâmetro n é o expoente da equação parabólica

$$\epsilon = k \sigma^n \quad (1.2/1)$$

que expressa com boa aproximação o comportamento plástico de muitos metais, em particular dos aços de baixo teor de carbono, em termos de tensão real σ e deformação real ϵ . O coeficiente k (coeficiente de resistência) é uma constante característica do material.

O parâmetro \bar{r} é obtido a partir da razão de deformação plástica definida pela expressão:

$$r = \frac{\epsilon_w}{\epsilon_t} \quad (1.2/2)$$

em que ϵ_w e ϵ_t são as deformações reais medidas nas dimensões segundo a largura (índice w) e a espessura (índice t) do corpo de prova submetido ao ensaio de tração simples e deformado até um grau de alongamento predeterminado, dentro da faixa de deformação uniforme. Calcula-se \bar{r} a partir de várias determinações de r , efetuadas com vários corpos de prova retirados da chapa, de modo que formassem ângulos diferentes com a direção de laminação da chapa. Dessa forma obtêm-se o valor médio \bar{r} pela expressão

$$\bar{r} = \frac{r_0 + 2r_{45} + r_{90}}{4} \quad (1.2/3)$$

em que os índices indicam os ângulos que os eixos dos corpos de prova formam com a direção de laminação da chapa.

Os resultados obtidos em ensaios de tração simples, ou então por outros ensaios, permitem a determinação de outros parâmetros para medir a conformabilidade de chapas, e que melhor atendem o particular enfoque científico ou tecnológico adotado, conforme o caso.

Nas operações comuns de conformação por estampagem, as deformações podem ser decompostas /1/ - de um modo geral - em dois tipos principais:

- estiramento ou distensão ("stretching") e
- repuxo, arrastamento ou embutimento ("drawing").

Pode ocorrer que as operações sejam predominantemente de estiramento, ou predominantemente de repuxo, ou então de natureza mista. As propriedades exigidas do material são diferentes, de acordo com a solicitação, segundo a operação seja de estiramento puro ou de repuxo puro. É fato bem conhecido, conforme encontra-se relatado nas referências /1, 2, 3, 4, 5/, que há uma correlação entre o desempenho do material e o respectivo parâmetro, ou seja, o expoente de encruamento n no caso de estiramento e o índice \bar{r} de anisotropia plástica no caso de repuxo.

Quando o processo de conformação é de estampagem profunda, a natureza da deformação é predominantemente de repuxo. Nesse caso, o termo estampabilidade costuma ser usado para referir-se à capacidade do material de conformar-se em condições de deformação, que são essencialmente de repuxo.

Serão em seguida analisados alguns fatores relacionados com a estampabilidade no seu sentido mais específico, relativo a estampagem profunda.

1.3 - ESTAMPABILIDADE E ANISOTROPIA PLÁSTICA

Estampabilidade é a propriedade plástica do material, que conjuga uma certa facilidade para adquirir sua forma final com uma certa resistência ao afinamento local da espessura da chapa (e à ruptura consequente), ao ser submetida a uma operação pura ou predominantemente de repuxo. Para tanto, o material deve apresentar duas características:

- ter facilidade de deformar no plano da chapa, ou seja, possuir tensão de escoamento de valor relativamente baixo nas direções contidas no plano da chapa, e
- resistir ao afinamento da espessura da chapa, ou seja, possuir tensão de escoamento de valor relativamente alto na direção perpendicular ao plano da chapa.

Na operação o material terá sucesso se, em outras palavras, a velocidade de deformação no plano da chapa for acentuadamente maior do que a velocidade com a qual varia a espessura da chapa. As velocidades das variações específicas de dimensões nas diferentes direções dependem naturalmente do estado local de tensões, mas dependem também do valor das propriedades plásticas do material, conforme a direção considerada. No que se refere às características inerentes ao material, a estampabilidade depende então de sua anisotropia plástica. O parâmetro \bar{r} é uma boa medida da anisotropia normal da chapa. Quanto maior for o valor de \bar{r} , tanto maior é a facilidade de o material se deformar no plano da chapa em relação à capacidade de deformação apresentada na dimensão da espessura.

A razão de deformação plástica r pode variar com a direção em que for determinada. Sua variação Δr mede a anisotropia plana do material. O parâmetro $\Delta \bar{r}$ é definido pela expressão:

$$\Delta \bar{r} = \frac{r_{00} + r_{90} - 2r_{45}}{2} \quad (1.3/1)$$

Os parâmetros \bar{r} e $\Delta \bar{r}$ são medidas convenientes da anisotropia plástica do material de uma chapa.

1.4 - ANISOTROPIA PLÁSTICA E TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

Um monocristal apresenta-se anisotrópico em relação a maioria de suas propriedades físicas. Em particular, possui anisotropia plástica: a resistência que oferece à deformação plástica, depende da relação de orientação entre a tensão externamente aplicada e as direções cristalográficas de estrutura cristalina. No caso de um material poli-cristalino, monofásico, pode acontecer, que a anisotropia plástica própria de seus grãos individuais não se manifeste no comportamento do todo. Por exemplo, se os grãos do material estivessem orientados ao acaso, então o comportamento plástico macroscópico do material seria isotrópico. Nessa condição, todas as orientações possíveis teriam a mesma probabilidade de estarem presentes. Nos casos reais, o que ocorre mais frequentemente, é o material apresentar uma ou mais orientações preferen

ciais na distribuição de orientações de seus grãos. Tal distribuição é designada por textura cristalográfica, ou simplesmente textura. É comum chamar-se de textura, a orientação preferencial dos grãos, em particular. Nesse sentido é que se diz, que o material está sem textura, quando não apresenta orientação preferencial.

Textura é o fator extrutural de natureza cristalográfica que determina a anisotropia plástica de um material. A informação útil mais óbvia /6/ que pode provir da pesquisa em textura, é aquela que conduz ao melhor entendimento do controle do desenvolvimento de texturas, de modo a tornar possível o domínio mais adequado de propriedades tais como a estampabilidade profunda, que é acentuadamente influenciada pela textura. Com esse tipo de pesquisa está associado o estudo das relações quantitativas entre texturas e propriedades mecânicas e físicas.

1.4.1 - Descrição de texturas /2,3,7,8,9,10,11/.

A descrição de texturas consiste em apresentar de alguma forma a orientação dos cristalitos em relação a um sistema de referencial. Por questões de generalidade convém utilizar o conceito de cristalito, que corresponde àquela unidade cristalográfica que compõe a estrutura de "mosaico" de um material policristalino deformado a frio

ou recozido. Corresponde ao grão ou ao subgrão, quando existe uma estrutura, ou subestrutura celular. O sistema de referencial (em relação ao qual se determina a distribuição de orientações dos cristalit^{os}), no caso de chapas, pode ser composto pelas direções de laminação (DL), transversal (DT) e normal (DN).

A descrição mais simples e imediata de uma textura pode ser feita em termos de orientações ideais. Consiste em dar o sistema $(hkl) |uvw|$, o que indica que os cristalit^{os} estão orientados com seus planos (hkl) paralelos ao plano da chapa, e a direção $|uvw|$ à direção de laminação.

Contudo, mesmo as texturas mais simples exibem, normalmente, uma certa distribuição de orientações em volta de uma orientação média, ou seja, as texturas dificilmente são completamente nítidas. Assim, a descrição simples em termos de orientações ideais passou a ser considerada inadequada.

A descrição mais completa é feita por uma função de distribuição de orientações /9, 10, 11/. A determinação da função de distribuição de orientações é bastante complicada. O que pode ser determinada diretamente é a densidade de polos, por meio de difratometria de raio-X, por exemplo. Embora uma figura de polo é insuficiente para

se obter a função de distribuição, oferece uma descrição mais quantitativa que aquela feita por orientações ideais. No entanto, encontram-se dificuldades para aplicar as informações estatísticas contidas numa figura de polo, para prever as propriedades do material a partir desses dados cristalográficos referentes a sua estrutura, ou mesmo apenas relacioná-los. Para esses propósitos costuma-se simplificar as figuras de polo, e procurar a orientação ideal, que melhor se ajusta para determinar a proporção relativa do componente de orientação ideal que está presente. Para obter isso, é necessário usar dois, ou - de preferência - três figuras de polo de reflexões diferentes /9/. Deve ser encontrada aquela orientação ideal que melhor se ajuste com todas as figuras de polo.

Além de outros recursos, como por exemplo, a obtenção de figuras de polo inversas, pode também ser utilizado um parâmetro de textura, adequadamente escolhido de acordo com o caso.

A utilização de parâmetros de textura torna-se mais indicada, quando são examinadas muitas amostras de texturas semelhantes, e pretende-se determinar algumas diferenças entre elas /10/.

1.4.2 - Relação entre anisotropia plástica e textura.

Trabalhos realizados por diversos pesquisadores comprovam teórica e experimentalmente, que o valor do índice \bar{r} está relacionado com a textura cristalográfica, e que materiais com componentes de textura (222) acentuados e (200) fracos possuem alto valor de \bar{r} e boa estampabilidade /1,5,12/. No entanto, não foi ainda estabelecida uma relação exata entre os componentes de textura e o valor de \bar{r} . Têm sido propostos parâmetros de textura que mostram boa correlação com \bar{r} . Um desses parâmetros é aquele apresentado por Held /12/, e que se relaciona com \bar{r} segundo a expressão linear empírica:

$$\bar{r} = 0,26 \ln p + 0,79 \quad (1.4/1)$$

onde, p é o parâmetro de textura definido como sendo o quociente entre as intensidades integradas relativas dos planos (222) e (200) paralelos ao plano da chapa. A variação linear do índice de anisotropia \bar{r} com o logaritmo neperiano do parâmetro de textura foi verificada e confirmada por diversos pesquisadores com bom coeficiente de correlação /12, 13, 14/. As retas que se ajustam aos dados experimentais obtidos pelos diferentes autores divergem, ligeiramente, apenas no valor das constantes.

A definição do parâmetro da textura pode ser refinada, com a consideração de outros componentes de textura, conforme isso se mostre ou não necessário.

1.5 - ORIGEM DAS TEXTURAS

As principais operações da obtenção e conformação dos materiais metálicos introduzem orientações preferenciais na sua estrutura cristalina. Devido a esse fato, o material - via de regra - apresenta textura, ou seja, são excepcionalmente possui orientação cristalográfica ao acaso. A deformação a frio e o posterior recozimento são as duas etapas principais para efeito do estabelecimento da textura. A textura produzida pela deformação a frio ou durante o recozimento, em última análise, é o resultado dos processos atômicos promovidos ou ativados por essas operações. Um grande número de variáveis interferem com as transformações que ocorrem durante a deformação a frio e o recozimento. Consequentemente são muitos os fatores que tem efeito sobre o desenvolvimento das texturas. As variáveis que exercem influência sobre as texturas que se estabelecem na deformação a

frio e no recozimento, podem ser agrupadas em duas categorias correlatas /9/:

- variáveis do material (constitucionais e estruturais), e
- variáveis metalúrgicas (de processamento ou de tratamento).

As variáveis inerentes ao material, que se consideram comumente /9/, são:

- composição
- estrutura cristalina
- elementos de liga ou impurezas dissolvidas
- segundas fases e inclusões
- textura inicial
- tamanho de grão inicial

As variáveis de processamento, no caso da deformação a frio são /9/, por sua vez, tais como:

- tipo e intensidade de deformação
- tratamento térmico prévio
- velocidade de deformação
- temperatura de deformação
- grau de deformação total
- grau de deformação por passe.

Essas variáveis condicionam a estrutura de defeitos que se forma no interior do material com a deformação a frio.

Associada com a estrutura de defeitos, também fica armazenada a energia livre e estabelecida sua distribuição. Essa configuração energética corresponde ao potencial termodinâmico que promoverá as transformações no recozimento.

As variáveis de processamento que caracterizam o recozimento, e que devem ser consideradas, em particular pelo efeito que exercem sobre o desenvolvimento da textura de recozimento, são a temperatura em que o tratamento é efetuado, sua duração, as velocidades de aquecimento e de esfriamento, bem como a atmosfera do forno.

1.5.1 - Textura de deformação

Ao promover a deformação a frio, as tensões externamente aplicadas impõem uma certa direcionalidade ao fluxo do material. Cada grão é obrigado a acompanhar a mudança de forma externamente imposta, de modo que diversos sistemas de escoamento entram em operação, ativados de acordo com a distribuição interna de tensões. Com isso, entre outros efeitos, ocorre a reorientação do reticulado dos grãos individuais, de modo que certas direções cristalográficas tendem a alinhar-se de acordo com os componentes principais do fluxo de material. No caso da laminação as principais direções de fluxo são a direção

de laminação e a direção perpendicular ao plano da chapa. O processo de reorientação é gradual e tende para o estabelecimento de uma textura final, que em certos casos é atingida para reduções que podem ultrapassar o grau de 90%. A orientação final só depende da natureza do processo de deformação (laminação, trefila, etc) /8,9,15/. Para um determinado processo de deformação, obtêm-se a mesma textura final, ou pelo menos muito semelhante, para todos os metais de igual estrutura cristalina /8,9,15/. Assim, é geralmente aceito que as texturas de deformação são as mesmas para todos os metais do sistema CCC, independentemente de sua composição ou pureza /8,9/.

De maneira geral e simplificada, as texturas de laminação do ferro e de suas ligas comuns podem ser descritas em termos de componentes ideais, como centros de espalhamento. A textura de laminação pode ser caracterizada pelo componente principal $(100) \langle 011 \rangle$ e pelas orientações secundárias $(112) \langle 110 \rangle$ de maior frequência, e $(111) \langle 110 \rangle$ e $(111) \langle 112 \rangle$ menos frequentes /1,9,16/.

Heckler e Granzow /17/ investigaram o desenvolvimento de texturas de laminação e de recristalização em aços de baixo teor de carbono (efervescente e acalmado) pela utilização da análise de distribuição de orientações dos cristalitos. Concluíram que com o aumento da deformação em ambos os aços, desenvolveram-se simultaneamente um

eixo de fibra parcial $\langle 011 \rangle$ paralelo à direção de laminação (e que inclui componentes de $\{100\}$ $\langle 011 \rangle$ até $\{111\}$ $\langle 011 \rangle$) e um eixo de fibra parcial $\langle 111 \rangle$ paralelo à direção normal. As suas conclusões estão de acordo com a descrição acima, a menos em um ponto: seus resultados indicaram que a textura de fibra $\langle 111 \rangle$ não é um componente fraco, mas sim, é um dos componentes principais.

Hã autores /18,19/ que preferem utilizar outros componentes para descrever a textura de laminação. Segundo Dillamore e Roberts /9/ hã na literatura três formas diferentes de descrição por meio de componentes ideais de textura, mas são equivalentes e levam a conclusão de que o processo de desenvolvimento da textura de laminação a frio é razoavelmente bem descrito pela formação e posterior decomposição do componente $\{112\}$ $\langle 110 \rangle$ /19,20/.

1.5.2 - Textura de recozimento

Com o recozimento do material deformado a frio, obtêm-se a textura de recozimento. A textura de recozimento desenvolve-se, portanto, da textura de deformação. Comparando as duas texturas pode ser dito, de uma maneira geral, que a textura de recozimento produzida, ou é da mesma natureza que a textura de deformação, ou então tende a se diferenciar, a ponto de se estabelecer uma textura

completamente diferente /8, 21/.

O desenvolvimento da textura de recozimento envolve diversos mecanismos fundamentais, tais como recuperação, re cristalização primária, eventualmente recristalização se cundária /21,23/.

Alguns autores /16,22/, às vezes, ao se referirem à textura desenvolvida durante o recozimento de material deformado a frio, designam-na por "textura de recozimento" ao em vez de chamá-la de "textura de recristalização". Grewen /21/ considera preferível a expressão "textura de recozimento" (e não textura de recristalização) pelo facto que a recuperação também tem certo efeito sobre a tex tura produzida no recozimento do material /22/. No presente trabalho ambas serão utilizadas.

Não existe ainda uma teoria geral que explicasse por com plete a formação da textura de recozimento /24/. Apenas serão revistas, mais adiante, algumas questões relativas à nucleação e aos crescimentos primário e secundário, como também, aos efeitos de algumas variáveis meta lúrgicas e constitucionais sobre o estado deformado a frio, sobre a recristalização e a textura produzida.

A natureza e a intensidade da textura produzida pelo recozimento ao final da recristalização primária em ferro'

ou aço de baixo teor de carbono dependem de um lado da textura de deformação, que por sua vez é função do grau de redução e para reduções menores, também da textura inicial, anterior à deformação a frio. Por outro lado, tudo que interfere com a cinética de recuperação em particular e de recristalização em geral, pode influenciar até certo ponto a textura de recristalização primária /1, 18/. Esse fato indica, que as texturas são susceptíveis a um certo controle /3/. Assim, para efeito de controle de textura, podem ser considerados os fatores como elementos de liga e impurezas presentes e a sua distribuição, tamanho e distribuição de segundas fases e inclusões, tempo e temperatura de recozimento, velocidade de aquecimento e mudança de composição resultante da interação gás-metal durante o recozimento /1, 18/. A recristalização secundária pode modificar bastante a textura, principalmente quando ao mesmo tempo controla-se adequadamente a quantidade e distribuição de segundas fases /21, 22/.

As texturas de recozimento, que resultam apenas de recuperação, são essencialmente idênticas às texturas de deformação originais /23/.

Em baixas temperaturas de recozimento e com tempos curtos, normalmente, obtêm-se textura de recristalização bastante semelhante à textura de deformação original /9, 26/, se bem que, mesmo nesses casos, pode acontecer que apare

ça na textura de recristalização um componente praticamente ausente na textura de deformação /26/.

Podem ser obtidas texturas de recozimento bastante ou completamente diferentes da textura de laminação por meio do aumento da temperatura e do tempo de recozimento ou pelo controle criterioso das outras variáveis acima mencionadas.

As figuras de polo (200) da Fig. 1 ilustram as texturas obtidas por Stickels /26/ em aço acalmado com alumínio (produzido em laboratório) laminado a frio e recozido em tempos e temperaturas diferentes.

1.6 - TAMANHO DE GRÃO, ANISOTROPIA PLÁSTICA E TEXTURA

As mesmas variáveis que na laminação a frio e no recozimento afetam a formação da textura, determinam também o tamanho de grão do material. Em princípio poderia se supor que haja, eventualmente, uma relação entre a textura cristalográfica de recozimento e o tamanho de grão.

São poucos os trabalhos na literatura que abordam a relação entre o tamanho de grão e a anisotropia plástica ou a textura /1,12,14,30/.

Blickwede /1/ apresenta alguns resultados experimentais de seus associados D.A.Karlyn, R.W.Vieth e J.L.Forand. Por exemplo, relata os resultados obtidos com dois tipos diferentes de aço de baixo teor de carbono recozidos em várias temperaturas durante tempos iguais, depois de ter

rem sido laminados a frio até o mesmo grau de redução. Obtiveram tamanhos de grão crescentes e verificaram que o valor de \bar{r} crescia também, correspondentemente. Esse resultado, sugeria a Karlyn, Vieth e Forand, conforme relatado por Blickwede, que com o crescimento de grão desenvolvia-se mais a textura inicialmente estabelecida no começo da recristalização. Posteriormente investigaram a relação entre \bar{r} e o tamanho de grão para quatro aços diferentes (todos de baixo teor de carbono). Chegaram à conclusão que o comportamento dos materiais examinados podia ser expresso pela equação:

$$r = r_0 - kN \quad (1.5/1)$$

onde N é o número de tamanho de grão ASTM, r_0 e k são constantes. A constante r_0 assume valores diferentes para cada tipo de aço, e depende, além da sua composição, das etapas anteriores de processamento que afetam a orientação formada no início da recristalização do material. A inclinação das retas correspondentes aos diferentes aços é aproximadamente a mesma, o que parece indicar, segundo Blickwede, que k é relativamente insensível ao tipo do aço. O referido autor não especifica os tratamentos que originaram a variação do tamanho de grão, como também a análise das eventuais possibilidades da variação de k foge ao escopo do trabalho publicado. Apenas menciona, que a velocidade de aquecimento, em certos casos, po

de ter um efeito mais acentuado sobre a formação da textura cristalográfica, do que sobre o tamanho de grão.

Pode ser observado (Fig. 2/1/), que a dispersão dos pontos em torno da reta apresentada é bastante grande, principalmente no caso do aço efervescente. Esse espalhamento dos pontos ao redor da reta média sugere uma eventual possibilidade de variar k , desde que seja possível estabelecer um controle criterioso das variáveis que influem sobre o desenvolvimento do tamanho de grão e da textura cristalográfica.

Estudos de Chilque e Ferran /14/ indicam, que no caso de recozimentos intercríticos, a inclinação da reta $\bar{r} = f(N)$ ajustada aos pontos é bem menor que a inclinação daquelas apresentadas por Blickwede, ou seja, \bar{r} varia pouco com N no caso estudado por eles. Verificaram também, que o coeficiente de correlação era muito baixo.

Uma das técnicas de variar o tamanho de grão, e que pode ser considerada, é com o grau de redução, para condições fixas de recozimento. Nesse caso, \bar{r} cresce com o aumento do grau de redução até um determinado valor da redução, que varia de 75% até mais de 90%, conforme o material e a técnica experimental utilizados /1, 12, 29, 30/. Por sua vez, o tamanho de grão decresce com o aumento da deformação a frio, de modo que tende a um certo valor

constante. Held /29/ estudou a relação entre valores de \bar{r} e propriedades estruturais de chapas de aço. De acordo com seus resultados experimentais não se obteve decréscimo do tamanho de grão para deformações acima de 70% no caso do aço efervescente. No caso do aço acalmado com alumínio, o tamanho de grão continuou a decrescer, e não atingiu seu valor limite até uma redução próxima de 90%. O aumento da redução a frio é acompanhado com um aumento da intensidade de raio-X difratado, correspondente ao plano (111).

Hughes e Page /30/, ao estudarem o efeito do manganês e do carbono sobre a anisotropia plástica, tamanho de grão e ductilidade em ferro puro, observaram que, embora em alguns casos o tamanho de grão grande era associado com valores elevados de \bar{r} , em outros isso não ocorria. Na ausência de carbonetos ocorria crescimento secundário de grão e verificou-se que não era controlado por orientação, de forma que produziu tamanho de grão grande acompanhado de valor relativamente baixo de \bar{r} (1,41). Os referidos autores concluíram que, em termos gerais não há uma relação distinta entre tamanho de grão, textura e o valor de \bar{r} , que se aplique em todos os casos de composição e de redução a frio anterior ao recozimento.

As evidências que dizem respeito a variação de \bar{r} ou da textura com o tamanho de grão, ilustram a natureza da re

lação que porventura possa existir entre uma medida do tamanho de grão e um parâmetro representativo da anisotropia normal ou da textura. Naturalmente a relação (1.5/1) não deve gozar de validade geral. O índice de anisotropia normal \bar{r} ou a própria textura (medida por um parâmetro conveniente) não devem ser funções simples e exclusivas do tamanho de grão. A variação da textura, como também, a variação do tamanho de grão, são apenas duas manifestações das mesmas transformações condicionadas e promovidas ao longo do processamento do material. Não é necessário que seus desenvolvimentos sigam uma relação exclusiva de causa e efeito, ou então se processem de maneira extritamente correspondente. Os respectivos parâmetros não são necessariamente dependentes, e nem essa dependência - se existir - é necessariamente linear. No entanto, os resultados experimentais sugerem também, que eventualmente possam existir condições particularmente favoráveis, em que se verifica uma relação simples entre o tamanho de grão e um parâmetro representativo da textura (ou uma medida adequada da anisotropia plástica, correspondente à textura). Considerar essa possibilidade parece atraente, pois o estabelecimento de tais condições eventualmente poderia vir a ser um recurso útil no condicionamento da anisotropia plástica durante o processamento, assim como no melhor entendimento do desenvolvimento de texturas e de problemas relacionados com recristalização.

1.7 - TRANSFORMAÇÕES NO RECOZIMENTO E O DESENVOLVIMENTO DAS TEXTURAS

Para compreender alguns aspectos básicos do desenvolvimento de texturas de recozimento na recristalização, devem ser considerados não apenas a origem do grão recristalizado, mas também os principais fatores responsáveis pela relação de orientação entre o grão recristalizado e a matriz deformada.

1.7.1 - Recristalização

O material durante a deformação a frio retém uma parte da energia investida. Essa energia retida está associada à estrutura de defeitos que se formou ao mesmo tempo. Depois de deformado a frio, o material se encontra então

num estado termodinamicamente metaestável, em relação ao estado recozido. Certa parte de sua energia interna é liberada no recozimento sob efeito da ativação térmica. Recuperação e recristalização são as transformações que levam ao estado recozido, ou seja, ao estado de energia interna mais baixa; e cujo potencial termodinâmico corresponde à variação da energia livre. Nesse processo o material retoma sua estrutura granular e seu reticulado cristalino fica mais livre de defeitos.

A recristalização, segundo Hutchinson /31/ se bem que ocorre da mesma forma que as outras transformações, a saber, por nucleação e crescimento, a fase de nucleação não corresponde exatamente ao conceito clássico de nucleação. Na grande maioria dos casos, a recristalização pode ser concebida como um processo contínuo de crescimento, em que o embrião tem tamanho supercrítico em todos os estágios. Mas há uma mudança brusca da velocidade de crescimento, o que indica que o processo tem dois estágios, em que mecanismos diferentes atuam com mais destaque. Há um período de encubação, em que pouca alteração ou crescimento ocorre. Em seguida, normalmente, manifesta-se uma mudança muito nítida de velocidade. Esse segundo estágio é que corresponde ao crescimento convencional. Com raras exceções, a mudança de um estágio para o outro é suficientemente brusca, para que possa ser detectada por ambas as técnicas metalográficas de microscopia: ótica e ele-

trônica. Essa transição pode servir na prática, como uma definição operacional de nucleação.

1.7.2 - Nucleação

De uma maneira mais geral, o núcleo de recristalização, ou já existe na matriz deformada, ou então forma-se no processo de recuperação que precede a recristalização na maioria dos casos /24/.

De qualquer forma, o ponto importante é definir, quais são as condições em que torna-se possível o crescimento do núcleo.

As condições que devem ser satisfeitas para que um certo volume da matriz deformada gere um núcleo próspero - capaz de crescer - apresentam dois aspectos relevantes: o energético e o estrutural.

É geralmente aceito, que no caso de materiais monofásicos, podem operar três tipos principais de mecanismos de nucleação. Cada um dos mecanismos está associado a uma configuração estrutural distinta /24,32,33/.

Um dos mecanismos de nucleação é por crescimento, ou então, pelo coalescimento de subgrãos que permitem recrista

lização "in situ" em regiões de orientação uniforme.

Um outro mecanismo pode atuar no caso de certos grãos individuais no material policristalino, e que sofreram deformação não homogênea, que conduziu à formação de blocos com diferença de orientação relativamente grande, acomodada por bandas de deformação. Essas bandas de deformação (microbandas ou bandas de transição) reúnem condições para atuarem como lugar preferencial para nucleação.

A migração de contorno induzida por tensão é o terceiro mecanismo. Nesse caso inicialmente o núcleo e depois os grãos crescem pela movimentação de um contorno de grande ângulo já existente, ou seja, sua formação não dependerá de migração prévia de subcontornos.

Nos primeiros dois casos, no estágio inicial, o crescimento do núcleo ocorre por uma movimentação coordenada de certo número de discordâncias, sendo portanto, resultado de uma forma de recuperação.

Quando o crescimento do núcleo procede através de uma região em que o reticulado é curvo, o aumento de tamanho do núcleo é acompanhado pelo aumento da diferença de orientação entre os dois lados do contorno. Com isso mudam também a estrutura e as propriedades do contorno. O crescimento atinge um estágio crítico, em que o mecanismo de

crescimento passa do processo cooperativo para um processo de difusão a curta distância de átomos através do contorno /31/.

O coalescimento ou o crescimento de subgrãos ocorre em níveis mais baixos de ativação térmica, comparado com o mecanismo de migração de contorno de grande ângulo. Por sua vez, a nucleação em bandas de transição inicia-se com baixa energia de ativação, mas deverá requerer energia térmica em quantidade crescente até que seja atingida a configuração de contorno de grande ângulo.

Essas considerações indicam, que a dependência de temperatura das texturas de recozimento pode ser interpretada em função das diferenças de ativação térmica dos diversos mecanismos de nucleação. A dependência, dessa forma interpretada, pode ser considerada como um dos fatores que conferem um efeito seletivo à recristalização. Além dessa, outros fatores devem ser considerados, de alguma forma, tais como os tipos de regiões aptas a evoluírem-se em núcleos e que são presentes no material deformado a frio, a frequência e a orientação com que se apresentam.

Por exemplo, a nucleação junto a bandas de transição deixa de ser viável depois de deformações fortes /31/.

Dillamore e colaboradores /34/ concluíram que no caso de ferro puro e de dois aços de baixo teor de carbono comerciais, fortemente deformados (70%) por laminação, o crescimento de sub-grão é o processo de nucleação mais provável. Não observaram nucleação em contorno de grão.

Bunge e colaboradores /11/ investigaram a textura de recristalização de aços de baixo teor de carbono laminados a frio, por difração de neutrons. Seus resultados foram representados por funções de distribuição de orientação tridimensional.

Supuseram e sustentam, que a nucleação em contorno de grão e em bandas de transição seja responsável por certos componentes de textura que se formam no recozimento do material fortemente deformado.

1.7.3 - Orientação dos núcleos

A questão da orientação dos núcleos foi estudada sob diversos pontos de vista e por meio de diferentes técnicas experimentais.

Dillamore e Katoh /24/ fizeram uma análise teórica detalhada de como as orientações dos diversos tipos de núcleos de recristalização relacionam-se a determinadas componentes da tex

tura de recozimento. Mostraram que aparentemente todos os componentes de texturas de recozimento encontrados em metais cúbicos monofásicos podem ser explicados em termos de um ou outro dos três mecanismos de nucleação, se bem que consideraram serem inadequados os dados existentes para uma abordagem completa.

A questão da dependência de orientação da nucleação pode ser resumida da seguinte forma: Há três condições que devem ser satisfeitas /31/ para que um dado volume da matriz deformada a frio possa gerar um grão recristalizado pelo crescimento de uma célula ou subgrão. A quantidade local de energia armazenada deve ser alta, para que se disponha de alto potencial termodinâmico (a essa condição corresponde tamanho pequeno de célula). Deve haver um acentuado gradiente espacial de energia armazenada para permitir o desenvolvimento local de instabilidade (a essa condição corresponde uma distribuição ampla de tamanho de célula). Finalmente, deve haver uma nítida curvatura do reticulado, de modo que o núcleo ao crescer, possa atingir rapidamente a situação de contorno de grande ângulo. Atualmente há considerável evidência de que em um material plasticamente deformado a frio, essas condições são melhor satisfeitas em algumas orientações, que em outras. A densidade e a distribuição de discordâncias incorporadas no material durante a deformação, dependem da orientação cristalográfica em relação aos eixos prin-

cipais de deformação, enquanto que a frequência da ocorrência das orientações é não uniforme por causa da textura de deformação.

O caso de dependência de orientação da nucleação mais insistentemente estudado é o do ferro e aço deformados por laminação até 70%. Dillamore, Smith e Watson /34/, a partir de observações quantitativas feitas por microscopia eletrônica, e Takechi, Kato e Nagashima /16/, por meio de medidas da largura de linhas de raio-X, mostraram que a distribuição de energia interna armazenada na deformação, depende de orientação. Ao considerarem as principais componentes de textura, chegaram à mesma conclusão, a saber, que a energia armazenada cresce na seguinte ordem: (100) [011], (211) [011], (111) [uvw], e (011) [011], sendo que o componente (011) [011] é muito fraco em comparação aos outros. Ao assumir que a formação de um núcleo capaz de crescer depende do potencial termodinâmico disponível para o crescimento de um subgrão, fica implícito que a facilidade de nucleações deverá ser sensível à orientação de forma correspondente. Os gráficos da Fig.3 mostram esquematicamente como a velocidade de nucleação deve variar com a orientação, de acordo com esse modelo.

Com a recristalização, durante o recozimento do material deformado a frio, os componentes de textura (011) e (111)

devem ser aqueles que nucleiam em primeiro lugar, e portanto, contam para o crescimento, com um período de tempo mais longo que os componentes energeticamente menos favorecidos. Como a densidade de planos (011) é muito baixa no material laminado a frio, é pouco provável que esse componente se torne muito forte. A orientação menos favorecida é a (100) e por isso é previsível que desapareça no recozimento, em decorrência de ser consumido pelo crescimento de grãos que se originariam em regiões com outras orientações.

A predominância de planos (111) paralelos ao plano da chapa, havia sido confirmada por determinações de orientações efetuadas em grãos recristalizados nos estágios iniciais da recristalização /35/. Como a estampabilidade da chapa recozida é melhorada com a presença de forte textura(111) e com enfraquecimento do componente (100) , esse resultado pode ser conseguido com o aproveitamento da tendência natural para a nucleação seletiva dos componentes (111).

Hutchinson /31/, ao considerar a nucleação em contorno de grão,relata alguns resultados e conclusões de três trabalhos:

Ferran, Doherty e Cahn estudaram a orientação dos novos grão pela técnica de Kossel em alumínio laminado a frio

até 40% e recozido. A partir de seus resultados pode se supor, que os grãos nucleados por migração de contorno devem introduzir componentes de textura de recristalização próximos, porém não exatamente coincidentes com os componentes de textura de deformação.

Estudos feitos por Morris com microscópio eletrônico sobre estruturas de deformação em volta de contornos de grão em ferro deformado até 70%, levaram-no a concluir, que entre as regiões estudadas, aquelas em que é provável ocorrer nucleação, devem originar grãos recristalizados com planos entre (100) e (411) paralelos à superfície da chapa.

Determinação feitas por Dunn, usando a técnica das linhas de Kossel, das orientações de grãos recristalizados junto a contornos de grãos em ferro, mostraram que um terço dos grãos ficava dentro da faixa de 25° a partir de (100), orientados paralelamente ao plano da chapa. Essa proporção é bem maior que aquela observada para o caso de nucleação dentro do grão. Orientações preferenciais desse tipo são encontradas, notadamente, em chapas que sofreram deformações muito fortes, e são responsáveis por valores de \bar{n} muito baixos. Fortes deformações, naturalmente, estendem as áreas de contorno dentro da estrutura deformada.

1.7.4 - Recristalização secundária

Depois de completada a recristalização primária, o tamanho médio de grão pode continuar a crescer como resultado da recristalização secundária. Nesse estágio de recristalização, os grãos maiores crescem consumindo os menores. Esse crescimento deve ter algum efeito sobre a textura.

Hutchinson, Watson e Dillamore /25/ estudaram o desenvolvimento da textura durante a recristalização secundária de chapas de aço de baixo teor de carbono, deformadas a diversos graus de redução e recozidas a 780°C . Chegaram à conclusão de que a natureza e a distribuição de segundas fases têm forte efeito sobre o desenvolvimento da textura, durante o crescimento secundário de grão. Observaram o fortalecimento do componente (111) e o enfraquecimento do (100), com o crescimento do grão. Notaram que esse efeito era mais forte, quando eliminaram a segunda fase (austenita no caso) por descarbonetação durante o recozimento. Esse tipo de comportamento é interpretado por Hutchinson /31/ pelo modelo de seleção de orientações, de acordo com a facilidade de nucleação no material deformados a frio. Parte da suposição de que, se a distribuição de tamanhos de grão, no conjunto de grãos responsáveis pela presença de um particular componente de textura, fica do lado dos tamanhos maiores em relação

ã distribuição média, então esses grãos prosperarão durante o crescimento e o componente de textura será correspondentemente fortalecido. Não é difícil reconhecer qual é a razão que determina que os grãos que constituem a textura de recristalização tendam a ser dos tamanhos maiores. Em média, são os grãos que nuclearam primeiro, e portanto dispunham de mais tempo para crescer dentro da matriz deformada. Também podiam ter sido favorecidos por uma acentuada velocidade de crescimento.

O efeito seletivo do crescimento secundário nem sempre favorece o componente principal da textura original. Pode reforçar um componente secundário /9, 36/, ou então, simplesmente não se manifestar /31/. Há casos, em que o crescimento secundário de grão pouco altera a textura, como - por exemplo - quando o crescimento primário é fortemente inibido, de modo que fica reduzida a dependência de orientação do tamanho de grão.

1.7.5 - Transformações no recozimento e textura.

Em suma, na recristalização, a nucleação, o crescimento primário e o crescimento secundário são dependentes de orientação. Dados experimentais atestam essa dependência e as teorias de recristalização fornecem algumas explicações a respeito. Essa dependência de orientação

dos principais mecanismos envolvidos na recristalização, confere um efeito seletivo ao recozimento. Tal efeito seletivo pode ser manifesto, principalmente, pela textura de recozimento e, eventualmente, também pelo tamanho de grão.

O desenvolvimento da textura de recozimento é muito sensível, mesmo a pequenas modificações da composição do material e nas condições de seu processamento /37/. Esse fato pode indicar que as variáveis constitucionais e de processamento agem sobre o efeito seletivo da recristalização.

Em seguida, serão brevemente enfocados alguns aspectos estruturais relacionados com o estado deformado a frio e a microconstituição do material, com a finalidade de considerar os principais fatores e mecanismos, através dos quais, as variáveis constitucionais e de processamento, interferem com a capacidade seletiva da recristalização.

1.8 - EFEITOS DE ALGUNS FATORES ESTRUTURAIS SOBRE A CINÉTICA
DE RECRISTALIZAÇÃO

Interferir com a energia interna acumulada durante a deformação a frio e com a cinética de recristalização, são, em termos gerais, as duas maneiras de influenciar o tamanho de grão e a textura, produzidos no recozimento do material.

1.8.1 - Estrutura de defeitos

Os valores da energia interna armazenada são significativamente influenciados pelas variáveis de processamento. Mas o valor total da energia armazenada não é o único fator que determina as condições de recuperação, ou de nucleação e crescimento de grãos recristalizados. Fato-

res estruturais, tais como, a natureza e a distribuição dessa energia, também exercem uma função, uma vez que determinam localmente as condições /33/.

Já foi mencionado, que a quantidade de energia localmente armazenada, depende da orientação da respectiva região. Há um outro fator que, provavelmente, também é responsável pelo efeito seletivo das transformações sobre as orientações durante a formação da textura de recozimento. Pesquisas feitas por microscopia eletrônica /38,39/ indicam, que a natureza local da subestrutura de discordâncias introduzida com a deformação, também depende de orientação.

A estrutura celular, ou mais exatamente, a densidade e distribuição de discordâncias (ou, de uma maneira geral, a estrutura de defeitos) gerada no interior do material durante a deformação a frio, depende de diversos fatores, tais como velocidade, temperatura, natureza e grau de deformação /21,38/, presença de elementos dissolvidos ou de segundas fases /38,41/, orientação específica dos grãos individuais /21,39,40/ e ainda, eventualmente, da orientação dos seus vizinhos /39/. Depende também, naturalmente, do sistema cristalino e da energia de falha de empilhamento. Por exemplo, a estrutura de discordâncias depende mais de orientação nas ligas com baixa energia de falha de empilhamento, pois nesses materiais o escor-

regamento com desvio ocorre com mais dificuldade. É de se esperar também, que a distribuição de discordâncias fique tanto mais homogênea e aleatória, quanto maior é o número de sistemas de escorregamento disponíveis e ativados /39/.

Com o propósito de verificar a dependência entre a orientação de grão e a subestrutura de discordâncias, Monteiro e Kestenbach /39/ estudaram um aço inoxidável austenítico deformado sob tensão de tração, até romper em temperaturas entre 400 e 600°C. Observaram três estruturas típicas diferentes, que denominaram por "regular", "variável" e "em bandas". Essas estruturas eram encontradas, mais frequentemente, em grãos cujas orientações eram com suas direções $\langle 100 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ e $\langle 110 \rangle$, respectivamente, paralelas ao eixo da tensão.

Schlabitz, Muller e Guth /38/ investigaram a relação entre a subestrutura de deformação e as propriedades mecânicas de metais. Utilizaram monocristais de molibdênio laminados a 300°C até 70-80% de redução, com diferentes orientações do reticulado em relação à direção de laminação. De acordo com suas observações, estabeleceu-se uma distribuição homogênea de discordâncias, no caso em que a orientação inicial era $(100) \langle 110 \rangle$; uma estrutura celular com diferença de orientação de 3° entre as células, quando a orientação inicial era de $(110) \langle 100 \rangle$; e finalmen

te uma estrutura também celular mas com diferença de orientação de 8° para orientação inicial de $\{111\} \langle 111 \rangle$. Os materiais posteriormente recozidos mostraram comportamentos distintos, de acordo com a natureza da configuração de discordâncias estabelecidas na deformação. O material com distribuição homogênea de discordâncias não recristalizou nem à temperaturas próximas da temperatura de fusão; a 1700°C , as discordâncias se ordenaram numa rede regular. No segundo caso, a recristalização se efetivou numa temperatura entre 1200 e 1300°C , enquanto que no terceiro, a cristalização já ocorrera a 600°C . Parece imediata a interpretação de seus resultados, uma vez que, quanto mais heterogênea é a distribuição das discordâncias e quanto maior for a diferença de orientação entre subgrãos, tanto mais fácil será a formação de contorno de grande ângulo e a temperatura de recristalização será menor.

Hibbard e Tully /40/ estudaram o efeito da orientação sobre a cinética de recristalização. As experiências foram feitas com monocristais de ferro contendo $3 \frac{1}{4}\%$ de Si laminados a frio até 80% e recozidos a temperaturas de 600 e 700°C . Em ambas as temperaturas, o período de incubação, anterior ao início da recristalização, crescia na seguinte ordem: $(111) [11\bar{2}]$, $(110) [001]$, $(100) [001]$, $(100) [011]$, de modo que o material com a última orientação não apresentou recristalização, apenas poligonização.

1.8.2 - Solutos e segundas fases

Solutos e segundas fases interferem com a estrutura de defeitos que se estabelece na deformação a frio com a cinética de recristalização.

Takamura, Takahashi e Amano /41/ estudaram os defeitos do reticulado em aços de baixo teor de carbono deformados a frio. Concluíram, que a quantidade de defeitos do reticulado, em particular, a densidade de discordâncias, cresce com o aumento do teor de carbono dissolvido. Seus resultados indicam, que os átomos de carbono em solução são muito eficientes em produzir ou reter mais discordâncias no metal, assim conduzem ao aumento da tensão de escoamento.

Os elementos dissolvidos interferem, possivelmente, por diversas maneiras. Podem afetar a estrutura de deformação; ou os processos de recuperação e com isso a nucleação; ou ainda, o crescimento primário e secundário, pela atuação sobre a mobilidade dos contornos de grande ângulo. É fato bem conhecido o efeito de arraste, com que solutos segregados dificultam a migração de contornos de grão /31,32/.

Elementos mantidos em solução sólida supersaturada, podem ser particularmente efetivos em inibir a recristalização.

É bastante bem esclarecido o caso dos aços acalmados com alumínio, em que o material depois de laminado a quente, é esfriado com velocidade suficiente para que o AlN não precipite antes do recozimento. Em temperaturas próximas a 540°C , ocorre a formação de zonas ricas em Al e N junto a subcontornos da matriz recuperada. Essa aglomeração de solutos ("clustering") inibe o crescimento de subgrãos, reduz a frequência de nucleação de grãos recristalizados e eleva ligeiramente a faixa ótima de temperatura de recristalização /27,35,42/.

O enxôfre e o manganês podem interferir de maneira semelhante na cinética de recristalização /44,45/.

As segundas fases também têm efeito sobre o comportamento do material no recozimento /25,45,46/. Se precipitados estiverem presentes já antes da deformação a frio, então terão efeito também sobre a estrutura de defeitos que se introduz com a deformação. Esse efeito pode ser constatado indiretamente pelo aumento do limite de escoamento e pela influência que exerce sobre o encruamento do material.

Nos casos em que a precipitação ocorre no mesmo ciclo térmico do recozimento, a velocidade de aquecimento pode assumir um papel crítico, uma vez que determina quando ocorrerá a precipitação: antes ou depois da recristalização /26,27/.

Os efeitos de segundas fases dependem do tamanho médio e da distribuição das partículas precipitadas. No recozimento uma dispersão fina retarda a recristalização, enquanto que precipitados grosseiros, relativamente distantes um do outro, aceleram a recristalização /45,46/. A inibição da recristalização explica-se pelo efeito de bloqueio que a fase dispersa exerce sobre os subcontornos. Precipitados grosseiros podem ter o efeito de acelerar a recristalização, por facilitarem a nucleação, uma vez que as interfaces podem ser lugares preferenciais para tal fim.

A textura de deformação não é influenciada por solutos e segundas fases (em se tratando de estrutura CCC), mas a textura de recristalização pode ser sensivelmente afetada /25,26,30,44/.

Embora seja possível reconhecer certos padrões de comportamento, no que se refere aos efeitos de solutos e segundas fases sobre a textura de recristalização, seria muito difícil prever os resultados em qualquer situação nova /31/.

De forma bastante simplificada, as alterações de textura, decorrentes da presença de solutos ou segundas fases, podem ser racionalizadas /31/ com base na nucleação dependente de orientação, conforme foi descrito previamente

com referência à Fig.3. Se a nucleação de todos os componentes é retardada numa mesma proporção, então fica prolongado o tempo disponível para o crescimento dos grãos que se formaram primeiro. Assim deverá acentuar-se o efeito seletivo da dependência de orientação da nucleação sobre a textura de recristalização. A textura deverá, conseqüentemente, convergir mais para a orientação dos núcleos mais favorecidos. É possível que o precipitado fino, além de ter o efeito de retardar a velocidade de nucleação, consiga também intervir de maneira efetiva em certos lugares preferenciais para a nucleação. Parece que a nucleação em bandas de transição pode ser especialmente susceptível a sofrer interferência de precipitados finamente dispersos. Quando a precipitação ocorre simultaneamente com a recristalização, pode acontecer que a precipitação tenha lugar preferencialmente nas bandas de deformação e nos contornos de grão. Isso faria com que o interior dos grãos seja preferido para a nucleação. A recristalização, quando ocorre dessa forma, poderia resultar, em alguns casos, na retenção quase perfeita da textura de deformação, quando então, produziria também granulação fina, fatos que já foram observados experimentalmente /45/.

1.9 - OBJETIVOS

O trabalho experimental foi conduzido com a finalidade de examinar os efeitos de algumas variações da micro-constituição inicial do material, anterior à deformação a frio, em um aço de baixo teor de carbono, laminado a frio e recozido em diferentes condições de tempo e temperatura, sobre o tamanho de grão e a textura de recozimento. Com os resultados obtidos pretendia-se verificar, como, em alguns casos selecionados, a relação entre o tamanho de grão e a textura de recristalização dependia das condições em que a variação do tamanho de grão foi obtida.

2 - PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

INTRODUÇÃO

2.1 - MATERIAL

2.2 - PREPARO DAS AMOSTRAS E PROCESSAMENTO DE LABORATÓRIO DO MATERIAL

- 2.2.1 - Preparo mecânico
- 2.2.2 - Tratamentos prévios
- 2.2.3 - Laminação a frio
- 2.2.4 - Recozimentos

2.3 - TÉCNICAS METALGRÁFICAS E CONDIÇÕES EXPERIMENTAIS

- 2.3.1 - Obtenção dos dados para a determinação do tamanho de grão
- 2.3.2 - Obtenção dos dados para a determinação da textura

a) Preparo dos corpos de prova

b) Condições experimentais

INTRODUÇÃO

Foram empregadas chapas comerciais de aço de baixo teor de carbono. As chapas foram recebidas no estado laminado a quente. No laboratório, sofreram diversos tratamentos térmicos, antes de serem deformadas a frio. Em seguida foram laminadas a frio e depois recozidas em diversas condições de tempo e temperatura. Por último, os tamanhos de grão e textura cristalográfica foram determinados a partir dos dados obtidos por microscopia ótica e por difratometria de raio-X, respectivamente.

As principais etapas do processamento do material e do preparo de amostras com as respectivas operações, estão esquematizadas na Fig. 4 e encontram-se relacionadas a seguir:

I - PROCESSAMENTO INDUSTRIAL

Em que foram produzidas as chapas laminadas a quente.

II - PREPARO DE AMOSTRAS E PROCESSAMENTO DE LABORATÓRIO DO MATERIAL

1. Preparo Mecânico

- a) Corte
- b) Usinagem

Consiste da primeira retirada de amostras : das chapas foram recortadas placas, e de usinagem: algumas das placas foram usinadas para acertar suas espessuras.

2. Tratamentos Prévios

- a) Homogeneização e Esfriamento no Forno (H/EF)
- b) Homogeneização e Esfriamento Rápido (H/ER)
- c) Homogeneização, Esfriamento Rápido e Envelhecimento (H/ERE)

São os tratamentos térmicos aos quais as placas foram submetidas antes de serem laminadas a frio.

3. Laminação a Frio

As placas com a deformação foram transformadas em tiras.

4. Corte

Segunda retirada de amostras: das tiras foram recortadas chapinhas (Cada um dos materiais P e G, devido aos Tratamentos Prévios depois da laminação, está em estados diferentes. Amostras - as chapinhas - correspondentes a cada um dos estados serão submetidas a todas as condições de recozimento que foram programadas).

5. Recozimentos

a) Recuperação e Recozimento

b) Recozimento Simples

Os materiais foram sujeitos a diversas condições (de tempo e de temperatura) de recozimento isotérmico, com e sem o tratamento isotérmico em baixa temperatura, que promovia apenas recuperação.

6. Preparo de Amostras

a) para metalografia ótica (determinação de tamanho de grão)

b) para difratometria de raio-X (determinação da textura)

Terceira retirada de amostras: as amostras foram retiradas das chapinhas recozidas (das chapinhas em estado laminado a frio, para determinação de textura) e foram confeccionados os corpos de prova respectivamente adequados.

III - METALOGRAFIA

1. Exame da microestrutura e determinação do tamanho de grão.
2. Obtenção dos dados por difratometria de raios-X para a determinação da textura.

Todos os tratamentos térmicos foram feitos em banho de chumbo. As experiências preliminares indicaram-no, como o melhor meio entre os que eram disponíveis, para evitar descarbonetação.

O trabalho experimental foi iniciado com os dois aços de composição ligeiramente diferentes (Tabela 1.). Com os tratamentos prévios obtiveram-se 4 estados iniciais diferentes (ER, ERE, EF e STP) para cada um dos materiais. Isso representa 8 microconstituições iniciais que resultam em 8 estados de deformação a frio. Esses estados podem ser alterados com um recozimento em baixa temperatura, insuficiente para recristalizar o material e que dessa forma causa apenas recuperação. Com um tratamento de recuperação foram então obtidos 16 estados, conforme as amostras tenham sofrido ou não tal tratamento. Esses estados eram os estados iniciais para efeito de recozimento, com o qual se pretendia variar o tamanho de grão. Foram programadas

21 condições diferentes de tempo e temperatura de recozimento (4 temperaturas com 5 tempos diferentes e mais um recozimento em caixa, simulado). Com isso obtiveram-se $21 \times 16 = 336$ amostras com o material em estados de alguma forma diferentes em princípio e com variação do tamanho de grão bastante ampla. Determinou-se o tamanho de grão para cada uma das amostras. Foi selecionado um conjunto de número reduzido de amostras, para as quais determinou-se a textura.

No que segue, são relatados os detalhes mais relevantes a respeito dos materiais, do seu processamento, da preparação das amostras e das técnicas experimentais metalográficas de microscopia ótica e de difratometria de raio-X empregadas.

2.1 - MATERIAL

Até o fim da primeira fase da parte experimental, trabalhou-se com dois aços de baixo teor de carbono, efervescentes. Ambos são aços comerciais e foram produzidos pelo processamento comum empregado para obtenção de chapas finas, laminadas a frio e de qualidade para estampagem profunda. Foram recebidos depois de seguirem o processamento industrial até o final da laminação a quente. As chapas foram obtidas com espessura de 4,6mm e 24,5mm, as quais foram identificadas com as letras F e G, respectivamente. As principais diferenças em suas composições, consistem nos teores de C, Mn e S, conforme pode ser verificado na Tabela 1.

E L E M E N T O S (% em massa)

MATERIAL

	C	Si	Mn	P	S	Nb	Al	Cr
F	0,08	0,01	0,36	0,004	0,008	0,008	0,007	0,02
G	0,10	0,01	0,49	0,008	0,040	0,009	0,006	-

Tabela 1. - Composição dos aços. F - chapa mais fina, G - chapa mais grossa (as referências às espessuras correspondem às chapas, tais como recebidas depois de laminadas a quente).

2.2 - PREPARO DAS AMOSTRAS E PROCESSAMENTO DE LABORATÓRIO DO
MATERIAL

2.2.1 - Preparo Mecânico

Das chapas foram recortadas placas com dimensões de 130mm x 300mm, aproximadamente. As placas do material G foram plainadas com a finalidade de acertar suas espessuras em volta de 4,6mm e em seguida foram retificadas.

2.2.2 - Tratamentos Prévios

Foram designados por tratamentos prévios, os tratamentos térmicos aos quais os aços foram submetidos com a finalidade de variar seus estados iniciais, anteriores à laminação a frio. Os tratamentos foram realizados em fornos

de mufla e as placas acondicionadas em caixa que continha chumbo. Os tratamentos consistiam em homogeneizar primeiro os aços dentro do campo austenítico e depois:

- esfriar no forno (EF), ou
- esfriar rapidamente (ER), ou
- esfriar rapidamente e envelhecer (ERE),

conforme representados na Fig. 6. A temperatura de homogeneização /25/ era de 950°C , foi atingida com uma velocidade de aquecimento de $273,5^{\circ}\text{C/h}$ e o tempo de manutenção na temperatura, foi de 1,5 horas. Obteve-se o esfriamento rápido, mergulhando as placas e agitando em óleo à temperatura ambiente. O envelhecimento foi feito à 600°C por 2 horas; e, logo em seguida, esfriou-se rapidamente a placa em óleo, até a temperatura ambiente. As placas esfriadas no forno, levaram 5 horas na passagem da temperatura de homogeneização (950°C) até 600°C , e, em seguida, foram rapidamente esfriados em óleo, até a temperatura ambiente. Esses três Tratamentos Prévios, para cada um dos dois materiais de composições diferentes, geraram 12 séries de processamento (Fig. 4.). Mais 4 séries foram incluídas pela utilização de placas com os materiais no estado em que foram recebidas, ou seja, Sem Tratamento Prévio (STP). As microestruturas dos 4 estados iniciais, anteriores à laminação a frio, encontram-se nas micrografias da Fig.7.

2.2.3 - Laminação a Frio

As placas foram laminadas a frio num laminador de laboratório (STANAT). Foram dados ao material passes sucessivos até totalizar uma redução da espessura da ordem de 75 a 80%. A espessura final pretendida (1 mm, aproximadamente) foi atingida depois de 20 passes consecutivos, em média. Como lubrificante, empregou-se um produto comercial oferecido pelo fabricante como apropriado para o caso e declarado ter sido fabricado à base de óleo de palma. O lubrificante foi aplicado com pincel entre cada dois passes consecutivos.

2.2.4 - Recozimentos

As amostras para o recozimento eram as chapinhas de dimensões de 20 x 43 mm, aproximadamente, e que foram recortadas das tiras laminadas a frio (Fig. 5).

Um conjunto selecionado (Fig. 4) de chapinhas foi submetido ao Tratamento de Recuperação, antes de serem recozidas propriamente para recristalização. A temperatura do Tratamento de recuperação era de 450°C e durou 24 horas /47/. Foi efetuado em forno de mufla, de modo que as chapinhas estavam condicionadas num banho de chumbo.

As condições de tempo e temperatura dos recozimentos, propriamente ditos, constam na Tabela 2. Os recozimentos A, B, C e D (500, 600, 700 e 800°C, respectivamente) foram feitos isotermicamente. As amostras foram acondicionadas em pacotes por folhas de cobre, que envolviam conjuntos de chapinhas com 4-5 unidades. Os pacotes foram mergulhados em banho de chumbo que se encontrava já na temperatura. Os tratamentos de curta duração foram realizados em forno de pote e os de mais longa duração, em forno de mufla. O recozimento E (730°C) era uma simulação do tratamento industrial de recozimento em caixa /29, 42, 48/. Esse tratamento foi feito com velocidade de aquecimento de 27°C/hora até a temperatura, em que a carga permanecia durante 10 horas. Foi esfriada no forno com velocidade de 50°C/h.

2.3 - TÉCNICAS METALGRÁFICAS E CONDIÇÕES EXPERIMENTAIS.

Nessa passagem serão descritas apenas as técnicas de metalografia empregadas e as condições experimentais adotadas. Os resultados numéricos obtidos e sua elaboração serão relatados no próximo capítulo.

2.3.1 - Obtenção dos dados para a determinação do tamanho de grão.

As microestruturas de recozimento foram examinadas por meio de microscópio ótico. Foram observadas as superfícies polidas e atacadas em corte longitudinal.

A determinação do tamanho de grão efetuou-se pela técnica de contagem de intersecções de uma linha com os contornos de grão /49/. Uma linha circular de um determi-

nado comprimento conhecido, foi aplicada sobre a imagem da superfície preparada do corpo de prova e que se reproduzia na tela do microscópio. Foi preparada uma coleção de circunferências de raios adequadamente variados, para que fosse possível escolher para cada amostra, de acordo com o seu tamanho de grão, o comprimento de linha e o aumento combinados de forma que ~~estivessem~~ estivessem numa relação tal, que a contagem média fosse próxima e acima de 20 intersecções. A linha escolhida foi aplicada 20 vezes em cada amostra, de modo que dispunha-se de mais de 400 contagens, em média para o cálculo do tamanho de grão e que correspondia a um comprimento de linha igual a 20 vezes o perímetro da circunferência aplicada. As aplicações sucessivas foram feitas de modo que não haja superposição dos campos explorados. A posição da linha de varredura era escolhida ao acaso, mas de forma que ficasse aproximadamente paralela à direção da dimensão menor da superfície exposta. Com esse procedimento, a espessura da amostra acabou sendo várias vezes varrida de lado a lado.

2.3.2 - Obtenção dos dados para a determinação da textura

Depois de ter sido determinado o tamanho de grão para os materiais em cada um dos estados finais obtidos com os recozimentos, foi escolhido um conjunto de 12 amostras (Ponto 3.1.1). As texturas foram determinadas apenas para os materiais das amostras escolhidas.

Os dados necessários para a determinação da textura obtiveram-se por difratometria de raio-X, pelo emprego da técnica de reflexão (Método de Schultz) /50/ (Fig. 8).

a) Preparo dos corpos de prova

Discos de 22 mm de diâmetro foram recortados das chapinhas selecionadas. O corte foi feito por eletroerosão. Essa foi a técnica empregada para evitar que sejam introduzidas deformações pela operação de corte. Os discos foram assentados e fixados com cola numa rodela de material plástico previamente preparada para alojar os discos, de modo que cerca de 80% da espessura do metal ficasse saliente em relação à superfície plana da rodela. Em seguida o material foi submetido a uma sequência de operações de polimento: em lixa, com pastas de alumina e polimento químico. No lixamento foi retirada de 40 a 50% da espessura original das chapinhas. A variação da espessura, decorrente da remoção de material na sequência de polimentos com pastas de alumina (A, B e C), foi estimada em 3 μ m (o tempo total, durante o qual o material ficou exposto ao polimento em alumina, era da ordem de 25 minutos). No polimento químico, a solução empregada foi preparada com a seguinte composição:

85 ml de H_2O_2 (40 vol.)

5 ml de HF

10 ml de H_2O

O procedimento recomendado /51/ para efetuar o polimento químico foi de mergulhar o corpo de prova e mantê-lo agitado na solução durante não mais que 30 s. Imediatamente depois do período de ataque, submergir a amostra numa solução de ácido nítrico de 10-30%. Em seguida lavá-lo em água corrente, depois em álcool e finalmente secar. Repetir os períodos de ataque, neutralização, lavagem e secagem quantas vezes for necessário.

Observou-se, como efeito do polimento químico efetuado em caráter experimental, uma retirada de material que totalizou 30 μm , aproximadamente, para uma duração acumulada de 9 x 20 s de reação de polimento, o que significa, que em cada período de 20s retirava-se um pouco mais que 3 μm .

Os corpos de prova destinados à obtenção dos dados difratométricos durante o polimento químico foram submetidos a dois períodos de ataque de duração de 15 s. Estima-se que com esse procedimento foi retirada uma camada superficial de espessura não menor que 4,5 μm . Com esse procedimento obtinha-se uma superfície adequadamente polida.

O máximo cuidado foi tomado para deixar a superfície, além de polida, livre das deformações introduzidas com o polimento mecânico. O polimento químico visava especificamente esse fim, mas, por sua vez, o polimento mecânico foi feito com cuidado especial para reduzir a um mínimo,

a perturbação causada na estrutura de uma camada superficial, pelo próprio polimento.

A título de comparação, convém lembrar que os tamanhos de grão das amostras escolhidas para verificação de suas texturas de recozimento, variam de 5 μm a 17 μm e que a penetração de raios-X, teoricamente, seria de 8,7 μm para os planos $\{110\}$ e 23 μm para os $\{123\}$ /52, 57/.

As reduções de espessura produzidas pela sequência de polimentos mecânico e químico, encontram-se na Tabela 3.

b) Condições experimentais

O método da reflexão de Schultz permite obter medidas de intensidades que permitem a construção de figuras de polo incompletas.

O conjunto de equipamentos acoplados com que as medidas foram obtidas, consistia de um gerador de alta tensão (PHILIPS)- PW 1130/60, um tubo de Mo, um goniômetro de textura, (RIGAKU), um detector de centelhas (cintilante) e um analisador de pulsos (ambos PHILIPS) e uma máquina impressora/perfuradora (TELETYPE).

A radiação $K\alpha_{1,2}$ do Mo era fornecida pela fonte pontual do tubo e filtrada com Zr. O raio do goniômetro é de

185 mm. Sua oscilação γ (um movimento de vai-vem que seria imprimido à amostra numa direção que forma 45° ao plano definido pelas direções dos feixes incidente e refletido, no plano da superfície da amostra corretamente posicionada) foi suprimida por razões decorrentes do fato do diâmetro da amostra ser menor que o tamanho máximo especificado para o goniômetro. Haveria variação indesejável da intensidade de raio-X incidente que atinge a superfície da amostra, de acordo com sua inclinação, se a oscilação fosse mantida. As posições angulares α, β e 2θ , ocupadas pela amostra no goniômetro, estão representadas na Fig. 8, assim como os eixos dos respectivos movimentos de giro, que são executados pelo instrumento manual ou automaticamente. As contagens, as posições angulares, α e β , correspondentes, assim como o tempo de contagem preestabelecido, foram impressos em folha e perfurados em fita de papel.

As condições de operação inicialmente adotadas eram de 40 kV, 30 mA; fendas de divergência e de recepção: DS $1/6^\circ$ e RS 4, respectivamente. Nessas condições, e com a amostra em posição de $\alpha=90^\circ$ (plano da superfície da amostra perpendicular ao plano dos feixes incidentes e refletido), foram levantadas as posições angulares 2θ para os picos mais intensos. Foram determinadas, também, as aberturas dos picos $\Delta 2\theta$. Com esses dados foram calculadas as aberturas apropriadas de RS para cada posição angular 2θ considerada. Em seguida foram determinadas imagens do fei-

xe incidente sobre chapas fotográficas, com a finalidade de escolher a fenda de divergência de abertura adequada. Os filmes eram do tamanho da superfície da amostra e foram colocados em sua posição. As fotografias foram tiradas para alguns valores de 2θ e de α . A abertura de fenda adequada é aquela que permite máxima intensidade incidente e também de área explorada, sem que parte substancial do feixe incida fora da área da amostra, no caso de posições angulares mais inclinadas (valores menores de 2θ). Utilizou-se também uma fenda SS5, horizontal. Para representar a textura do material, foram escolhidos os planos (200), (220), (222) e (123). Foram também estabelecidas as posições angulares (ângulos de Bragg), correspondentemente aos máximos dos picos. Como condições gerais de operação, foram utilizadas, 40 kV, 30 mA e RS4, SS5, e mais uma fenda horizontal.

As fendas de divergência adotadas eram $1/6^\circ$ ou $1/2^\circ$, conforme o valor de 2θ (Tabela 5). O tempo de contagem era fixado de modo que a contagem desse acima de 1000, nas posições angulares (α , β), correspondentes a máximos. Os tempos de contagem usados estão relacionados na Tabela 5.

Os ângulos α e β foram variados de 25° a 90° , de 5° em 5° e de 0° a 360° , com passos de 10° , respectivamente. Consequentemente, foram feitas contagens em 14×36 , ou seja, 504 posições angulares (α , β).

Também foi verificada a variação do ruído de fundo com 2θ , α e β . Para cada plano de cada amostra, foram obtidos os dados necessários para calcular o ruído de fundo a ser descontado das intensidades $I(\alpha, \beta)$. As posições angulares antes e depois de 2θ , em que foram determinadas as intensidades do ruído de fundo, encontram-se na Tabela 4.

A sequência de operações para se obter os dados referentes a um determinado plano, consistiam em:

- 1 - Colocar (ou manter) a amostra na porta-amostra do goniômetro.
- 2 - Trocar (ou manter) DS, de acordo com 2θ .
- 3 - Acertar 2θ correspondente ao plano.
- 4 - Posicionar a amostra em $\beta = 0^\circ$ e $\alpha = 25^\circ$.
- 5 - Fixar o tempo de contagem.
- 6 - Dar partida.

Após a partida, o equipamento executara automaticamente as contagens nas 36 posições sucessivas de β . Depois de completada uma volta inteira ($\beta = 360^\circ$) passara da posição α em que se encontrava (25° no primeiro ciclo) para a próxima posição de α (30° , no caso) e assim sucessivamente, até completar a operação no fim do ciclo correspondente a $\alpha = 90^\circ$.

Depois de completada essa operação, foram determinadas as intensidades dos ruídos de fundo, em duas posições: antes e depois do ângulo de Bragg para os diversos valores de α . Essas posições foram previamente estabelecidas para cada um dos planos de acordo com verificações experimentais anteriores.

A Tabela 5, que reúne as intensidades de ruído de fundo usadas na obtenção de figuras de polo incompletas, traz também os tempos totais aproximados que foram necessários para levantar os dados referentes a cada plano do conjunto de 4 planos que representa a textura de uma amostra.

3 - TRATAMENTO DOS RESULTADOS E CONCLUSÕES PRELIMINARES

INTRODUÇÃO

- 3.1 - CÁLCULO DO TAMANHO DE GRÃO
- 3.2 - SELEÇÃO DE AMOSTRAS DE ACORDO COM A VARIAÇÃO DOS TAMANHOS DE GRÃO
- 3.3 - DETERMINAÇÃO DAS INTENSIDADES RELATIVAS
 - 3.3.1 - Precisão estatística da determinação das intensidades
 - 3.3.2 - Correção e compatibilização das intensidades
 - a) Determinação da intensidade do ruído de fundo
 - b) Compatibilização das intensidades de acordo com o tempo de contagem e com a abertura da fenda DS
 - 3.3.3 - Cálculo da intensidade média
 - 3.3.4 - Normalização (Cálculo das intensidades relativas)
- 3.4 - TRAÇADO DAS FIGURAS DE POLO

INTRODUÇÃO

Nesse capítulo, descreve-se, como foram obtidos os resultados numéricos mais elaborados, a partir dos dados numéricos diretamente colhidos.

A obtenção dos tamanhos de grão permitiu fazer uma avaliação da primeira fase experimental. Em função dessa avaliação é que as experiências prosseguiram com a determinação das texturas cristalográficas, para algumas amostras selecionadas.

3.1 - CÁLCULO DO TAMANHO DE GRÃO

Um dos métodos de determinar o tamanho de grão é medir uma dimensão linear, ou então, o recíproco de uma dimensão linear numa superfície polida e atacada do material /49/. Utilizou-se a segunda alternativa, em que, determinou-se \bar{N}_L , ou seja, a estimativa do número de intersecções da linha com os contornos, por unidade de comprimento de linha. Se \bar{L} for a estimativa do comprimento médio das intersecções lineares, então, embora as medidas para determinar \bar{N}_L e \bar{L} sejam feitas por procedimentos diferentes, pode ser mostrado que vale a relação:

$$\bar{L} = \frac{1}{\bar{N}_L}, \quad (3.1/1)$$

quando o número de contagens tende para infinito. O erro introduzido ao assumir a igualdade como válida no caso

de um número finito e prático de contagens, é menor em comparação ao erro devido à amostragem.

A análise do erro estatístico envolvido na determinação do tamanho de grão a partir de medidas de intersecções lineares (e também de áreas), permite obter expressões que retratam as relações entre o erro relativo da quantidade determinada e o número de observações /49/. Para o caso das medidas serem contagens de intersecções lineares, a estimativa do erro relativo $RE(\bar{N}_L)$ é dada pela expressão:

$$RE(\bar{N}_L) = \frac{k}{\sqrt{N}} \quad (3.1/2)$$

em que, N é o número total de intersecções e k é constante, e cujo valor foi determinado experimentalmente /49/ como sendo 0,65 para tamanhos de grão obtidos por recozimentos de durações comuns na prática.

Na ocasião da determinação dos tamanhos de grão, foi escolhido o número de contagens $20 \times 20 = 400$, para garantir um erro relativo razoável, qual seja:

$$RE(\bar{N}_L) = \frac{0,65}{\sqrt{400}} = 0,0325$$

Tanto \bar{N}_L quanto \bar{L} são medidas do tamanho de grão, mas, pelo fato de \bar{L} ter dimensão linear e corresponder a um

diâmetro médio aparente dos grãos, é mais cômodo interpretá-lo. Por essa razão, \bar{N}_L calculado foi transformado em \bar{L} . Ambas as medidas guardam uma correlação /49/ com o número de tamanho de grão ASTM \bar{g} , cuja estimativa \bar{g}_e , conseqüentemente, pode ser calculada. A expressão que converte \bar{N}_L em \bar{g}_e é:

$$\bar{g}_e = -3,356 + 6,644 \log \bar{N}_L \quad (3.1/3)$$

Em que são esses os valores dos coeficientes, se \bar{N}_L for dado em mm^{-1} .

Alguns valores equivalentes das medidas de tamanho de grão \bar{g}_e , \bar{N}_L e \bar{L} encontram-se tabelados no Anexo I.

Foi concluído /49/, em base de dados experimentais, que $\bar{g} - \bar{g}_e$ é menor que 0,5 (tamanho de grão ASTM).

A determinação dos tamanhos de grão revelou que as pouco mais que 336 amostras obtidas por processamento diferentes de alguma forma, possuíam tamanhos de grão, distribuição de tamanhos de grão e formas de grão, bastante variadas.

Em termos de tamanho médio de grão foi alcançada uma variação bastante ampla, que cobria a faixa de 5 μm a 110 μm .

3.2 - SELEÇÃO DAS AMOSTRAS DE ACORDO COM A VARIACÃO DOS
TAMANHOS DE GRÃO

A análise da variação do tamanho de grão permitiu selecionar as amostras que posteriormente foram examinadas do ponto de vista do desenvolvimento de texturas. Optou-se pelas amostras que foram recozidas a 600°C, porque o material dessas amostras é que apresentou, simultaneamente, variação mais regular e distribuição de tamanho de grão mais uniforme. A escolha visava evitar uma eventual complicação na ocasião da interpretação dos dados referentes à textura e que poderia decorrer do efeito do crescimento secundário heterogêneo dos grãos. Foram selecionadas 12 amostras, cujos dados principais estão relacionados na Tabela 6. As amostras provêm todas do material de composição G. Há três amostras para cada um dos tratamentos prévios (ER, ERE, EF e STP); um no estado lami-

nado a frio, outro recozido a 600°C durante 1 minuto (recozimento B-1) e o terceiro recozido na mesma temperatura durante pouco mais que 15 horas (recozimento B-4).

3.3 - DETERMINAÇÃO DAS INTENSIDADES RELATIVAS

No presente estudo, os planos (200), (220), (222) e (123) foram escolhidos para representar as texturas. Esses planos foram selecionados pelas seguintes razões:

- para evitar os ângulos de Bragg menores;
- pelo fato que o parâmetro de textura $p/12/$ ser obtido a partir das intensidades relativas determinadas para os planos (111) e (100) ;
- os três primeiros planos foram escolhidos, pois permitem fazer uma descrição bastante completa da textura;
- o plano (123) foi escolhido para efeito de normalização das intensidades /53/.

As intensidade obtidas numa dada posição angular (α, β) referentes a um determinado conjunto $\{hkl\}$ de planos, devem ser normalizadas em relação a uma intensidade padrão /50/. As intensidades costumam ser normalizadas em re-

lação à intensidade integrada referente ao mesmo plano, só que obtida para o material com orientação cristalográfica completamente ao acaso /12,16,17,26/. Não é fácil produzir uma amostra sem textura, para efeito de normalizar as intensidades /53,55/. Há vários métodos que visam a obtenção de amostras sem textura. Nenhuma delas oferece, no entanto, intensidades (hkl) ao acaso satisfatórias, uma vez que seu material é diferente estruturalmente, do material com textura. Mesmo materiais com orientação cristalográfica perfeitamente ao acaso, levarão à introdução de erros apreciáveis, se forem empregados para normalizar materiais deformados a frio, ou então, completamente recozidos /25,53,54,58/.

Bragg e Packer /55/ calcularam a intensidade média com o recurso de sobrepor um reticulado polar sobre a figura de polo (h k l) completa, e integraram sobre o reticulado inteiro, segundo a expressão:

$$I_{hkl} = \frac{\int_0^{\pi/2} \int_0^{2\pi} I(\alpha, \beta) \sin \alpha \, d\alpha \, d\beta}{2\pi} \quad (3.2/1)$$

Esse valor médio pode ser determinado com grande precisão e permite uma normalização própria a partir de medições de intensidades a intervalos angulares iguais, porém requer os dados necessários para figuras de polo completas. A construção de uma figura de polo completa requer a complementação e ajustamento das intensida-

des obtidas pelo método da reflexão com os dados adicionais obtidos pelo método da transmissão. O método da transmissão apresenta uma série de desvantagens em relação ao método da reflexão /53/. A obtenção de figuras de polo completas é uma tarefa, portanto, bastante complicada e trabalhosa. Viana e Ferran /53/ partem de duas considerações básicas. Uma delas é prática: em grande número de casos, as figuras de polo incompletas (de 25-30° até 90° de latitude) são satisfatórias. A outra é teórica: existe uma relação entre as intensidades médias (\bar{I}) e as intensidades teóricas integradas (I^t), para dois planos quaisquer $(hkl)_i$ e $(hkl)_j$, de acordo com a expressão:

$$\frac{\bar{I}_{(hkl)_i}}{\bar{I}_{(hkl)_j}} = \frac{I^t_{(hkl)_i}}{I^t_{(hkl)_j}} \quad (3.2/2)$$

Por sua vez, é lícito supor, que a intensidade média calculada pela expressão (3.2/2), de 30° até 90°, se aproxima do valor calculado de 0° a 90°, a medida em que aumenta o fator de multiplicidade do plano (hkl) considerado. A validade dessa hipótese foi verificada experimentalmente por Viana e Ferran /53/.

O ferro sendo do sistema CCC, o fator de multiplicidade do plano (123) é relativamente alto, igual a 48 (Tabela 8).

A sequência de operações para calcular as intensidades

relativas (normalizadas) $I(\alpha, \beta)$, para cada posição angular (α, β) de um plano (hkl) , é:

1. Correção e compatibilização das intensidades.
2. Cálculo da intensidade média $\bar{I}_{(123)}$, referente ao plano (123) .
3. Cálculo das intensidades relativas (normalização)
4. Traçado das figuras de polo.

3.3.1 - Precisão estatística da determinação das intensidades.

Em um tubo de raio-X, a emissão de uma quanta do alvo pode ser considerada como um processo aleatório /59/. A probabilidade de n contagens serem registradas em um intervalo, durante o qual o número médio for x , é dada pela distribuição de Poisson.

Como acontece sempre no caso da difração de raio-X, $x^{1/2} \gg 1$. Nesses casos, a distribuição aproxima-se da distribuição de Gauss. Essa distribuição possui desvio padrão, σ tal que $\sigma = \sqrt{x}$ /59/.

3.3.2 - Correção e compatibilização das intensidades

Das intensidade $I(\alpha, \beta)$, deve ser descontado o ruído de fundo, e, os valores das intensidades devem ser compati

lizados por meio de correções de acordo com os tempos de contagem correspondentes e a abertura da fenda de divergência (DS) empregada.

a) Determinação da intensidade de ruído de fundo.

A intensidade R_F do ruído de fundo, em princípio, depende dos valores de 2θ , α e β . Inicialmente, verificou-se então, como é que o ruído de fundo varia com cada um desses ângulos. R_F manteve-se constante com a variação de β , ou seja, não foi notada uma dependência de R_F da textura. A variação de R_F com 2θ , podia ser considerada linear nas vizinhanças de 2θ , fora do intervalo 2θ em torno do ângulo de Bragg, conforme mostra a Fig. 9a. R_F mostrou, em alguns casos, variação com α . A lei de variação não era uniforme (Fig. 9b); em alguns casos R_F crescia com α , em outros apresentava essa variação apenas para os primeiros valores de α , mantendo-se constante em seguida, como também ocorriam casos em que manteve-se constante para todos os valores de α . A variação não passava de 20%, no máximo, que representava um valor relativamente pequeno em comparação com a intensidade total no ângulo de Bragg correspondente. Em face disso não foi levado em conta a variação de R_F com α . O ruído de fundo em 2θ foi calculado por interpolação de dois valores médios, que foram determinados a partir de contagens feitas em duas posições, uma antes e outra depois de 2θ (separadas por $\Delta 2\theta$) vide Fig. 9c. Para ca-

da plano de cada amostra, foram feitas 14 contagens (uma para cada posição de α , a partir de 25° até 90°) varrendo β . Os resultados encontram-se na Tabela 5.

b) Compatibilizações das intensidades de acordo com o tempo de contagem e com a abertura da fenda DS.

As intensidades medidas pelo detector são proporcionais à abertura da fenda DS e ao tempo em que a contagem foi efetuada. No caso de comparar intensidades, seus valores devem ser reduzidos, de modo que se refiram ao mesmo tempo de contagem e à mesma abertura de fenda.

3.3.3 - Cálculo de intensidade média

A intensidade integrada, ou mais exatamente, a intensidade média $\bar{I}_{(hkl)}$, foi calculada para os planos (123). Para seu cálculo, foi empregada uma expressão equivalente à apresentada por Bragg e Packer /55/ e que, numa forma semelhante, havia sido aplicada por Viana e Ferran /53/. No trabalho de Bragg e Packer, a expressão original para calcular a intensidade integrada $\bar{I}_{(hkl)}$ para o método da reflexão é:

$$I_{hkl} = \frac{\int_{\beta=0}^{2\pi} \int_{\alpha=0}^{\pi/2} I_{hkl}(\alpha, \beta) \operatorname{sen} \alpha \, d\alpha \, d\beta}{\int_{\beta=0}^{2\pi} \int_{\alpha=0}^{\pi/2} d\omega} \quad (3.2/3)$$

em que $d\omega = \operatorname{sen} \alpha \, d\alpha \, d\beta$

No caso do presente estudo, a variação de α a partir de 0° a 90° do goniômetro, corresponde à variação de α na expressão de Bragg e Packer, de 90° a 0° . Assim na adaptação da expressão para esse estudo, no lugar de seno fica cosseno. Para variações discretas e pequenas de α e β , uma dupla soma tória substitue a integral dupla. Assim a expressão fica na forma de:

$$I_{hkl} = \frac{\sum_{\alpha=0}^{\pi/2} \sum_{\beta=0}^{2\pi} I_{hkl}(\alpha, \beta) \cos \alpha \Delta \alpha \Delta \beta}{\sum_{\alpha=0}^{\pi/2} \sum_{\beta=0}^{2\pi} \cos \alpha \Delta \alpha \Delta \beta} \quad (3.2/4)$$

que pode ser desenvolvida em:

$$I_{hkl} = \frac{\Delta \alpha \Delta \beta \sum_{\alpha} \sum_{\beta} I_{hkl}(\alpha, \beta) \cos \alpha}{\Delta \alpha \Delta \beta \sum_{\alpha} \sum_{\beta} \cos \alpha} \quad (3.2/5)$$

e como, no caso, $\Delta \beta = 10^\circ$, a expressão pode tomar a forma:

$$I_{hkl} = \frac{1}{36 \sum \cos \alpha} \sum_{\alpha} \sum_{\beta} I_{hkl}(\alpha, \beta) \cos \alpha \quad (3.2/6)$$

Finalmente, calculando a somatório para $\Delta \alpha = 5^\circ$, temos:

$$\text{CONST} = \frac{1}{36 \sum \cos \alpha} = 0,00393159$$

Dessa forma, o cálculo de $\bar{I}_{(hkl)}$ a partir de intensidades de $I_{(hkl)}$ (a.s.), experimentalmente obtidos, pode ser executado como uma somatória simples das intensidade corrigidas e ponderadas pelo fator $\cos \alpha$.

3.3.4 - Normalização (Cálculo das intensidades relativas)

A normalização foi feita de acordo com a expressão:

$$\frac{\bar{I}_{(hkl)}}{\bar{I}_{(123)}} = \frac{I^t_{(hkl)}}{I^t_{(123)}}$$

portanto $\bar{I}_{(hkl)} = \frac{I^t_{(hkl)}}{I^t_{(123)}} I_{(123)}$ (3.2/7)

sendo que:

$$I^t_{(hkl)} = \left(\frac{I_0 e^4}{m^2 c^2} \right) \left(\frac{\lambda^3 A}{32 \pi R} \right) \left(\frac{1}{V^2} \right) \left[|F|^2 P \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] \left(\frac{e^{-2M}}{2\nu} \right) \quad (3.2/8)$$

onde:

- I_0 - Intensidade do feixe incidente
- e, m - Carga e massa do eletron
- c - Velocidade da luz
- λ - Comprimento de onda da radiação incidente
- R - Raio do círculo do difratômetro
- A - Área da secção transversal do feixe incidente

- V - Volume da célula unitária
 F - Fator de estrutura
 p - Multiplicidade
 2θ - Ângulo de Bragg
 e^{-2M} - Fator de temperatura (função de 2θ)
 μ - Coeficiente de absorção linear.

Na relação, as constantes comuns aos planos cancelam-se e o valor de $\bar{I}^t_{(hkl)}$ ficada dado por:

$$I^t_{(hkl)} = \frac{\left(\frac{1+\cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta}\right)_{(hkl)} P_{(hkl)} |F|_{(hkl)}^2 e^{-2M}_{(hkl)}}{\left(\frac{1+\cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta}\right)_{(123)} P_{(123)} |F|_{(123)}^2 e^{-2M}_{(123)}} \quad (3.2/9)$$

Com dados obtidos das referências /52,57/, foram calculados ou obtidos os fatores de polarização de Lorentz, de multiplicidade, de estrutura e de temperatura, cujos valores encontram-se na Tabela B, que fornece também $\bar{I}^t_{(hkl)}$ e COEF para os planos, que foram investigados.

3.4 - TRAÇADO DAS FIGURAS DE POLO

O cálculo das intensidades relativas e o traçado manual das figuras de polo é uma tarefa trabalhosa e demorada. Viana, em sua tese de mestrado /56/, desenvolveu um programa para computador que traça automaticamente as figuras de polo. Tomando por base o seu trabalho, foi desenvolvido um programa semelhante em colaboração com J.C. Bias (COPPE/UPRJ), adequado as condições experimentais e às finalidades desse trabalho. O programa principal comanda cinco subrotinas:

- 1 - Leitura dos dados (DADOS)
- 2 - Diminuição do ruído de fundo (RUIDO)
- 3 - Obtenção da intensidade integrada (INTEC)
- 4 - Obtenção das intensidades relativas (Normalização) (NORMA)
- 5 - Traçado das figuras de polo (POLFI)

O programa é apresentado no Anexo II

O programa foi executado no sistema B-6700. Para alimentá-lo com os dados, as medidas de intensidade de Raio- X registradas em fita perfurada (código ASCII) foram transpostas para cartões por um programa utilitário da IBM/360.

Como unidade, para o cálculo das intensidades relativas, o programa permite escolher a própria intensidade média, ou então, uma fração dessa, bastando para isso especificar num cartão de dados o valor do parâmetro DINIV, como sendo, 1 ou 0,75 ou 0,5 ou 0,25 ou etc.. Na figura de polos, o programa imprime o valor relativo das intensidades com um número inteiro ou uma letra (A,B,C etc., correspondendo a 10, 11, 12 etc.) que significa tantas vezes a unidade de intensidade especificada, quanto for o valor que corresponde ao símbolo imprimido.

As figuras de polo obtidas apresentam áreas de isointensidade (relativa) e não linhas de isointensidade.

Foram experimentados vários valores de DINIV (0,25; 0,5; 0,75 e 1) para examinar o aspecto das figuras de polo. A precisão dos dados permite que as intensidade relativas, que constam nas figuras de polo construídas com DINIV = 0,25, sejam consideradas com precisão da ordem da unidade escolhida (1/4 da intensidade média). Na Fig.10 estão apresentadas figuras de polo com DINIV = 1. Foi escolhido esse nível, para evitar que as figuras fiquem so

bre-carregadas com detalhes irrelevantes para o propósito do presente estudo.

As principais figuras de polo representativas das estruturas examinadas no presente trabalho, encontram-se na Fig. 10.

4 - APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS FINAIS E DISCUSSÃO.

INTRODUÇÃO

- 4.1 - INTENSIDADES MÉDIAS REFERENTES AOS PLANOS {123}
- 4.2 - PARÂMETROS DE TEXTURA
 - 4.2.1 - Grau de redução e o parâmetro de textura p
 - 4.2.2 - Tamanho de grão e parâmetro de textura g
- 4.3 - COEFICIENTES DE VARIAÇÃO
- 4.4 - FIGURAS DE POLOS

INTRODUÇÃO

Os resultados finais referem-se às 12 amostras do material, que representam 12 estados seus.

O estado final do material de cada amostra pode ser caracterizado, e ficou identificado, de acordo com o estado inicial adquirido, por um dos 4 Tratamentos Prévios, a saber:

1. Homogeneizado e Esfriado Rapidamente (ER)
2. Homogeneizado, Esfriado Rapidamente e Envelhecido (ERE)
3. Homogeneizado e Esfriado no Forno (EF)
4. Sem Tratamento Prévio (STP),

e pelo último tratamento que recebeu:

1. Laminado a Frio (LF)
2. Recozido a 600°C durante 1 minuto (B-1)
3. Recozido a 600°C durante 927 minutos (B-4)

4.1 - INTENSIDADES MÉDIAS REFERENTES AOS PLANOS {123}

Foram comparados os valores das intensidades médias, correspondentes aos planos {123}, para os 12 estados estudados do material (Tabela 9).

Notam-se diferenças significativas entre os valores. São significativas, pois as médias foram calculadas a partir das 504 contagens originais de intensidades. Se em cada uma das determinações, considerarmos como sendo da ordem de 600 o valor da contagem, então, o erro esperado em cada uma das determinações será igual a $\pm \sqrt{600}$. Consequentemente, a estimativa do erro da média será da ordem de $\pm \sqrt{600/504} = \pm \sqrt{1,1}$.

Para natureza do fenômeno de difração, a intensidade do raio-X refletido é muito sensível à estrutura do materio.

al /7,53,53/. Em base do restrito número de dados obtidos no presente trabalho, não é simples racionalizar as diferenças de intensidades observadas, em termos de fatores estruturais que possam influir na intensidade difratada. Em princípio, pode ser suposto, que as variações observadas nos valores das intensidades, devem corresponder a diversas configurações estruturais, em que intervêm fatores, tais como a estrutura de defeitos, tamanho e distribuição de segundas fases (carbonetos e eventualmente dispersão fina de sulfeto de manganês), tamanho de grão, textura etc. Não obstante, o efeito da textura deve ser desprezível, uma vez que se trata de um plano de grande multiplicidade. Viana e Ferran /53/ mostraram, que a supressão dos ângulos baixos (de 0 a 30°, naquele trabalho) na obtenção da intensidade média acarretaria uma diferença de apenas 1,7% do valor da intensidade. Para uma média de 600 contagens, essa diferença seria da ordem de 10. A partir desse valor podemos estimar, que eventuais variações da intensidade média, devidas a modificações de textura, devem ser bem menores que 10.

No estado deformado a frio, as diferenças de grau de redução, se bem que relativamente pequenas, poderiam ter certo efeito sobre as intensidades. No entanto, as variações das intensidades não acompanham a variação do grau de redução. Parece lícito supor, que as variações de intensidade verificadas para os planos {123} do mate-

rial das 4 amostras no estado deformado a frio, indicam que existem diferenças estruturais entre as diversas amostras, e que essas diferenças estruturais se originaram com os tratamentos prévios.

A comparação das intensidades entre os estados laminados a frio (LF) e recozidos com tempo curto (B-1) mostra, que há dois casos (ER e ERE) em que as intensidades decrescem e nos outros dois (EF e STP) crescem. Barret /57/ apresenta observações experimentais de ambas as naturezas: em que se verificou aumento e também em que se obteve diminuição da intensidade entre os estados laminado a frio e recozido dos materiais. A diminuição é explicada /11,25, 57/ com o aperfeiçoamento do reticulado cristalino que ocorre durante o recozimento. Na estrutura mais perfeita, o efeito de extinção é maior, e conseqüentemente, diminui a intensidade observada. Stickels /26/ observou aumento da intensidade com a recuperação e recristalização para determinados planos, e que não era proporcional à variação da intensidade daquele componente de textura. Interpretou o fato observado em termos de espalhamento das linhas ("line broadening"). Com a poligonização e recristalização as linhas ficam menos difusas. Como as intensidades são medidas em função de altura de pico, o resultado global é uma aparente intensificação do componente, sem que esse componente seja efetivamente reforçado.

Parece, portanto, que o aumento e a diminuição da intensidade ocorrem por razões diferentes, embora ambas as variações correspondam ao aperfeiçoamento da estrutura, quando o material passa do estado deformado a frio para o recozido. A variação, que se verifica, indica apenas qual dos dois efeitos (a extinção ou o aumento da altura do pico) prevalece.

A diferença estrutural entre os dois grupos (ER-ERE e EF-STP), que podem ser observadas por microscopia ótica, consiste em EF e STP possuírem perlita na sua microestrutura anterior à deformação a frio (Fig. 7). Esse fato pode significar, que o carbono dissolvido no caso da amostra ER, e os carbonetos, conforme encontram-se em ERE, ocasionam a formação de uma subestrutura de defeitos diferente daquela que se forma no caso em que a cementita se encontra confinada nas relativamente poucas colônias de perlita. As variações encontradas nas intensidades corresponderiam, de alguma forma, a essas diferenças estruturais originais, e não propriamente à presença ou ausência da perlita.

É interessante observar, que as amostras representativas dos 4 estados iniciais podem ser agrupadas da mesma forma (ER-ERE e EF-STP) de acordo com o comportamento que apresentaram no recozimento, e que foi observado por meio da variação do tamanho de grão com o tempo de duração do recozimento (Fig. 11).

4.2 - PARÂMETRO DE TEXTURA

Com uso dos valores de intensidade média dos planos {123} foram calculados as intensidades médias dos outros planos, cálculo esse, feito automaticamente pelo programa de computador. Usando como unidade os valores de intensidade calculados, o programa gerou as intensidades relativas correspondentes às 504 posições angulares de θ e ϕ . (Tabela 10). Com o uso desses valores, o programa desenhou também as figuras de polo (Fig. 10).

A obtenção da intensidade relativa com o auxílio da intensidade média dos planos {123} é vantajosa, justamente, porque o padrão de normalização fica obtido com a mesma amostra em que foram determinadas as intensidades correspondentes aos planos em investigação. O valor da intensidade relativa, obtida dessa forma, não fica afetado

por fatores estruturais estranhos à amostra, como aconteceria, se uma amostra padrão fosse usada para normalização. Essa vantagem do método torna sua utilização particularmente indicada nos estudos quantitativos de textura, em que se comparam intensidades relativas de diversos planos.

Os valores de intensidades relativas correspondentes aos ângulos internos (80° , 85° e 90°), constam em número incompleto nas figuras de polo (Fig. 10), por falta de espaço. Foi feito o gráfico que mostra a variação dessas intensidades relativas em função de β , para os 3 valores de α (80° , 85° e 90°). Alguns exemplos típicos encontram-se na Fig. 12. Foram também calculados os valores médios das intensidades relativas $I_{R(hkl)}$, dos planos $\{222\}$ e $\{200\}$ paralelos ao plano da chapa ($\alpha = 90^\circ$). Com os valores $I_{R(hkl)}$, foram calculados os valores do parâmetro de textura P /12/:

$$P = \frac{I_{R(222)}}{I_{R(200)}}$$

para as 12 amostras em estudo. Os valores de P e do Tamanho de Grão, correspondentes às respectivas amostras, encontram-se na Tabela 11.

4.2.1 - Grau de redução e o parâmetro de textura p

Foram comparados os valores de p das amostras do material dos 4 estados iniciais deformados a frio, para verificar, se detectava alguma variação da textura com o grau de redução (Fig. 13). A linha reta de p constante representa os valores de p que foram obtidos a partir dos resultados apresentados no trabalho de Held /12/. Segundo os resultados experimentais apresentados nesse trabalho, para reduções na faixa de 75% a 90%, p permanece constante, ou seja, as intensidades relativas dos planos (111) e (100) crescem segundo retas com a mesma inclinação. Os valores obtidos a partir dos dados experimentais de Held e os calculados no presente trabalho, são bastante próximos, a menos o valor obtido para a amostra ERE. A diferença é significativa, pois a média dos valores das intensidades relativas foi obtida com precisão melhor que mais ou menos, 0.1. O valor de p indica, que houve uma ligeira variação da textura de deformação. Não é provável que a textura da amostra ERE seja diferente dos outros devido ao tratamento prévio. É geralmente aceito que a textura de deformação dos aços de baixo teor de carbono é independente de composição ou da microconstituição /8,9,15/. É mais provável que a diferença observada esteja relacionada com o grau de deformação, ou seja, que com um grau de redução próximo de 75%, não foi ainda atingida a textura de equilíbrio, nas condições da amostra ERE. Também é

possível, que para fortes deformações ocorra uma oscilação entre dois componentes de textura estáveis /20/, que possa eventualmente afetar o valor de ρ .

4.2.2 - Tamanho de grão e parâmetros de textura ρ

Em seguida, confrontou-se a variação do parâmetro de textura ρ com os tamanhos de grão correspondente às respectivas amostras, conforme pode ser observado na Fig. 4. Nota-se que são semelhantes os comportamentos mostrados pelos valores que representam os estados finais das amostras do material provenientes dos estados iniciais EF e STP. Nota-se também, que a tamanhos de grão bastante próximos (de 6,6 μm a 6,9 μm) estão associados valores do parâmetro ρ de textura significativamente diferentes (1,2 a 2,0). Por outro lado, valores próximos do parâmetro de textura (2,0 e 1,3) podem ser obtidos para tamanhos de grão bastante diferentes (6,7 μm e 13,4 μm), de acordo com o estado inicial do material, anterior à laminação a frio (ER e EF). Nota-se também, que a tendência de variação do parâmetro ρ em função do tamanho de grão é semelhante para ambas as amostras EF e STP. Pode ser concluído, portanto, que o parâmetro de textura escolhida não guarda uma relação de validade geral com o tamanho de grão. No entanto, parece que em certas condições, pode ser obtido crescimento de grão que seja acompanhado

por aumento do parâmetro p de textura. Em linhas gerais, essas conclusões estão de acordo com as conclusões de Hughes e Page /30/, e com a análise feita por Hutchinson /31/, de acordo com a Fig. 3. Os valores de p diferentes, obtidos para tamanhos de grão próximos, ou então, os valores de p próximos, obtidos para tamanhos de grão diferentes (Fig. 14), indicam, que o gráfico apresentado por Blickwede (Fig. 2) vale, possivelmente, apenas como uma primeira aproximação para o estudo da relação entre tamanho de grão e anisotropia plástica. Consequentemente, a equação (1.5/1) não deve ser amplamente válida.

4.3 - COEFICIENTES DE VARIAÇÃO

Com os valores de contagens que foram obtidos com a finalidade de determinar os tamanhos de grão, foram também calculados o desvio padrão s e o coeficiente de variação V das contagens, relativo à estimativa do valor médio \bar{n} . O parâmetro V é definido por /69/:

$$V = \frac{s}{\bar{n}} \quad (4.3/1)$$

Também foram calculados, analogamente, os coeficientes de variação das intensidades relativas, referentes às estimativas dos valores médios (Tabela 10). Pode ser verificada na Tabela 11, que - em primeira aproximação - ambos os coeficientes de variação acompanham a variação do tamanho de grão, a menos de uma exceção (ERE/B-1). De

fato, existe uma correlação entre o coeficiente de variação das intensidades relativas e o tamanho de grão, correlação essa, que é a base de uma técnica de medida de tamanho de grão por difração de raio-X /61/. Foi verificado /49/ que o coeficiente de variação referente ao tamanho de grão (que é o mesmo parâmetro $RE(N_L)$ da expressão 3.1/2, ali designado por erro relativo) é praticamente constante dentro da faixa normal de tamanho de grão, para metais monofásicos de grãos uniformes. O material usado no presente trabalho não é monofásico (Fig. 7). Provavelmente essa é a razão pela qual o coeficiente de variação das contagens de intersecções não permaneceu constante.

A observação da variação das intensidades relativas segundo β , para $\alpha = 90^\circ$, apresentada na Fig. 12, indica que, para os recozimentos com tempo mais longo, ocorre uma dispersão maior dos valores da intensidade relativa, em comparação à distribuição mais regular, que se verifica para o material deformado a frio, cuja textura - sabe-se é mais nítida.

Os gráficos (Fig. 12) ilustram aquilo que está numericamente expresso pelo coeficientes de variação, e mostram também, como a dispersão dos pontos está relacionada com o tamanho de grão. Semelhante fato pode ser observado nas figuras de polo (Fig. 10) para as outras posições angulares.

4.4 - FIGURAS DE POLO

O exame e comparação das figuras de polo permite conferir que as texturas de recozimento obtidas no presente trabalho são diferentes, se bem que relacionadas com a textura de deformação /11/.

Para a amostra ER/B-1 a recristalização não havia sido completada. Sua textura permanece praticamente igual à textura de deformação, notando-se apenas um pequeno aumento das intensidades máximas. É possível, que esse aumento de intensidade seja devido à diminuição do espalhamento de linha, conforme interpretado por Stickels /26/. A recristalização não havia sido completada (Fig. 7) nem com tempo de 10 minutos (B-2). Os dados obtidos indicam, que o carbono dissolvido (e eventualmente outros solutos) e o carboneto precipitado durante a recristalização, retardam bastante a cinética de recristalização e com isso fica bastante retida a evolução da textura.

As texturas de recristalização são de natureza bastante semelhante. Como tendência geral, pode ser observado que, com o tratamento B-1 há um encolhimento das áreas de isointensidade em torno dos máximos, e um certo nivelamento entre as intensidades máximas e mínimas. Nota-se também um início de fragmentação das áreas. Com o tratamento B-4 a fragmentação das áreas acentua-se, estabelecem-se novos focos de máximos, alguns bastante intensos. Nota-se que os novos máximos são mais acentuados para as amostras que desenvolveram tamanhos de grão maiores (EF e STP). As áreas de isointensidade ficam também mais fragmentadas (mais dispersas) nesses casos.

Não se observou retenção acentuada da textura de deformação nas amostras que se recristalizaram em tempo curto e que, portanto, se encontravam em estado próximo ao recém recristalizado. Também não foi observado o fortalecimento da textura de recristalização primária pela recristalização secundária. Essas observações indicam indiretamente, que a formação da textura, nas condições do material como foi utilizado no presente trabalho, provavelmente não seguiu na sua forma simples o modelo que se baseia na Fig. 3, conforme apresentado por Hutchinson /31/.

5 - CONCLUSÕES

- 1) A relação entre o parâmetro de textura p ($P = I_{R(222)} / I_{R(200)}$) e o tamanho de grão do aço de baixo teor de carbono investigado não pode ser expressa por meio de uma lei geral, pois esta relação varia com a estrutura do material, anterior à deformação plástica a frio, e com as condições de recozimento.
- 2) O aumento do tamanho de grão pode ser associado, em determinadas condições, com o aumento do valor de p . As amostras que melhor se aproximam dessas condições, no presente trabalho, foram as que apresentaram o carbono na forma de cementita em colônias de perlita (EF e STP), antes da deformação plástica a frio.
- 3) O parâmetro de textura p parece variar com a deformação. Decresce ligeiramente com o aumento de deformação no intervalo de 75 a 91% de redução.
- 4) As figuras de polo obtidas indicam uma evolução gradual da textura de deformação para a textura de recristalização com o aumento do tempo de recozimento, em todos os casos examinados.
- 5) Alterações na cinética de recristalização provocadas pela mudança da estrutura inicial do material, dão como resultado, texturas de mesma natureza para diferentes tempos de recozimento.

Merecem ainda certo destaque as seguintes observações:

- A - A intensidade média referente aos planos {123} diminui para as amostras com perlita na microestrutura (ER e ERE), deformadas a frio, quando recozidas em tempo curto (1 minuto).
- B - A intensidade média referente aos planos {123} aumenta para as amostras sem perlita na microestrutura (EF e STP), deformadas a frio, quando recozidas em tempo curto (1 minuto).
- C - O aumento do tamanho de grão é acompanhado pelo aumento das coeficientes de variação referentes a contagens de intersecções (obtidas na determinação do tamanho de grão) e a intensidades de raio-X, com uma única exceção nos 8 casos verificados.
- D - Notam-se pequenas diferenças nos valores dos máximos e na distribuição das áreas de isointensidade, nas figuras de polo de naturezas iguais. Essas diferenças parecem guardar alguma relação com o tamanho de grão da amostra e com seu estado inicial.

6 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 - BLICKWEDE, D. J. - Sheet steel - micrometallurgy by the millions (Campbell Memorial Lecture). *Trans. ASM*, 61:653, 1968.
- 2 - CINTRA, J. A., dir. - *Estampagem dos aços*. São Paulo, ABM, 1971.
- 3 - FERRAN, G. - *Estampagem profunda do aço: texturas e estruturas da chapa de aço laminada e recosida*. Rio de Janeiro, UFRN/COPPE, 1971.
- 4 - BURNS, R. S. & HEYER, R. H. - New methods for evaluating drawability of steel sheets. *Blast Furn. Steel Plant*, Sept. 1962, p. 861.
- 5 - ELIAS, J. A., HEYER, R. H. & SMITH, J. H. - Plastic anisotropy of cold rolled-annealed low-carbon steel related to crystallographic orientation. *Trans. AIME*, 224:678, 1962.
- 6 - DILLAMORE, I. L. & SMALLMAN, R. E. - The status of research on textures in metals. *Metal Sci. J.*, 6: 184, 1972.
- 7 - BARRET, C. S. & MASSALSKI, T. B. - *Structure of metals: crystallographic methods, principles and data*. 3. ed. Mc Graw-Hill, 1966.
- 8 - STÜWE, H. P. & FAUSTMANN, J. - *Introducción a las texturas de los materiales metalicos*. Madrid, Montecorvo, 1969.

- 9 - DILLAMORE, I. J. & ROBERTS, W. T - Preferred orientation in wrought and annealed metals. *Metal. B.*, v. 10, 1965.
- 10 - ARATÓ, P. - Possibilities of determining and characterizing textures. Budapest, *Kohászat*, 106:23, 1973.
- 11 - BUNGE, H. J., SCHLESENER, D. & SEHLOFER, D. - Neutron-diffraction studies of the recrystallization textures in cold-rolled low-carbon steel. *Metal Sci. J.*, 8: 413, 1974.
- 12 - HELD, J. F. - *The relationship between r values and structure properties of steel sheets.* Trabalho apresentado na First Operating Metallurgy Conference, Pittsburg, Pa., 1965.
- 13 - MESSIEN, P., BARET, J. C. & LEVAL, A. - Relations between crystal textures and drawability of mild steels. *C. R. M.*, n. 31, 1972, p. 39.
- 14 - CHILQUE, A. R. A. & FERRAN, G. - *Estudo das relações entre a anisotropia plástica, tamanho de grão e texturas de um aço efervescete.* Rio de Janeiro, COPPE/UFRJ, 1973 (Publicação técnica, 19.73)
- 15 - HU, H., CLINE, R. S. & GOODMAN, S.R. - Deformation textures of metals. In: MARGOLIN, H., ed. - *Recrystallization, grain growth and textures.* Papers presented at a Seminar of the ASM, 1965. Metals Park, Ohio, 1966. Chapter 8.
- 16 - TAKECHI, H., KATO, H., NAGASHIMA, S. - Rolling and annealing textures of low-carbon steel sheets. *Trans. AIME*, 242:56, 1968.

- 17 - HECKLER, A. J. & GRANZOW, W. G. - Crystallite orientation distribution analysis of the cold rolled and recrystallization textures in low-carbon steels. *Metal. Trans.*, 1: 2089, 1970.
- 18 - STICKELS, C. A. - Recrystallization textures in cold-rolled electrolytic iron. *Trans. AIME*, 233:1550, 1965.
- 19 - RICHARDS, P. N. & ORMAY, M. K. - Preferred orientations in commercial cold-reduced low-carbon steels. *Trans. AIME*, 245:715, 1969.
- 20 - DILLAMORE, I. L. & ROBERTS, W. T. - Rolling textures in FCC & BCC metals. *Acta Metal.*, 12:281, 1964.
- 21 - GREWEN, J. - Annealing textures. In: HAESNER, F., ed. *Recrystallization of metallic material*. Stuttgart, Dr. Riederer, 1971, Chapter 6.
- 22 - DILLAMORE, I. L. & FLETCHER, S. F. H. - Development of annealing textures in commercial mild steel. In: HAESNER, F., ed - *Recrystallization of metallic materials*. Stuttgart, Dr. Riederer, 1971, Chapter 9, p. 448.
- 23 - BECK, P. A. & HU, H. - The origin of recrystallization textures. In: HAESNER, F., ed. - *Recrystallization of metallic materials*. Stuttgart, Dr. Riederer, 1971. Chapter 9.
- 24 - DILLAMORE, I. L. & KATOH, H. - The mechanism of recrystallization in cubic metals with particular reference to their orientation-dependence. *Metal Sci. J.*, 8:73, 1974.

- 25 - HUTCHINSON, W. B., WATSON, T. W. & DILLAMORE, I. L.
Improved drawability through control of textures.
JISI, Nov. 1969, p. 1479.
- 26 - STICKELS, C. A. - Recrystallization textures in cold-rolled electrolytic iron containing aluminium and nitrogen. *Trans. AIME*, 236:1295, 1966.
- 27 - MICHALAK, J. T. & SCHOONE, R. D. - Recrystallization and textures development in a low-carbon, aluminium-killed steel. *Trans. AIME*, 242:1149, 1968.
- 28 - ORMAY, K. K. & RICHARDS, P. N. - Preferred orientation in cold reduced and annealed low carbon steels. *Trans. AIME*, 245:2081, 1969.
- 29 - HELD, J. F. - The effect of inhomogeneous textures on mechanical properties of low-carbon steel sheets. *Trans. AIME*, 239:573, 1967.
- 30 - HUGHES, I. F. & PAGE, E. W. - The influence of manganese and carbon on plastic anisotropy. *Metal. Trans.* 2: 2067, 1971.
- 31 - HUTCHINSON, W. B. - Development of textures in recrystallization. Recrystallization in the control of microstructure, *ISI/IOM Meeting*, Nov. 1973, artigo nº 22, London.
- 32 - HAESNER, F. - Systematic survey and fundamental problems of recrystallization. In: HAESNER, F. ed. *Recrystallization of metallic material*. Stuttgart, Dr. Riederer, 1971 Chapter 1.
- 33 - DOHERTY, R. D. - The deformed state and nucleation of recrystallization. *Metal Sci. J.*, 8:132, 1974.

- 34 - DILLAMORE, I. L., SMITH, C. J. E. & WATSON, T. W. - Oriented nucleation in the formation of annealing textures in iron. *Metal Sci. J.*, 1:49, 1967.
- 35 - ABE, H. & SUZUKI, T. - Recrystallization in aluminium killed steel sheets. *Trans. ISIJ*, 11:201, 1971.
- 36 - DUNN, C. G. - On the theory of secondary recrystallization texture formation in face-centered cubic metals. *Acta Metal.*, 2:386, 1954.
- 37 - LINDSTROM, M. I. & KLEEMOLA, H. J. - Effect of cold rolling and annealing on grain size and formability parameters of Al-killed, continuously cast low-carbon steels. *Scand. J. Metal.*, 3:97, 1974.
- 38 - SCHLAUBITZ, K., MÜLLER, D. & GÜTH, A. - Relationship between the deformation substructure and their mechanical properties and annealing behaviour. Budapest, *Kohászati*, 105:257, 1972.
- 39 - MONTEIRO, S. N. & KESTENBACH, H. J. - Influence of grain orientation on the dislocation substructure in austenitic stainless steel. *Metal. Trans.*, 6A:938, 1975.
- 40 - HIBBARD, W. R. & TULLY, W. R. - The effect of orientation on the recrystallization kinetics of cold-rolled single crystals. *Trans. AIME*, 221:336, 1961.
- 41 - TAKAMURA, J., TAKAHASHI, I. & AMANO, M. - Lattice defects in deformed low carbon steels and the annealing stage. *Trans. ISIJ*, 9:271, 1969.
- 42 - GOODENOW, R. H. - Recrystallization and grain structure in rimmed and aluminium-killed low-carbon steel. *Trans. ASM*, 59:804, 1966.

- 43 - BAIRD, J. D. & ARROWSMITH, J. M. - Recrystallization behaviour of some high-purity irons. *JISI*, Mar. 1966. p. 240.
- 44 - HU, H. & GOODMAN, S. R. - Effect of manganese on the annealing texture and strain of low-carbon steels. *Metal. Trans.* 1:3057, 1970.
- 45 - HORNBOGEN, E. & KREYE, H. - Influence of second phase particles on recrystallization. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM, Clausthal - Zellerfeld, 1968 - *Textures in research an practice*; proceedings. Springer, 1969.
- 46 - DASARTHY, C. - Some aspects of recovery and recrystallization behaviour of an iron - 0,02% Carbon alloy and a commercial rimming steel. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM, Clausthal - Zellerfeld, 1968 - *Textures in research an practice*; proceedings. Springer, 1969.
- 47 - RICHARDS, P. N., RUSSEL, J. D. & TOMLINSON, A.P. - Determining recovery in cold reduced low-carbon steel strip. *Trans. ASM*, 61:528, 1968.
- 48 - HORTA, R. M. S. B., WILSON, D. V. & ROBERTS, W. T. - Rapid annealing of drawing-quality steels. *JISI*, Mar. 1971, p. 169.
- 49 - PEREIRA DA SILVA, P. S. C. - *Grain size measurement*. (Tese de Mestrado) University of Sheffield, 1966.
- 50 - ÉTUDE de la détermination de la texture des tôles, et traitement automatique. Rapport final relatif aux travaux effectués à l'IRSID, 1970/71.
- 51 - FERRAN, G. COPPE/UFRJ (Comunicação Pessoal) 1975.

- 52 - CULLITY, B. D. - Elements of X-ray diffraction, Addison-Wesley, 1965.
- 53 - VIANA, C. S. & FERRAN, G. - Pole figure random intensity calculation using powder integrated ratios. Proc. 17th. An. Conf. of Advances in X-ray Analysis. Denver, Colorado 1973 Plenum Press 1974.
- 54 - TAYLOR, A. - *X-ray metallography*. London, John Wiley, 1961.
- 55 - BRAGG, R. H. & PACKER, C. M. - Quantitative determination of preferred orientation. *J. Appl. Phys.*, 35:1322, 1964.
- 56 - VIANA, C. S. - *Método automático para traçado de figuras de polo*. (Tese de Mestrado) Rio de Janeiro, COPPE, Centro de Tecnologia, UFRJ, 1972.
- 57 - INTERNATIONAL UNION OF CRYSTALLOGRAPHY - *Physical and chemical tables*. In: International tables for X-ray crystallography. The Kynoch Press, 1968, v.3.
- 58 - BARRET, C. S. - *Estructura de los metales*. 2. ed. Madrid, Aguilar, 1957.
- 59 - PEISER, H. S., ROOKSBY, H. P. & WILSON, A. J. C., Eds. - *X-ray diffraction by polycrystalline materials*. London, Chapman & Hall, 1960.
- 60 - SPEGEL, M. R. - *Estatística*. São Paulo, Mc Graw-Hill do Brasil, 1975. p. 115.
- 61 - FERRAN, G. (Comunicação Pessoal) 1976.

7 - TABELAS

E L E M E N T O S

MATERIAL

	C	Si	Mn	P	S	Nb	Al	Cr
F	0,08	0,01	0,36	0,004	0,008	0,008	0,007	0,02
G	0,10	0,01	0,49	0,008	0,040	0,009	0,006	-

Tabela 1. Composição dos aços. F - chapa mais fina, G - chapa mais grossa (as referências às espessuras correspondem às chapas tais como recebidas depois de laminadas a quente).

CÓDIGO DAS TEMPERATURAS	TEMPERATURA (em °C)	T E M P O S (em minutos)				
		10	30	120	800	2.800
A	500				(13h)	(47h)
B	600	1	10	90	927 (15,5h)	-
C	700	0,5	5	500 (8h)	700 (12h)	2.700 (45h)
D	800	0,1	1	10	90	800 (13h)
		CÓDIGO DOS TEMPOS				
		1	2	3	4	5
E		RECOZIMENTO EM CAIXA (SIMULADO)				

Tabela 2. Recozimentos: Condições de tempo e temperatura com os códigos respectivos.

TRATAMENTOS PRÉVIOS	ESTADO FINAL	REDUÇÃO DA ESPESSURA PELOS POLIMENTOS	
		mm	Z
EF	LF	0,42	42
	B-1	0,45	45
	B-4	0,41	41
ER	LF	0,40	40
	B-1	0,52	51
	B-4	0,39	39
ERE	LF	0,40	40
	B-1	0,40	40
	B-4	0,43	43
STP	LF	0,40	40
	B-1	0,41	41
	B-4	0,18	18

Tabela 3. Reduções de espessura produzidas pelos polimentos mecânico e químico das amostras nos corpos de prova para difratometria.

PLANO (hkl)	2θ	Δ2θ (mm)	W	
			RS (mm)	DS
(200)	28,65°	40	2,58	1/6°
(220)	40,95°	-	-	1/2°
(222)	50,73°	35	2,26	1/2°
(123)	55,10°	25	1,61	1/2°

$$W_{RS} = \frac{\Delta 2\theta}{360^\circ} 2\pi R$$

2θ - Ângulo de Bragg

Δ2θ - Largura do pico em torno do ângulo de Bragg
(1° = 50 mm)

W - Abertura das fendas

RS - Fenda de recepção

DS - Fenda de divergência

R - Raio do goniômetro (R = 185 mm)

Tabela 4. Abertura das fendas de recepção e de divergência e dados correlatos. Cálculo de W_{RS} .

Tabela 5. Ruídos de fundo das 12 amostras nas posições angulares referentes aos planos (200), (220), (222) e (123) e duração total de operação completa.

ESTADO DO MATERIAL	CONTADO A FAZ				RECORRIMENTOS							
	0	11	5	14	7	10	4	13	9	12	8	15
	ER	ERE	EP	ETP	ES	ERE	ET	ETP	ES	ERE	ET	ETP

(100) DS 1/6° DTA = 28,40° DT = 20,95° DTD = 31,93°

RPA 60	808:40	825:04	802:48	838:04	834:57	816:40	839:38	820	807:38	852:42	808	819
RFD 60	550:40	537:44	581:21	571:41	582:48	515:27	400:23	551	552:18	584:16	576	549
RP- 60	709	710	709	734	734	706	747	716	708	782	717	714
TENPO	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	20
RF	295	284	295	304	307	284	311	299	285	308	299	328
RF/60	11,81	11,82	11,81	12,15	12,27	11,77	12,4	12,94	11,81	12,32	10,94	13,20
HORAS TOTAIS OPER.	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	4

(120) DS 1/1° DTA = 15,36° DT = 40,95° DTD = 43,81°

RPA 60	1111:68	1150:74	1138:83	1124:88	1168:54	1073:50	1162:47	1123	1167:68	1157:87	1087:39	1131
RFD 60	873:34	865:42	879:26	832:83	851:49	842:44	803:40	848	847:50	864:42	830:47	849
RP- 60	987	983	983	878	895	938	992	963	989	988	940	966
TENPO	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	20	20
RF	614	610	613	607	611	391	413	601	616	611	323	322
RF/60	14,82	14,39	14,52	14,29	14,57	15,65	16,51	14,04	14,65	14,45	16,67	14,20
HORAS TOTAIS OPER.	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	4	4

(122) DS 1/2° DTA = 48,40° DT = 50,71° DTD = 57,91°

RPA 60	723:28	711:25	720:18	719:23	723:30	684:31	705	708	727:42	715:20	718	714
RFD 60	624:30	625:34	640:42	631:38	619:3	592:27	625	627	647:36	628:32	585	609
RP- 60	672	684	651	671	669	637	664	666	683	673	649	680
TENPO	45	45	45	45	45	45	40	40	45	45	40	40
RF	504	500	513	503	502	478	443	444	517	505	433	440
RF/60	11,19	11,10	11,39	11,18	11,15	10,62	11,07	11,10	11,49	11,21	10,83	11,00
HORAS TOTAIS OPER.	9	9	9	9	9	9	4	8	9	9	8	8

(121) DS 1/2° DTA = 52,91° DT = 55,10° DTD = 57,5°

RPA 60	625:34	625:34	616:45	625:41	619:37	592:22	613	627	632:34	643:37	585	609
RFD 60	534:35	547:28	530:21	532:23	553:20	507:19	560	538	541:18	554:27	517	549
RP- 60	521	527	549	549	557	532	593	594	604	601	567	576
TENPO	31	35	35	30	35	35	30	30	35	35	25	20
RF	339	343	344	393	342	323	296	297	352	350	236	254
RF/60	9,41	9,79	9,82	9,87	9,78	9,19	8,85	9,90	10,11	10,01	9,44	9,40
HORAS TOTAIS OPER.	7	7	7	6	7	7	4	6	7	7	5	6

RPA 60 - Média das intensidades do ruído de fundo na posição anterior ao ângulo de Bragg, determinadas para diversos valores de α . Contagem feita em 60S.

RFD 60 - Média das intensidades do ruído de fundo na posição posterior ao ângulo de Bragg, determinadas para diversos valores de α . Contagem feita em 60S.

RP- 60 - Ruído de fundo calculado para o ângulo de Bragg, correspondente ao tempo de contagem de 60S.

TENP 1 - Tempo de contagem abrangido na obtenção das intensidades $I(n, \theta)$.

RF - Ruído de fundo correspondente ao tempo de contagem TENP 1.

RF/5 - Ruído de fundo expresso em contagens por segundo.

HORAS TOTAIS DE OPERAÇÃO - Tempo total gasto para obter as intensidades necessárias à construção da figura de póla respectiva, em condições normais de operação do equipamento.

AMOSTRA N°	TRATAMENTOS PRÉVIOS	GRAU DE REDUÇÃO (Z)	ESPESSURA FINAL (mm)	ESTADO FINAL	TAMANHO DE GRÃO (µm)	CORPO DE PROVA Nº
10 D	EF	80,2	1,01	LF	-	5
10 E				B-1	6,9	4
10 E				B-4	17,0	6
9 D	ER	80,2	1,01	LF	-	8
9 E				B-1	*	7
9 E				B-4	6,7	9
7 D	ERE	74,9	1,01	LF	-	11
7 E				B-1	5,1	10
7 M				B-4	6,9	12
11 D	STP	81,8	0,98	LF	-	14
11 E				B-1	6,7	13
11 E				B-4	10,5	15

* A recristalização não havia sido completada no tempo de 1 min(B-1)

Tabela 6. Dados diversos das 12 amostras.

TRATAMENTOS PRÉVIOS	LAMINADO A FRIO		R E C O Z I D O			
	GRAD DE REDUÇÃO		B - 1		B - 4	
	α	Deformação Real	P	TC (μm)	P	TG (μm)
ER	80,2	0,589	1,13	-	2,0	6,7
ERE	74,9	0,559	1,45	5,1	1,6	6,9
EF	80,2	0,589	3,20	6,9	1,9	17,0
STP	81,8	0,598	1,28	6,6	1,5	10,5

Tabela 7. Grau de redução, tamanho de grão (TG) e o parâmetro de textura $P = I_{R(222)} / I_{R(200)}$ das amostras.

PLANO	2θ	$\text{sen } \theta$	$\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\text{sen}^2 \theta \cos \theta}$	$(\text{sen } \theta / \lambda)^2$	P	e^{-2M}	F^2	$\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\text{sen}^2 \theta \cos \theta} P e^{-2M_F^2}$	$I^t(hkl) / I^t(123)$
(200)	28,71	0,248	29,708	0,122	6	0,93	932,25	155.698,74	1,5097
(220)	41,05	0,351	13,624	0,243	12	0,87	599,83	86.015,43	0,8340
(222)	50,86	0,429	8,396	0,365	8	0,80	440,16	23.997,56	0,2327
(123)	55,27	0,464	6,949	0,426	48	0,78	390,26	103.130,78	1,0000

Tabela 8. Relações entre as intensidades teóricas (hkl) e (123) e os dados usados para o seu cálculo.

TRATAMENTOS PRÉVIOS	LF	RECOZIMENTOS	
		B-1	B-4
ER	673	634	627
ERE	588	533	568
EF	622	675	652
STP	632	793	763

ER - Esfriado Rapidamente

ERE - Esfriado Rapidamente e Envelhecido

EF - Esfriado no Forno

STP - Sem Tratamento Prévio

LF - Laminado a Frio

B-1 - Recozimento a 600°C/1 minuto

B-4 - Recozimento a 600°C/927 minutos

Tabela 9. Intensidades médias referentes aos planos {123} (tempo de contagem de 35s).

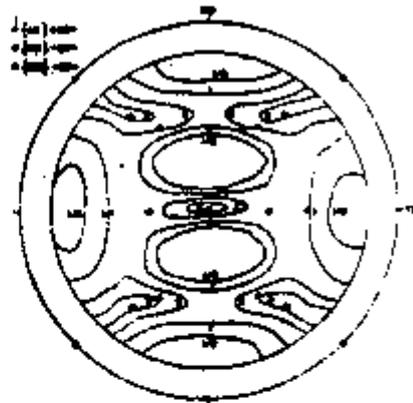
	{222}				{200}			
	ER	ERE	EF	STP	ER	ERE	EF	STP
LF	6,0	6,1	6,4	7,2	5,3	4,2	5,0	6,2
B-1	7,1	4,0	3,5	3,2	6,3	2,5	2,6	2,7
B-4	6,0	4,2	2,9	3,3	3,0	2,6	1,5	2,2

Tabela 10. Valores médios das intensidades relativas dos planos {222} e {200}

TC	TRATAMENTOS	COEFICIENTES DE VARIAÇÃO		
		TC (%)	{222} (%)	{200} (%)
6,7	ER/B-4	10,2	8	13
6,7	STP/B-1	10,6	16	19
5,1	ERE/B-1	12,0	20	20
6,9	EF/B-1	12,7	14	19
6,9	ERE/B-4	12,9	14	19
10,5	STP/B-4	14,9	24	18
17,0	EF/B-4	20,2	48	27

Tabela 11. Coeficientes de variação do tamanho de grão e das intensidades relativas dos planos {222} e {200} paralelos ao plano da chapa.

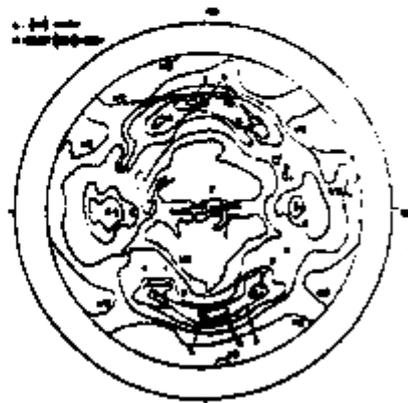
8 - FIGURAS



a) Laminado a frio até 90% de redução



b) Recozido durante 68h a 525°C

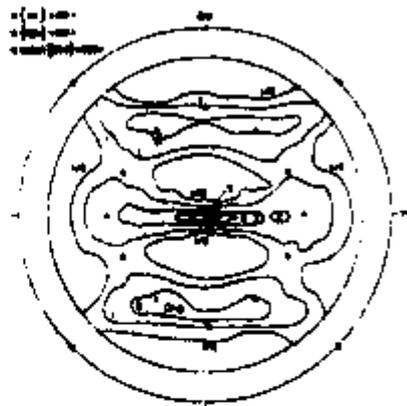


c) Recozido durante 68h a 565°C

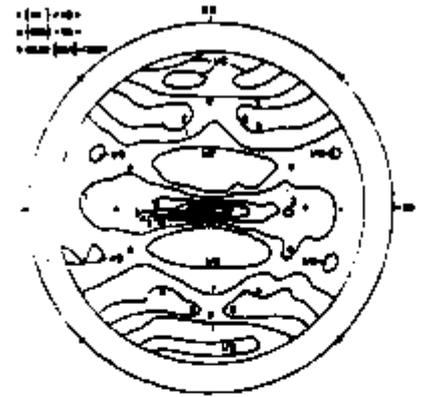


d) Recozido durante 68h a 625°C

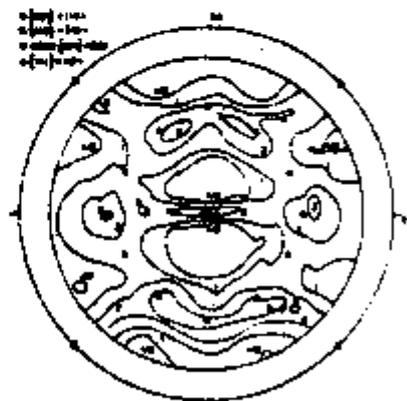
Fig. 1 - Exemplos de texturas de deformação e de recozimento de um ferro acalmado com Al, laminado a frio até 90% de redução e recozido em diferentes condições. Figuras de polo (200) e componentes de textura /26/.



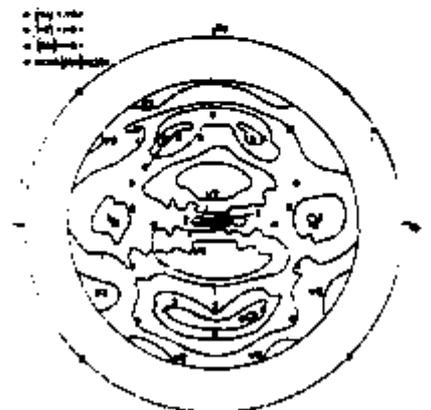
e) Reozido durante
10 min a 625°C



f) Reozido durante
1h a 625°C



g) Reozido durante
4h a 625°C



h) Reozido durante
1m a 700°C

Fig. 1 - continuação.

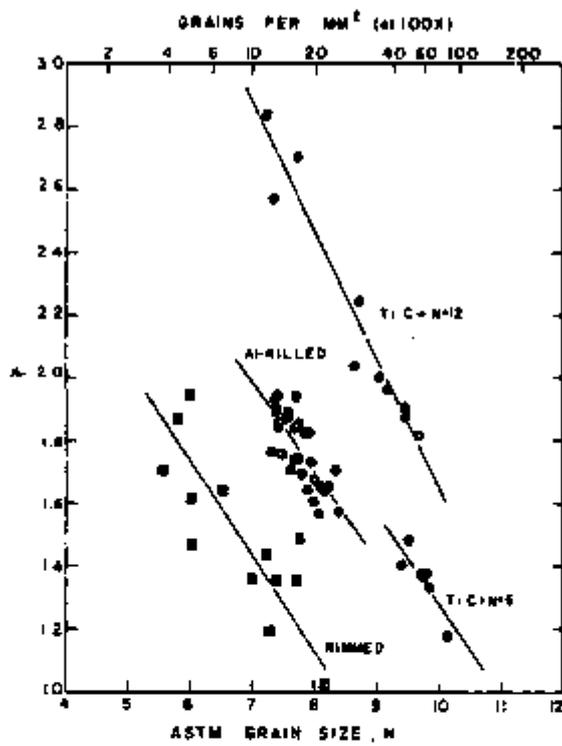


Fig. 2 - Variação de \bar{r} com o tamanho de grão ASTM para 4 aços de baixo teor de carbono deformados a frio até 70% de redução e recozidos /1/.

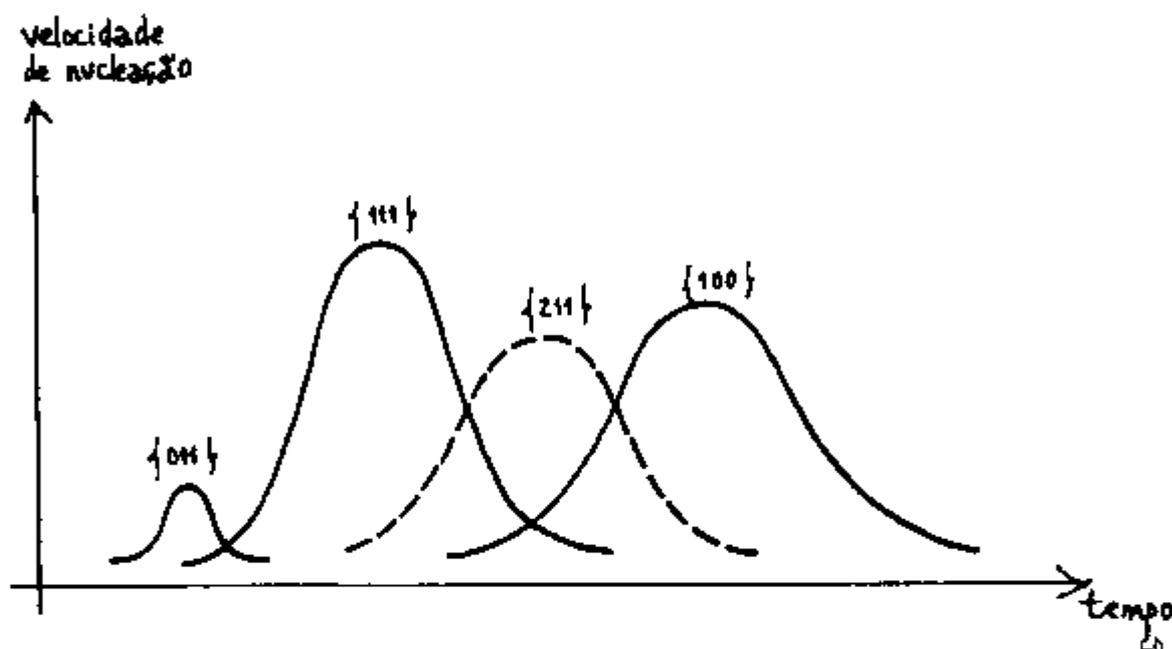
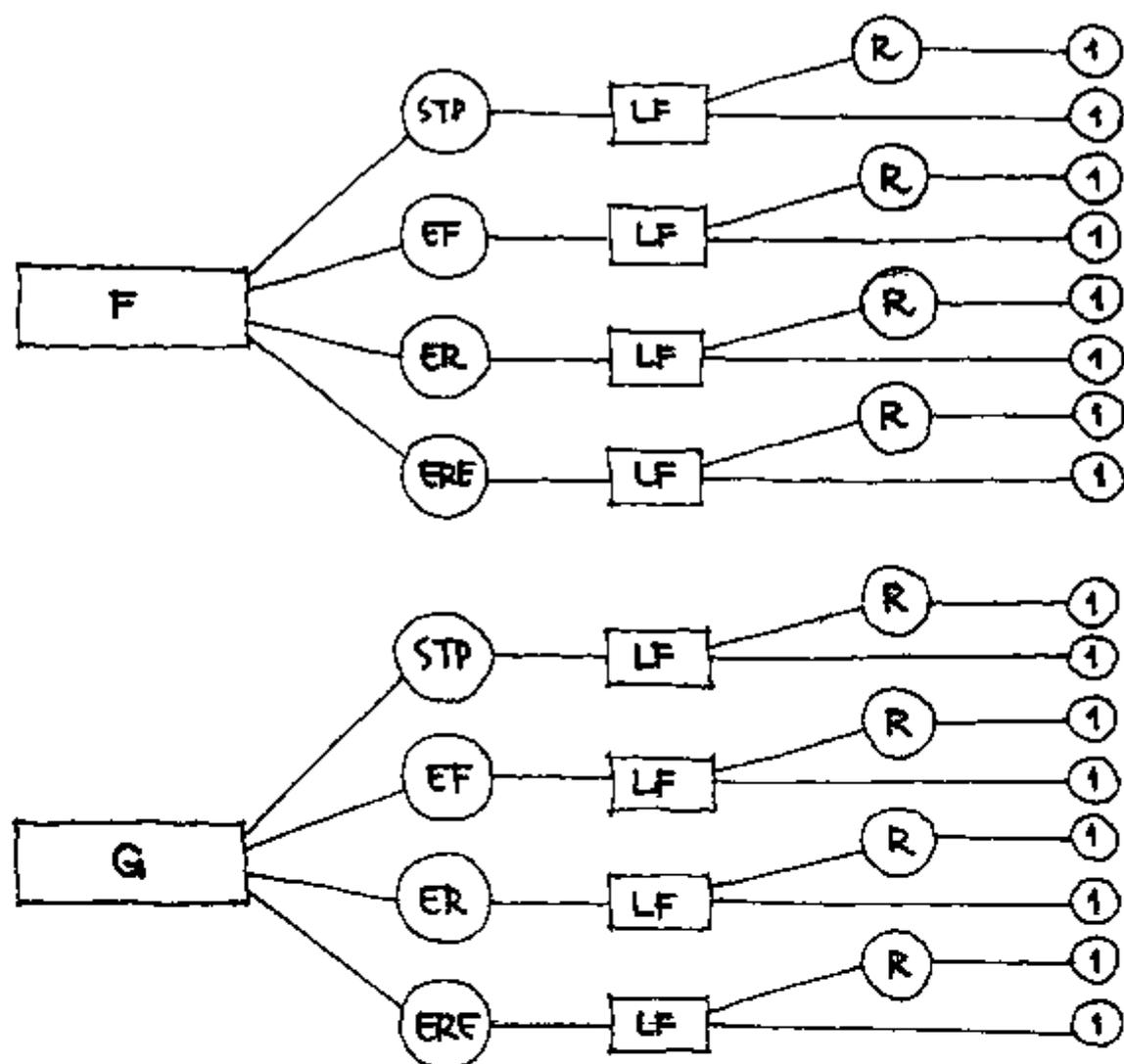


Fig. 3 - Representação esquemática de como a velocidade de nucleação depende da orientação em ferro laminado a frio /31/.



PROCESSAMENTO INDUSTRIAL

TRATAMENTOS PRÉVIOS

LAMINAÇÃO A FRIO

TRATAMENTO DE RECUPERAÇÃO

RECOLHIMENTOS

①
RECOLHIMENTOS

→ Do material de cada uma das 16 seqüências de processamento foram tiradas 21 amostras, uma para cada condição de recozimento (vide Tabela 2).

Fig. 4 - As etapas de processamento das amostras dos dois aços de composição F e G.

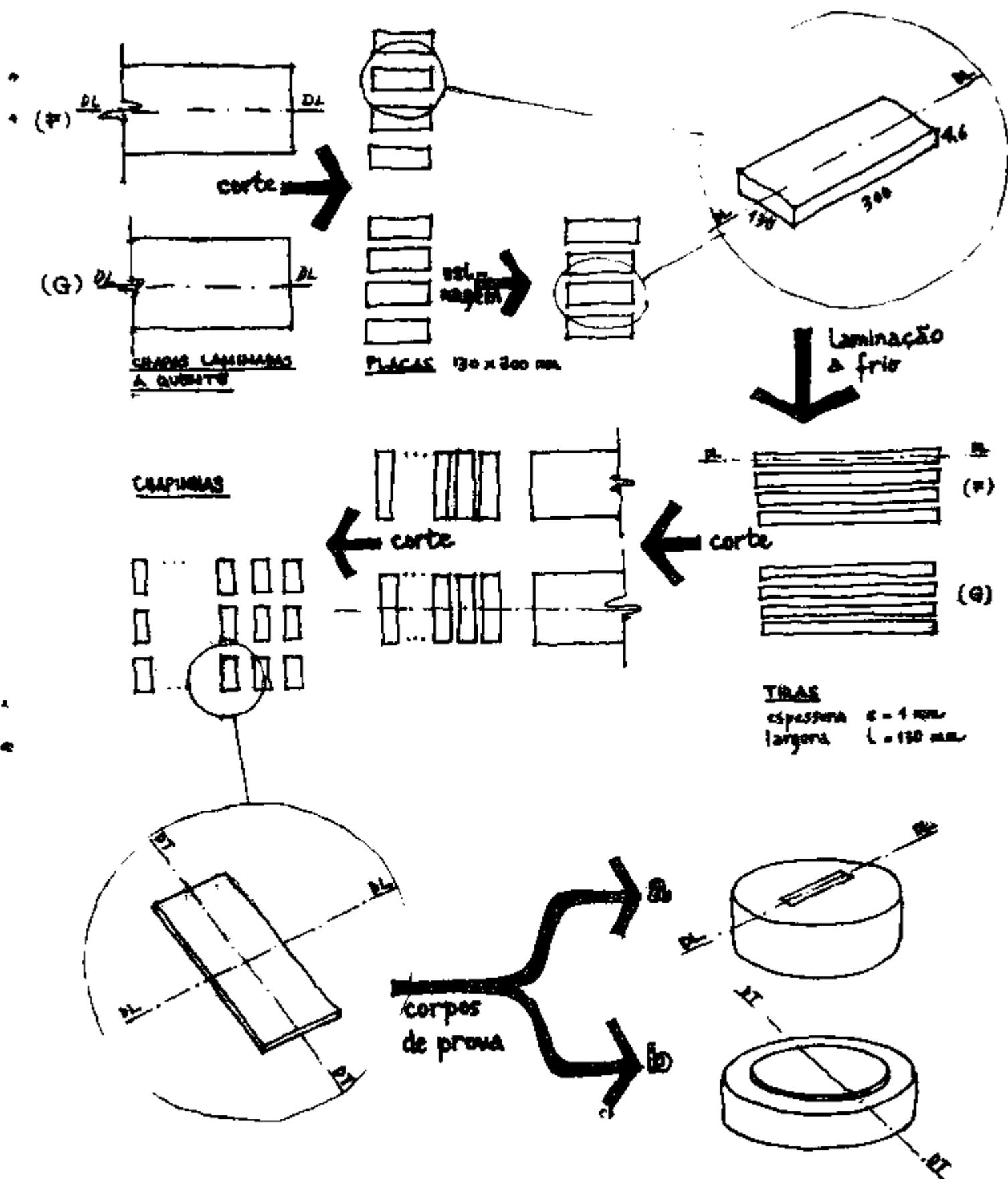


Fig. 5 - Obtenção e dimensões das amostras de acordo com as ramificações e etapas do processamento (vide Fig.4) a partir das chapas F e G laminadas a quente, até os corpos de prova para metalografia: a) por microscopia ótica; b) por difratometria de raio-X.

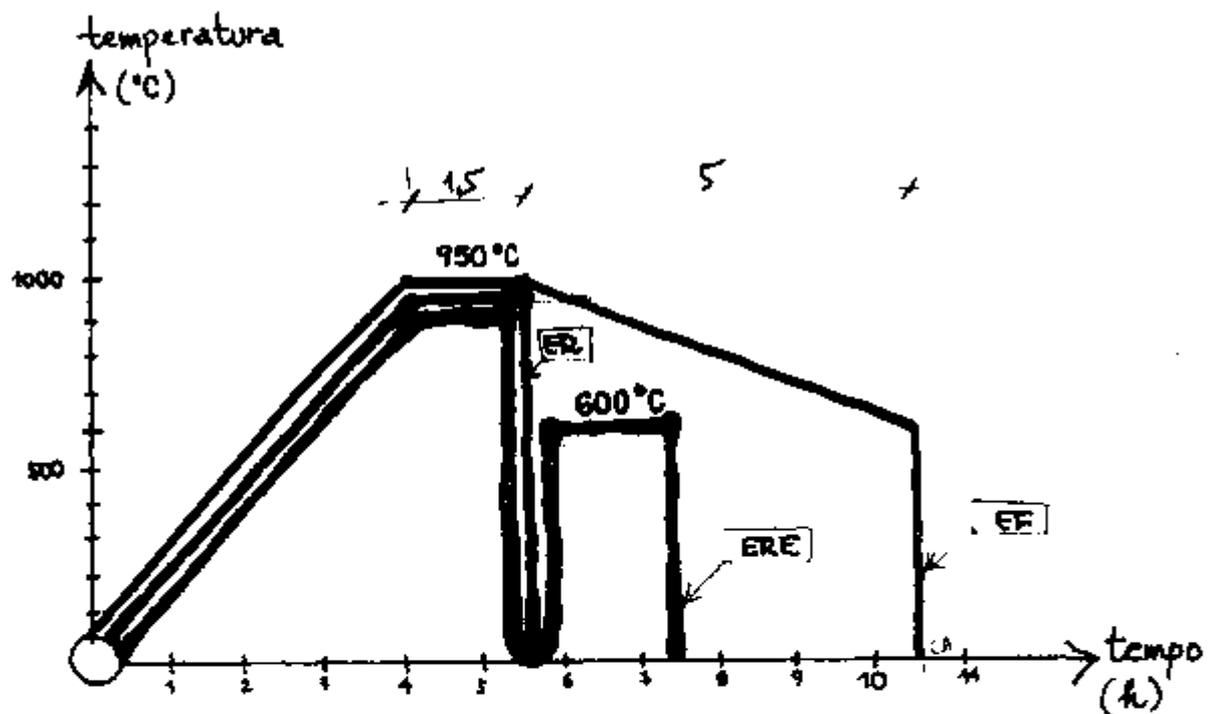


Fig. 6 - Representação esquemática dos tratamentos prévios que os materiais A e G sofreram antes da laminação a frio.

- ER - Homogeneizado e Esfriado Rapidamente
- ERE - Homogeneizado, Esfriado Rapidamente, Envelhecido
- EF - Homogeneizado e Esfriado no Forno.

Fig. 7 - MICROGRAFIAS (A numeração das
micrografias consta da tabela
da página seguinte)

NÚMEROS DAS MICROGRAFIAS

M I C R O E S T R U T U R A

Inicial
anterior a
laminação a frio

De recozimento

B-1

B-4

STP	7.1.1	7.1.2	7.1.3
EP	7.2.1	7.2.2	7.2.3
ER	7.3.1	7.3.1	7.3.3
ERE	7.4.1	7.4.2	7.4.3

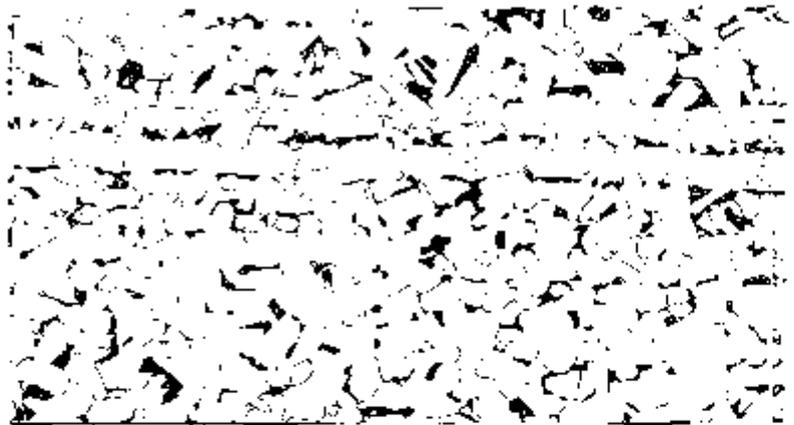


Fig. 7.1.1 - Microestrutura do material tal como recebido, sem tratamento pr vio (STP). Gr os de ferrita, col nias de perlitita e inclus es - 100 x

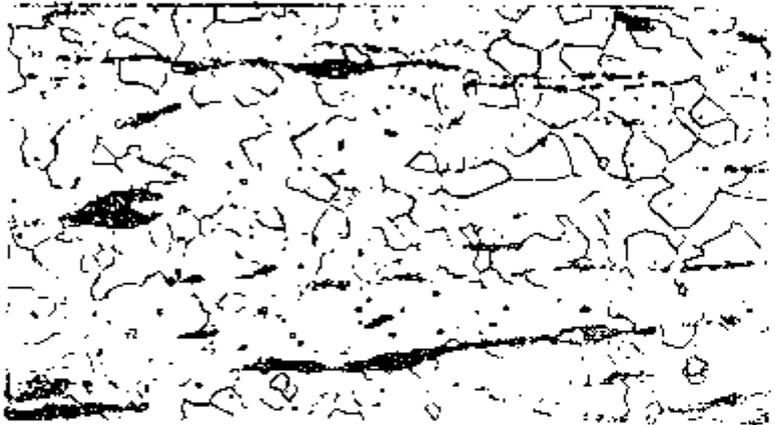


Fig. 7.1.2 - Microestrutura do material STP laminado a frio e recozido a 600°C durante 1 minuto. Gr os de ferrita,  reas alongadas de perlitita, inclus es e carbonetos em contorno e no interior dos gr os - 500 x



Fig. 7.1.3 - microestrutura do material STP laminado a frio e recozido a 600°C durante 15,5 h. Gr os de ferrita, perlitita esferoizada, carbonetos em contorno e no interior dos gr os, inclus es 500 x

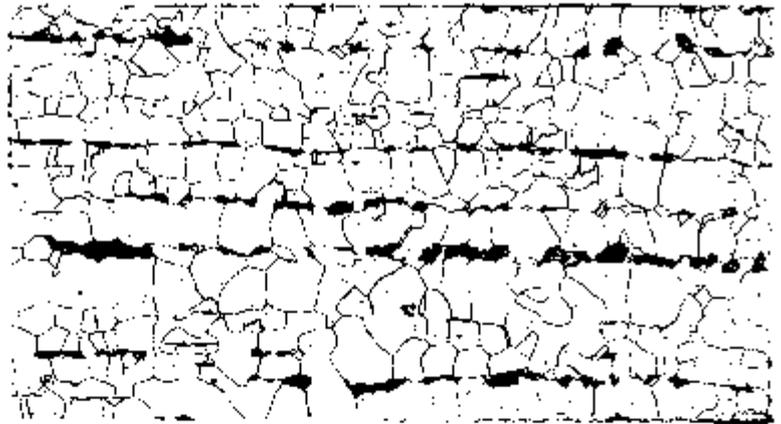


Fig. 7.2.1 - Microestrutura do material homogeneizado e esfriado no forno (EF). Grãos de ferrita, perlita e inclusões. Nota-se distribuição do tamanho de grão mais heterogênea que no caso da STP (Fig. 7.1.1) - 100x

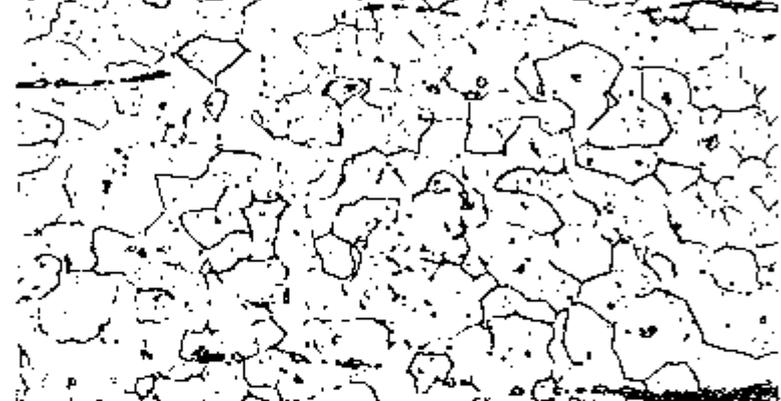


Fig. 7.2.2 - Microestrutura do material EF recozido a 600°C durante 1 minuto. Grãos de ferrita, áreas alongadas de perlita, inclusões e carbonatos - 500x

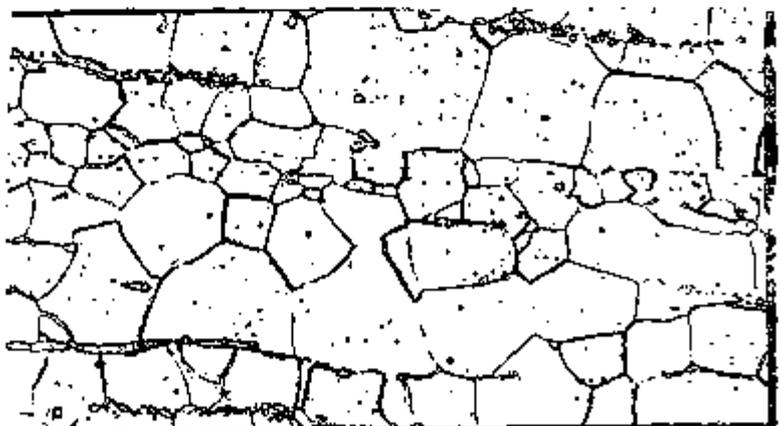


Fig. 7.2.3 - Microestrutura do material EF recozido a 600°C durante 15,5 horas. Grãos de ferrita, perlita esferoicizada, cementita em contorno e no interior dos grãos, inclusões. Notam-se regiões distintas com tamanhos de grão diferentes - 500x



Fig. 7.3.1 - Microestrutura do material homogeneizado e esfriado rapidamente (ER). Ferrita, martensita de baixo teor de carbono e inclusões - 500 x



Fig. 7.3.2 - Microestrutura do material ER laminado a frio e recozido a 600°C durante 10 min. (B-2). Grãos de ferrita e carbonetos finos. Notam-se algumas regiões não recristalizadas - 300 x

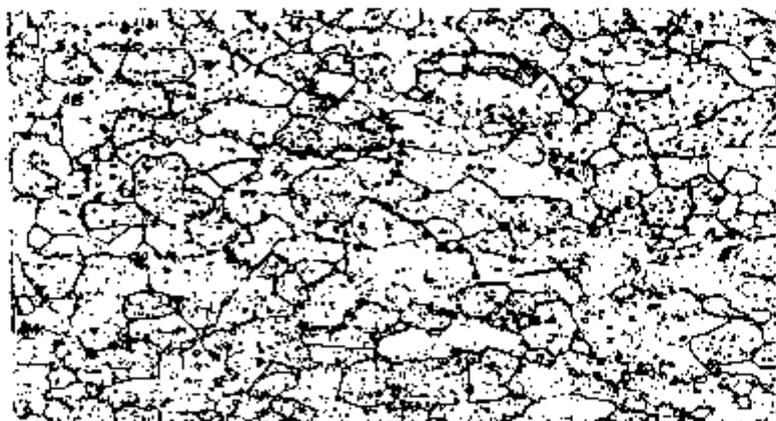


Fig. 7.3.3 - Microestrutura do material ER laminado a frio e recozido a 600°C em 15,5 h. Grãos de ferrita (alguns alongados) e cementita em contorno e no interior dos grãos - 500 x



Fig. 7.4.1 - Microestrutura do material homogeneizado, esfriado rapidamente e envelhecido (ERE). Grãos de ferrita, carbonetos e inclusões - 500 x

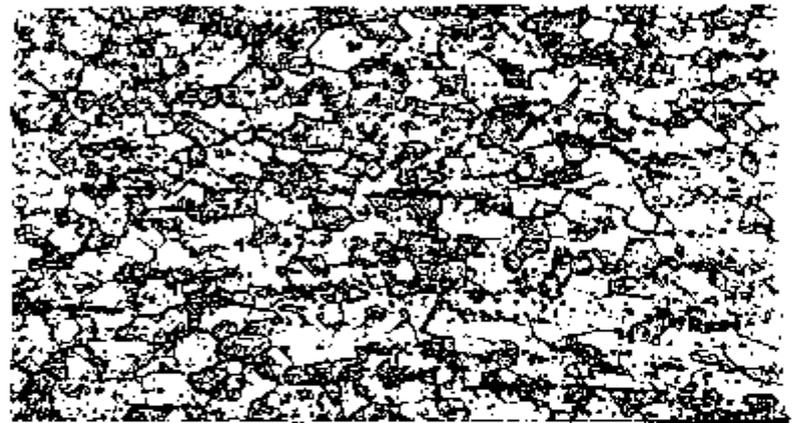


Fig. 7.4.2 - Microestrutura do material ERE laminado a frio e recozido a 600°C em 1 minuto. Grãos de ferrita, carbonetos em contorno e no interior dos grãos, inclusões - 500 x



Fig. 7.4.3 - Microestrutura do material ERE laminado a frio e recozido a 600°C em 15,5 h. Grãos de ferrita, cementita em contornos e no interior dos grãos, inclusões - 500 x

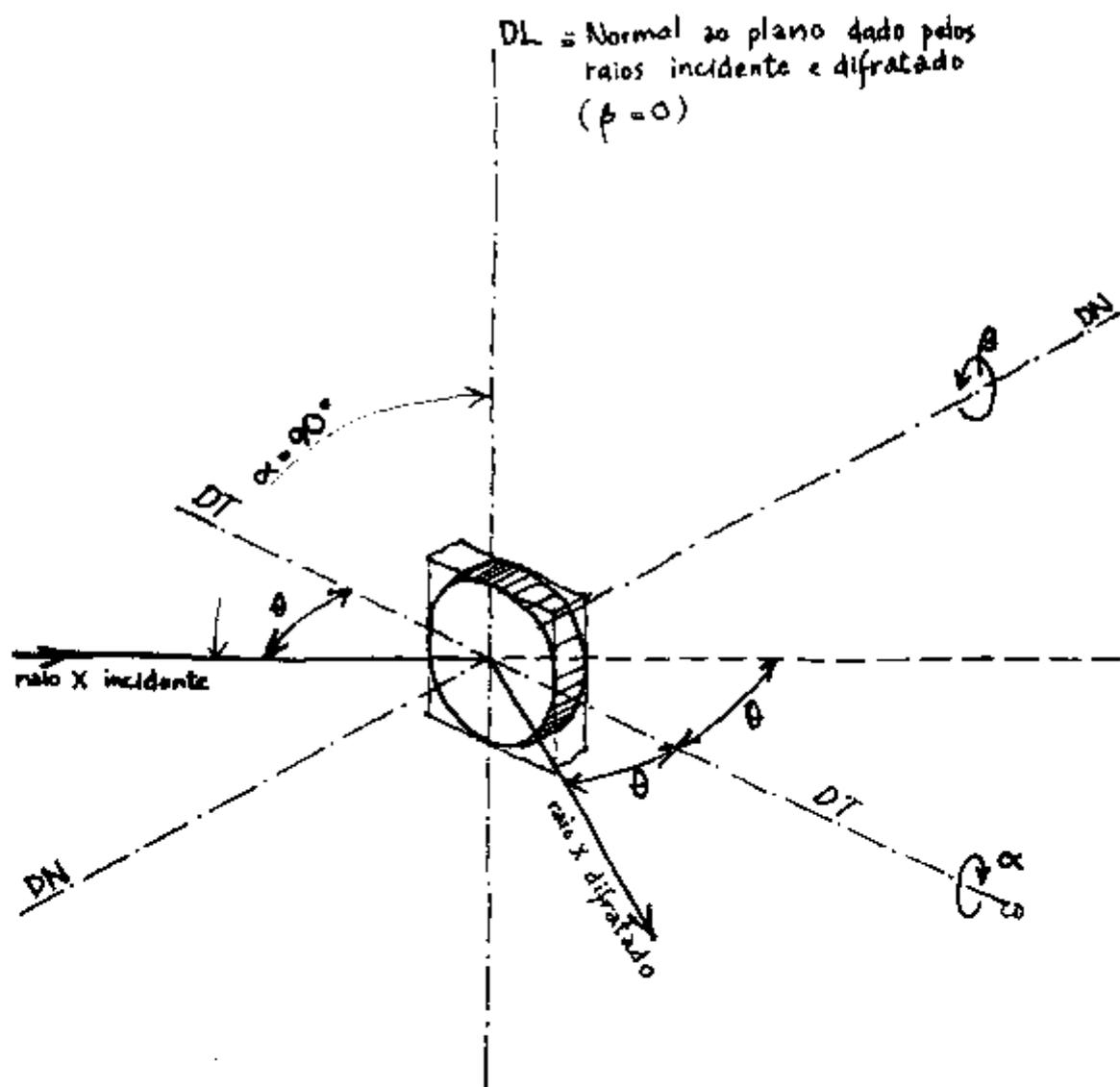


Fig. 8 - Geometria do método de SCHULZ. Posição inicial da amostra, em que $\alpha = 90^\circ$ e $\beta = 0^\circ$. DL, DT e DN são suas direções de laminação, transversal e normal, respectivamente.

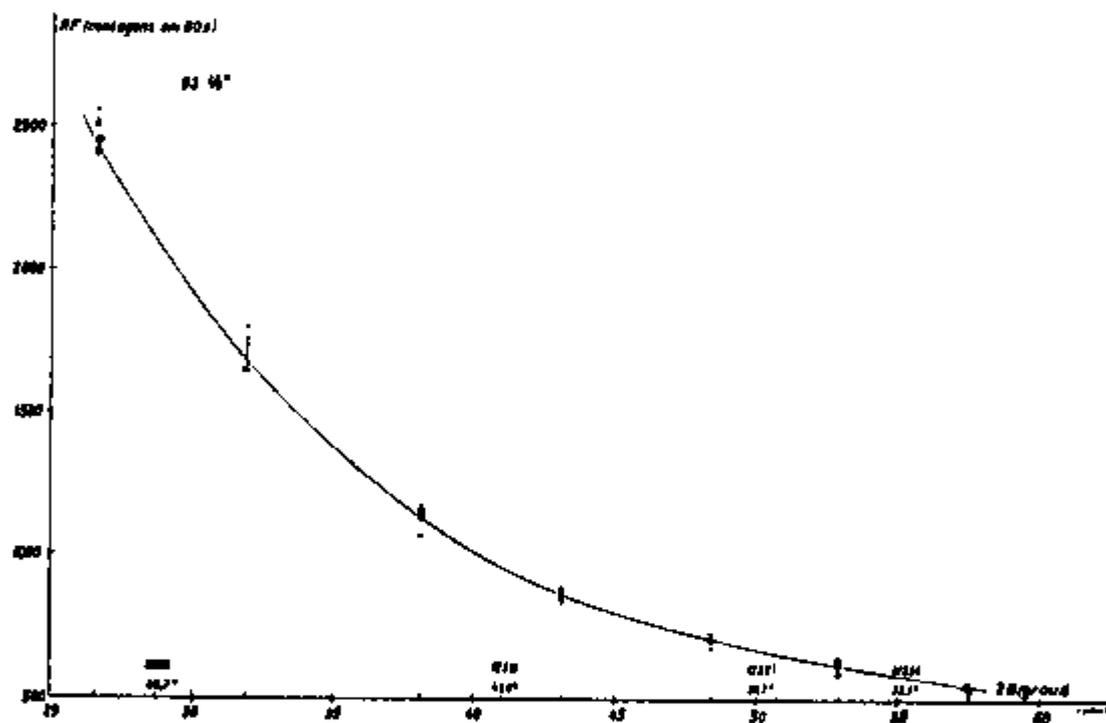


Fig. 9a - Variação da intensidade do ruído de fundo (RF) com o ângulo de Bragg (2θ) para os planos (200), (220), (222) e (123). Vide Tabela 5.

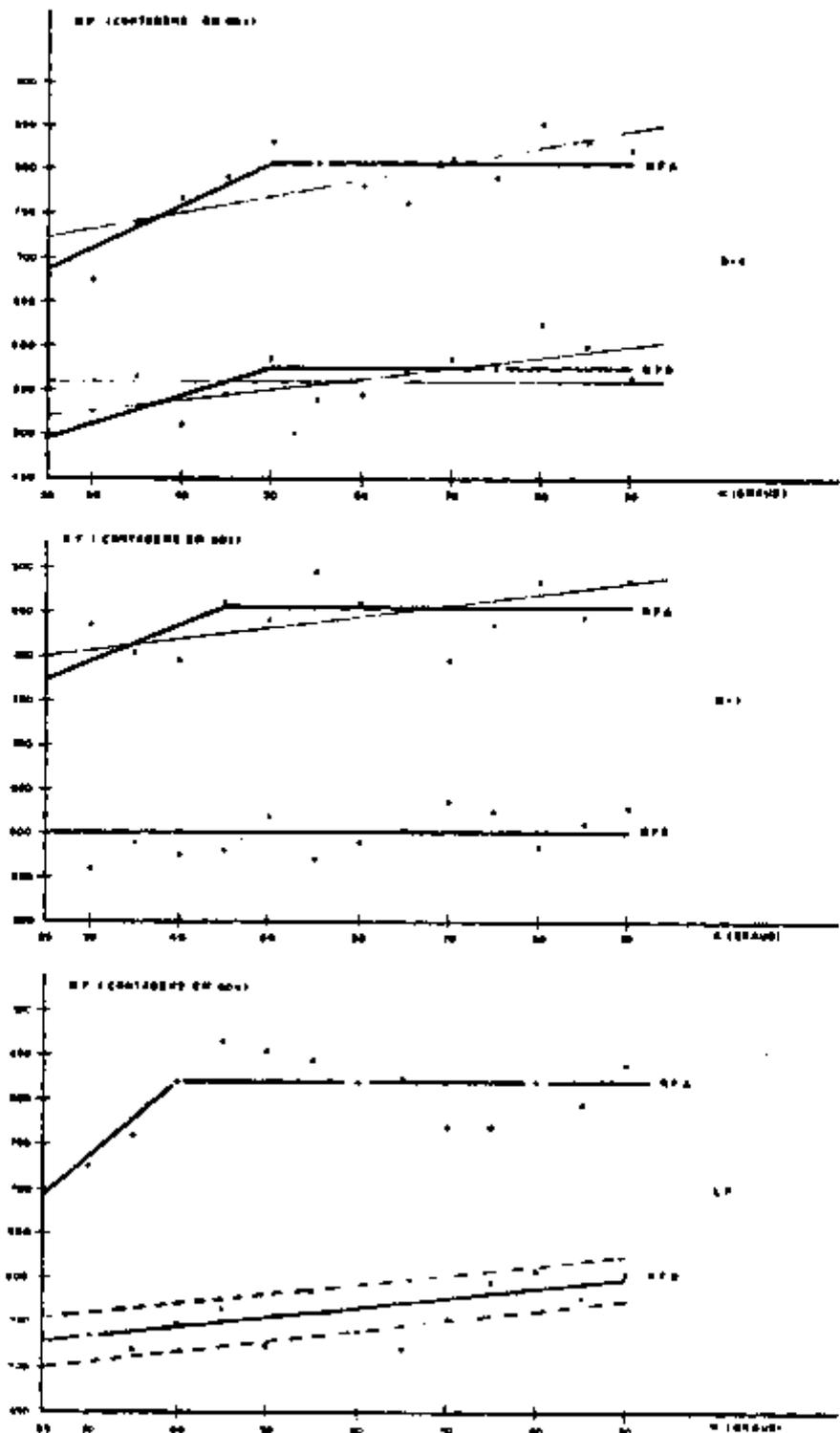


Fig. 9b - Variação da intensidade do ruído de fundo (RF) com o ângulo α no caso da amostra EF nos 3 estados: laminado a frio, recozido a 600° em 1h (B-1) e em 15,5h (B-4), nas posições angulares DTA= $26,60^{\circ}$ e DTD= $31,93^{\circ}$ anterior e posterior ao ângulo de Bragg DT= $28,65^{\circ}$, correspondente ao plano (200).

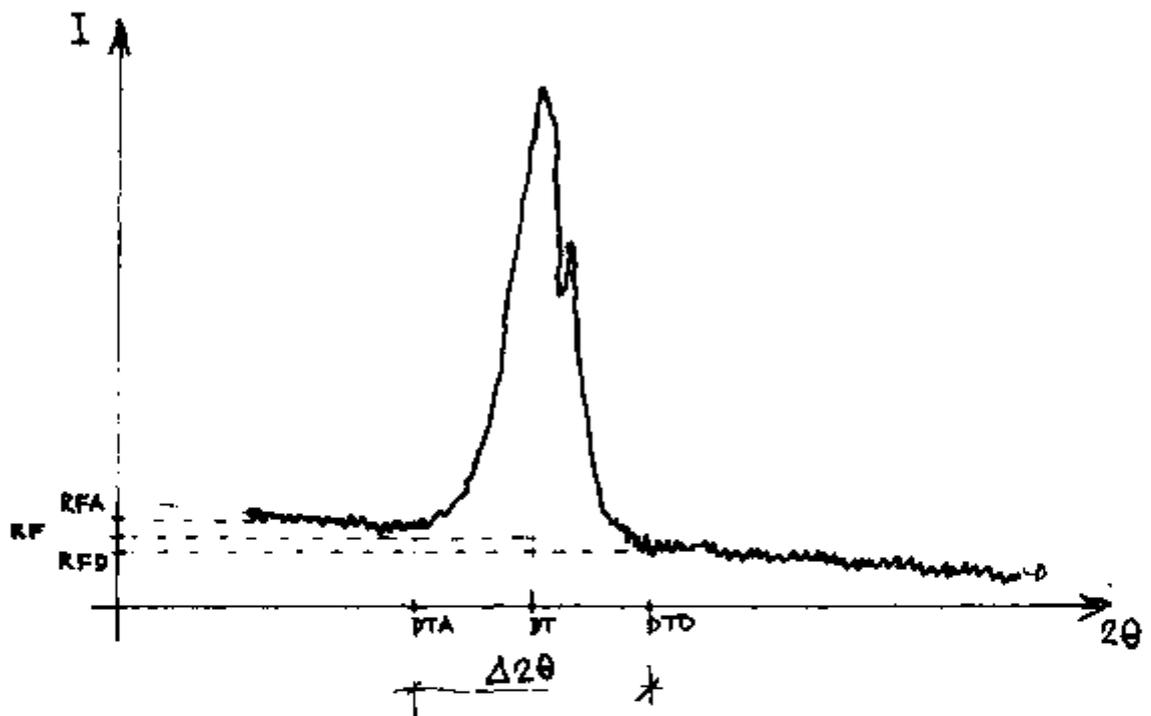


Fig. 9c - Representação esquemática dos ângulos DTA (anterior) e DTD posterior ao ângulo de Bragg, $DT = 2\theta$, para efeito de ilustrar o cálculo de RF (ruído de fundo) a partir dos valores RFA e RFD experimentalmente obtidos.

Fig. 10 - Figuras de polo dos planos (222) (200) e (220) para as amostras ER, ERE, EF e STP nos estados LF, B-1 e B-4. (A numeração das figuras de polo da Fig. 10 consta da Tabela da página seguinte).

P L A N O S

(222)

(200)

(220)

N Ú M E R O D A F I G U R A

ER	LF	10.1.1(10.5.1)*	10.2.1	10.3.1
	B-1	10.1.2(10.5.2)*	10.2.2	10.3.2
	B-4	10.1.3(10.6.1)*	10.2.3	10.3.3

ERE	LF	10.1.4(10.4.3)*	10.2.4	10.3.4
	B-1	10.1.5(10.6.2)*	10.2.5	10.3.5
	B-4	10.1.6(10.7.1)*	10.2.6	10.3.6

EF	LF	10.1.7(10.4.1)*	10.2.7	10.3.7
	B-1	10.1.8	10.2.8	10.3.8
	B-4	10.1.9(10.7.2)*	10.2.9	10.3.9

STP	LF	10.1.10(10.4.2)*	10.2.10	10.3.10
	B-1	10.1.11	10.2.11	10.3.11
	B-4	10.1.12	10.2.12	10.3.12

* Algumas figuras de polos foram interpretadas.
Seus números encontram-se entre parenteses.

41
 (222)
 27/LP

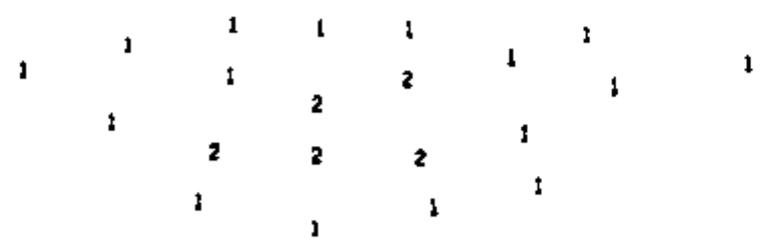
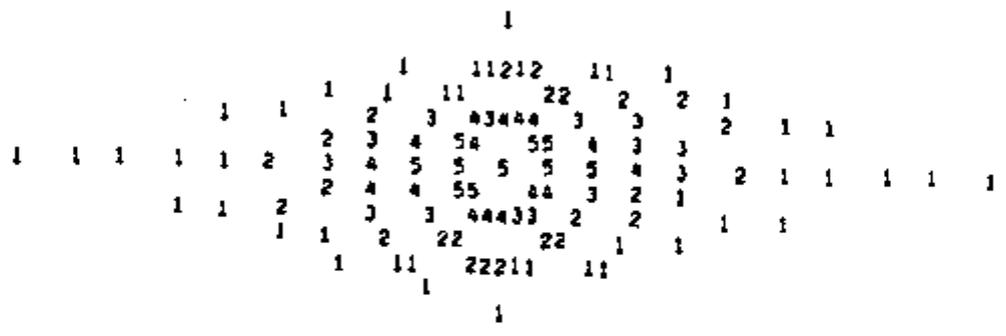
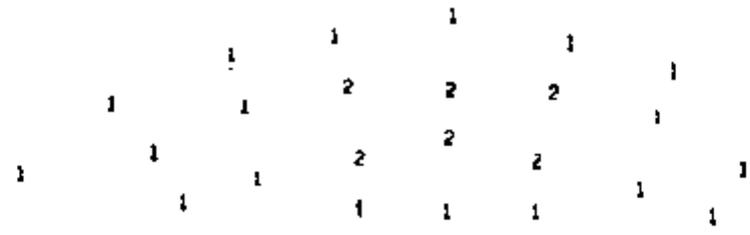


FIG. 10.1.1

13

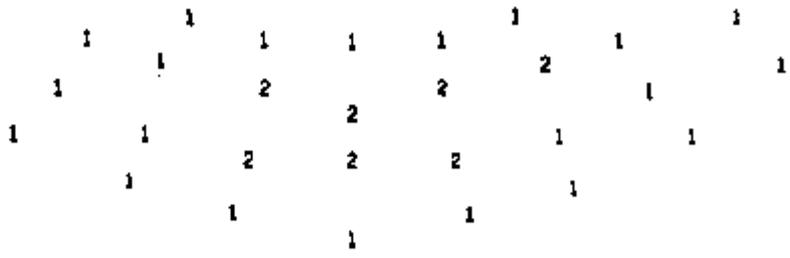
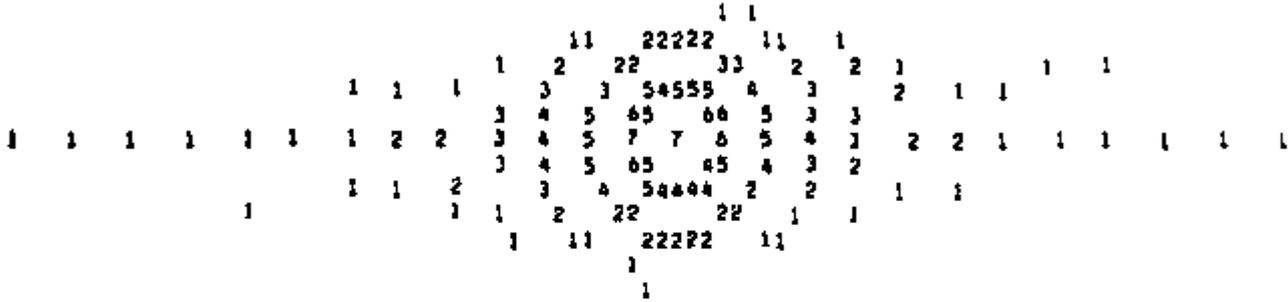
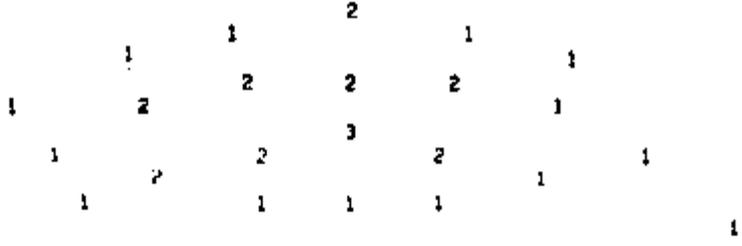
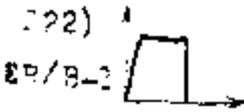


Fig. 10.1.2

37

(202) 1

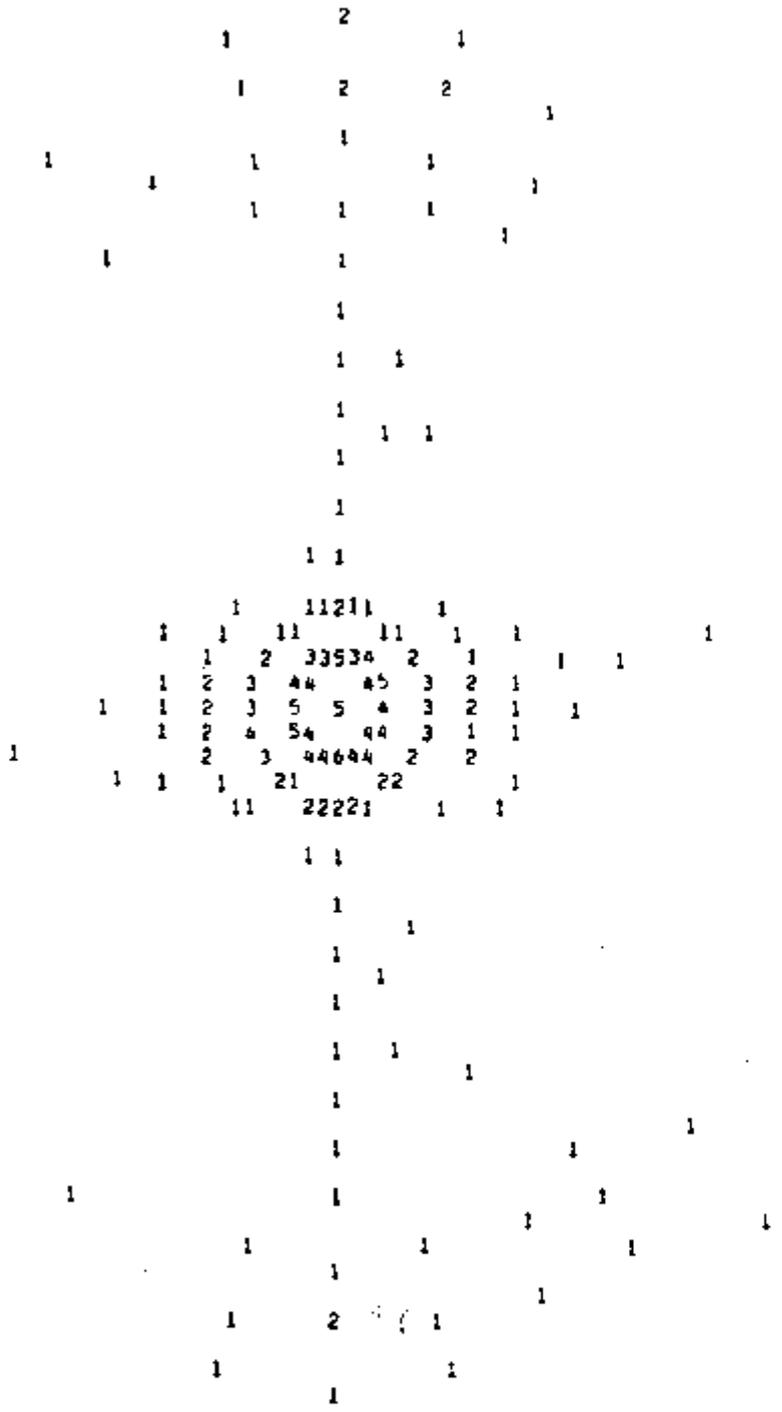
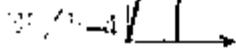


Fig. 10.1.3

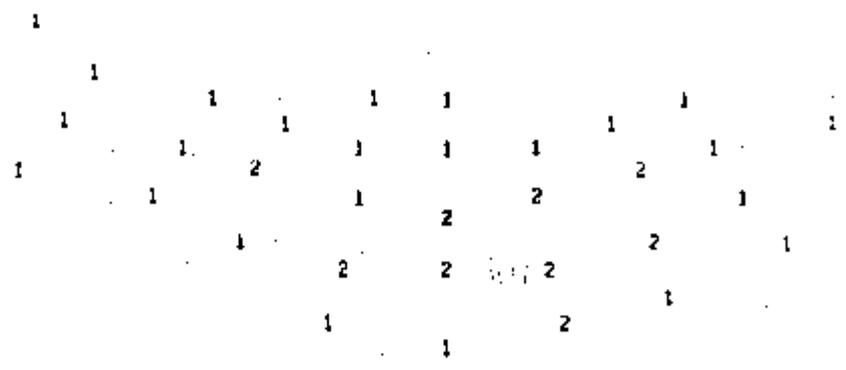
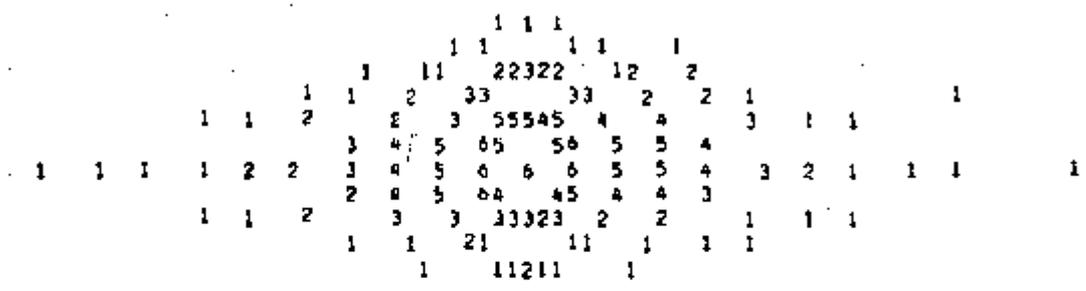
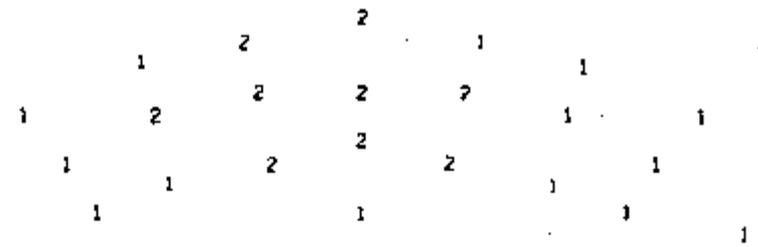
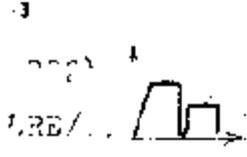


Fig.10.1.4

37

(22)

23/24

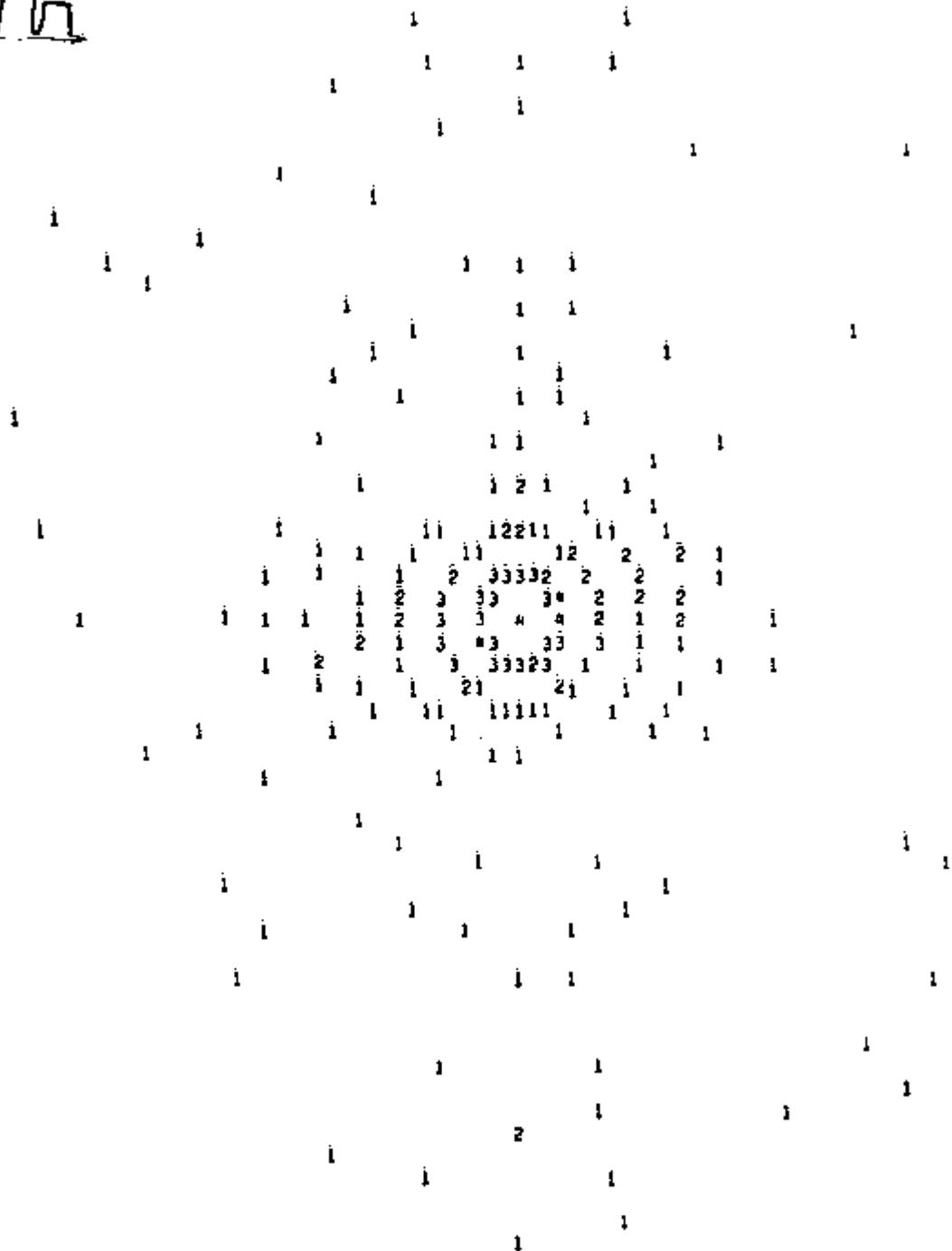


Fig. 10.1.6

21

(222)

EF/3-4

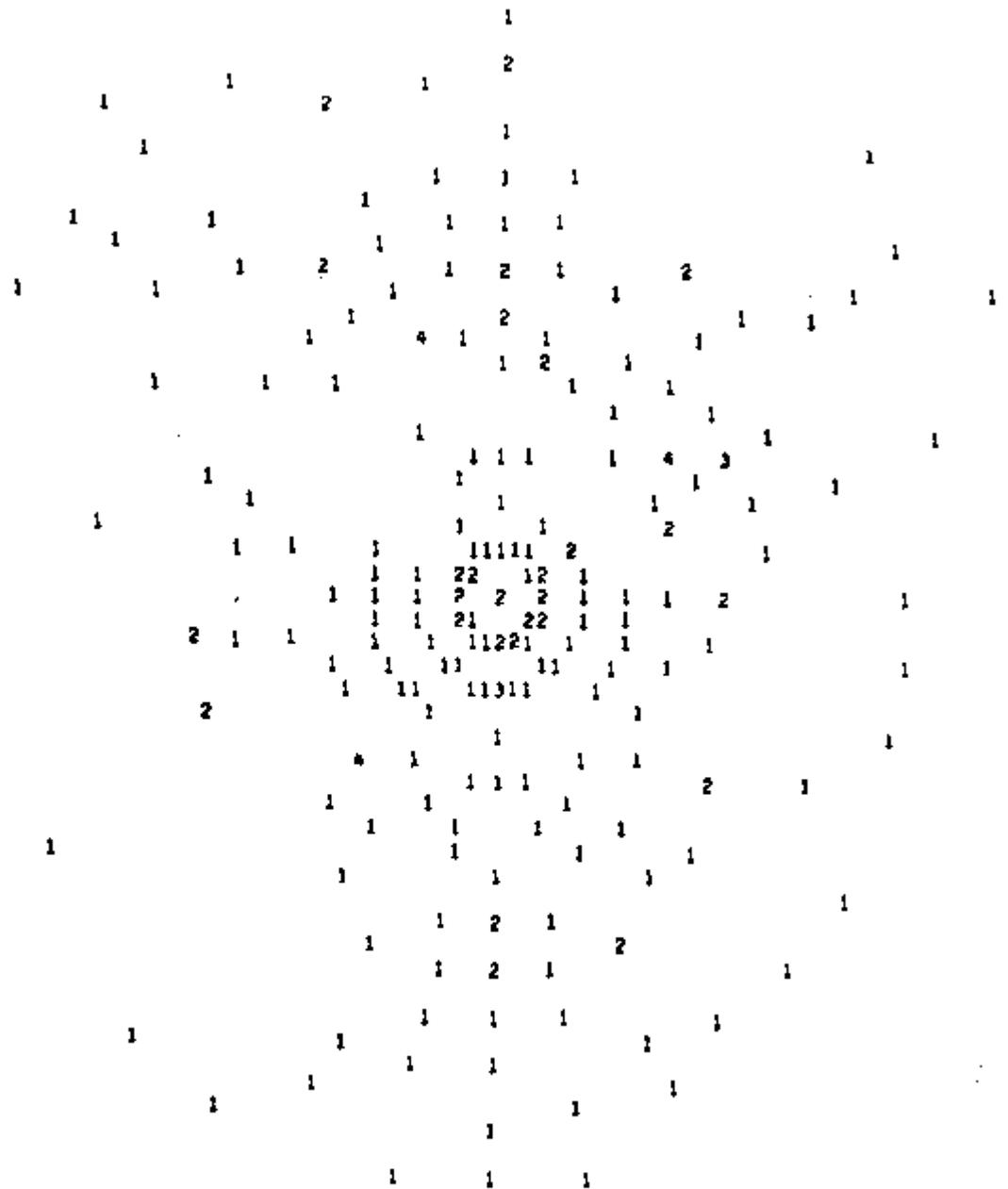


Fig. 10.1.9

23

(222)

X

STP/LE →

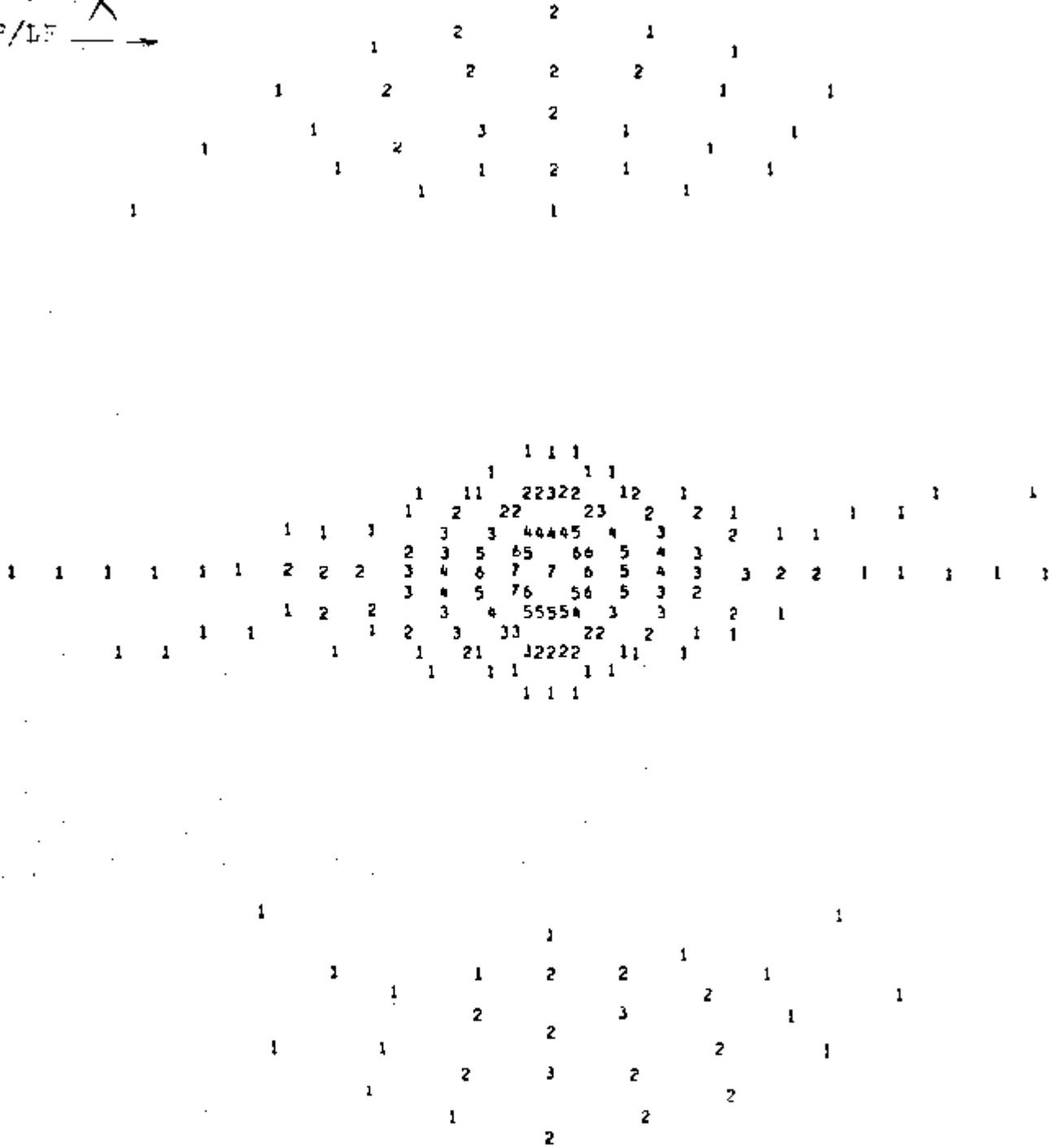


FIG. 10.1.10

58

STP/B-1 (222)

X

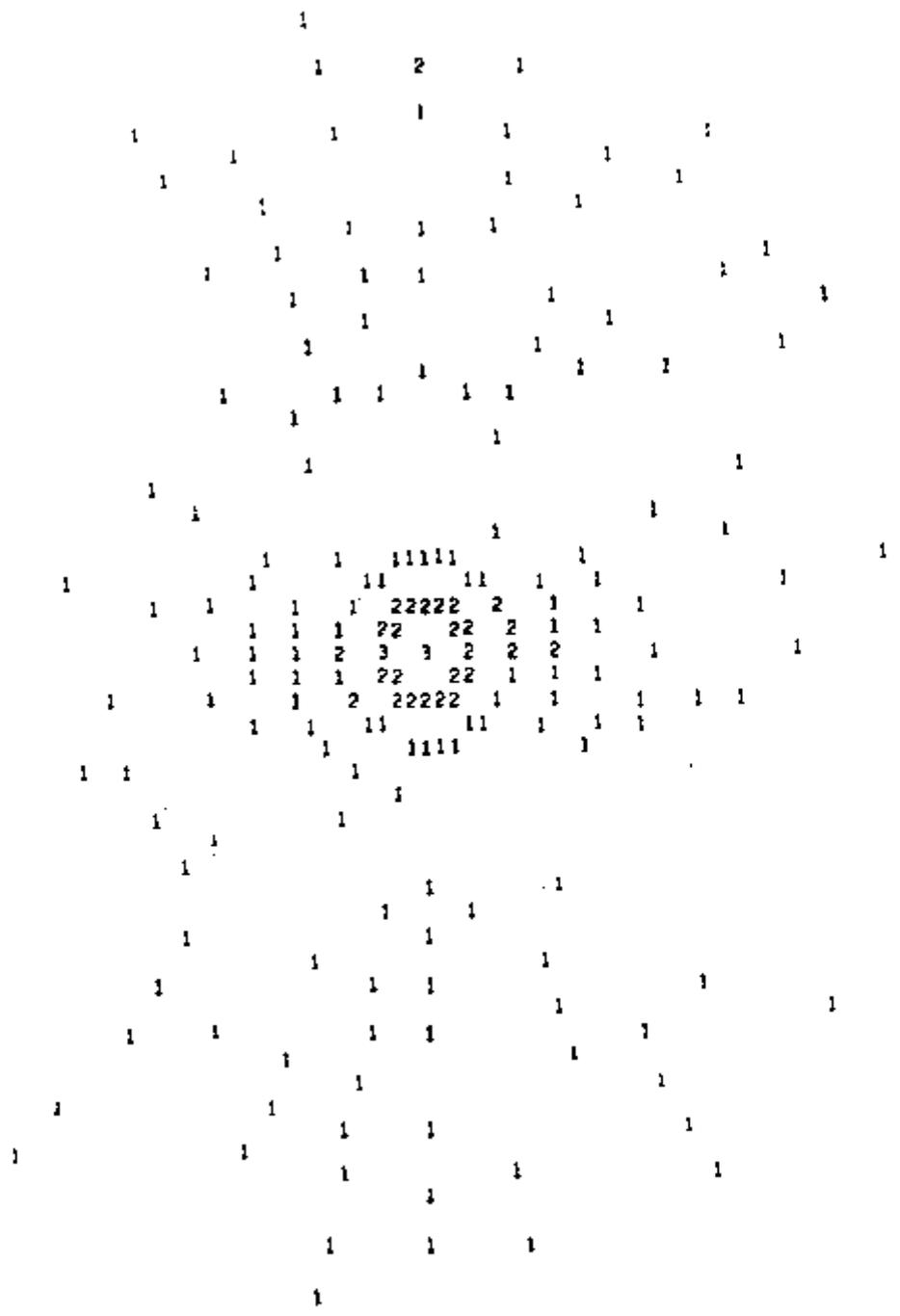


Fig. 10.1.11

ER/LF (200)

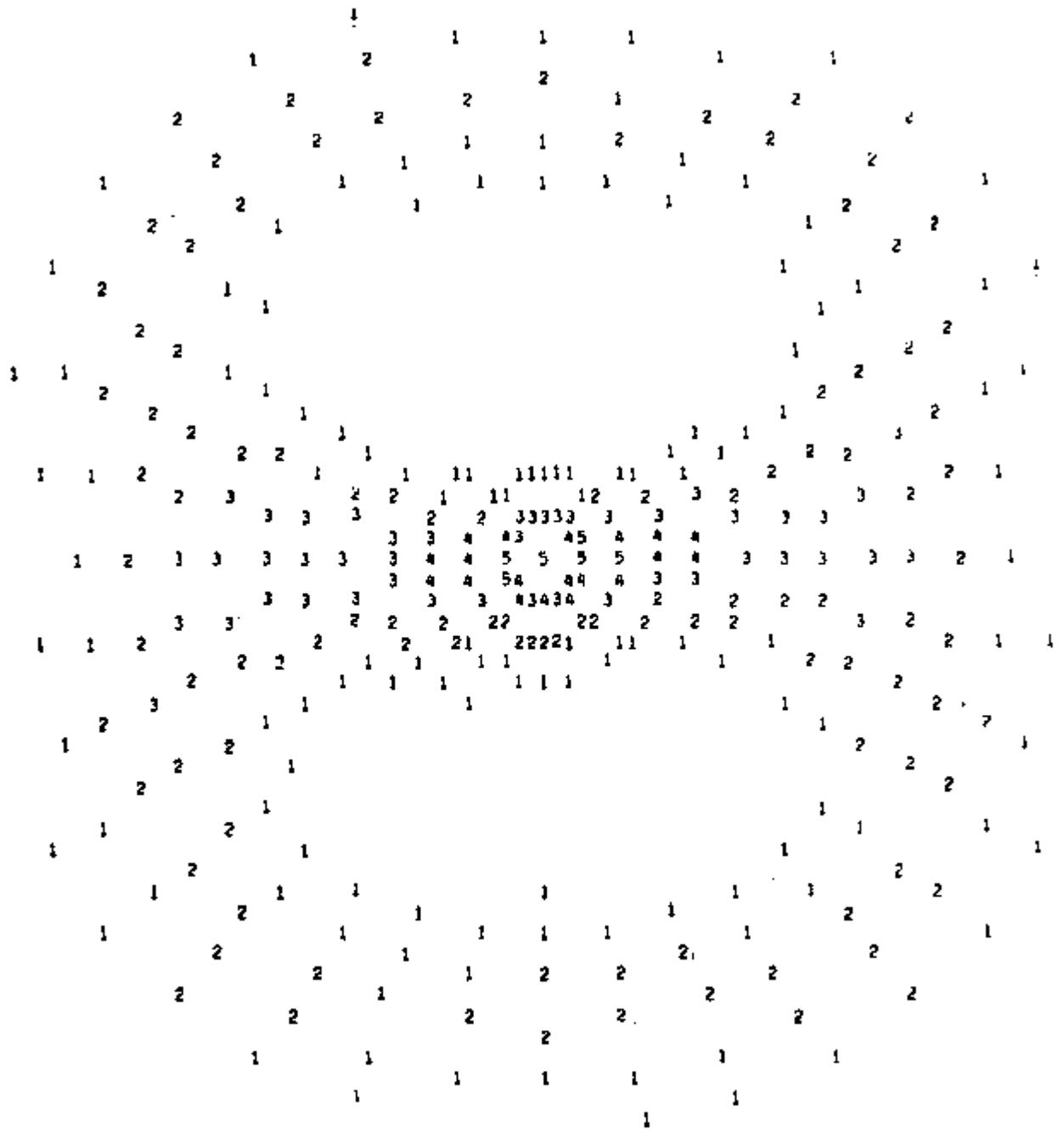


Fig. 10.2.1

ER/B-1 (200)

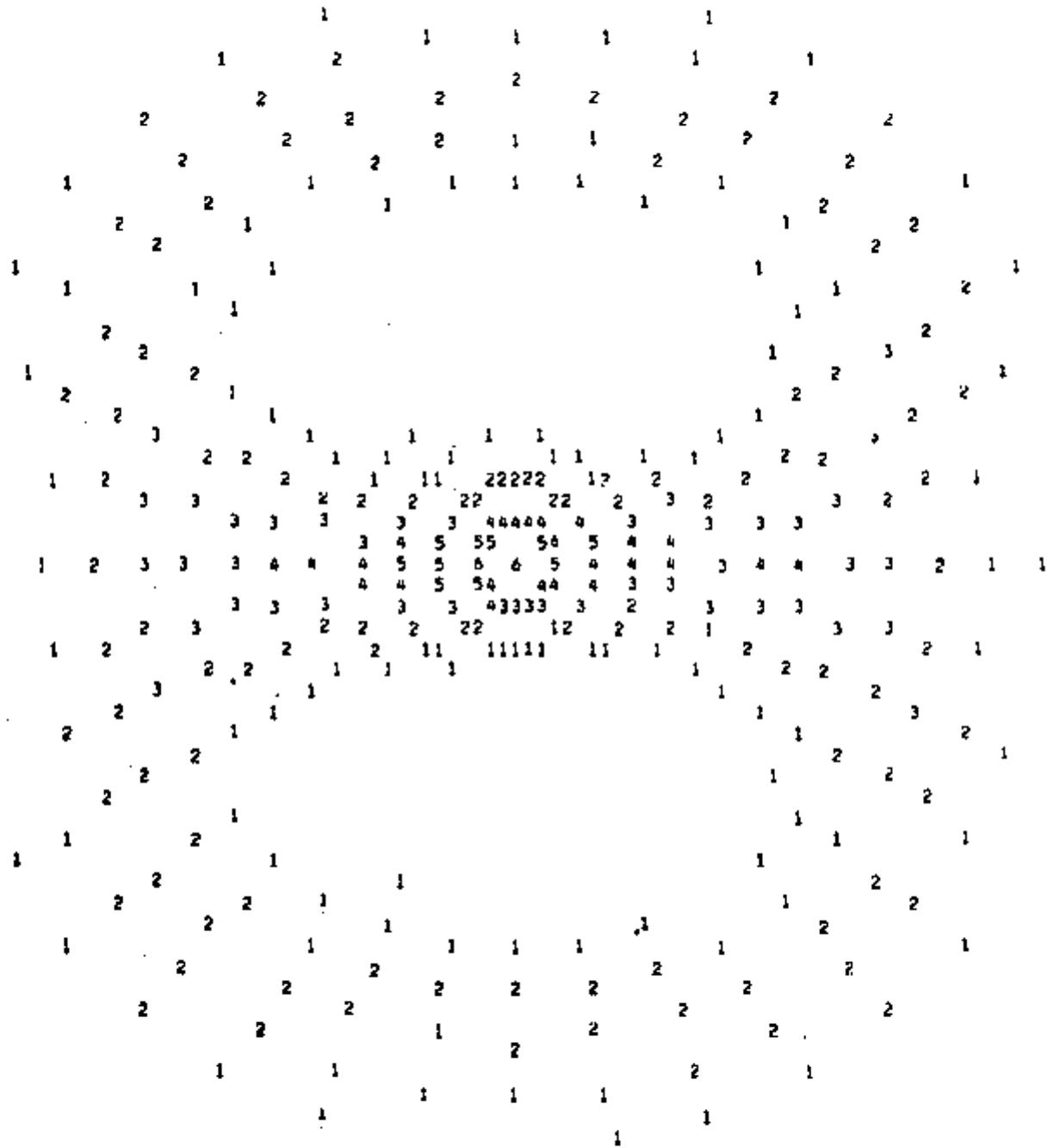


Fig. 10.2.2

ER/B-4 (200)

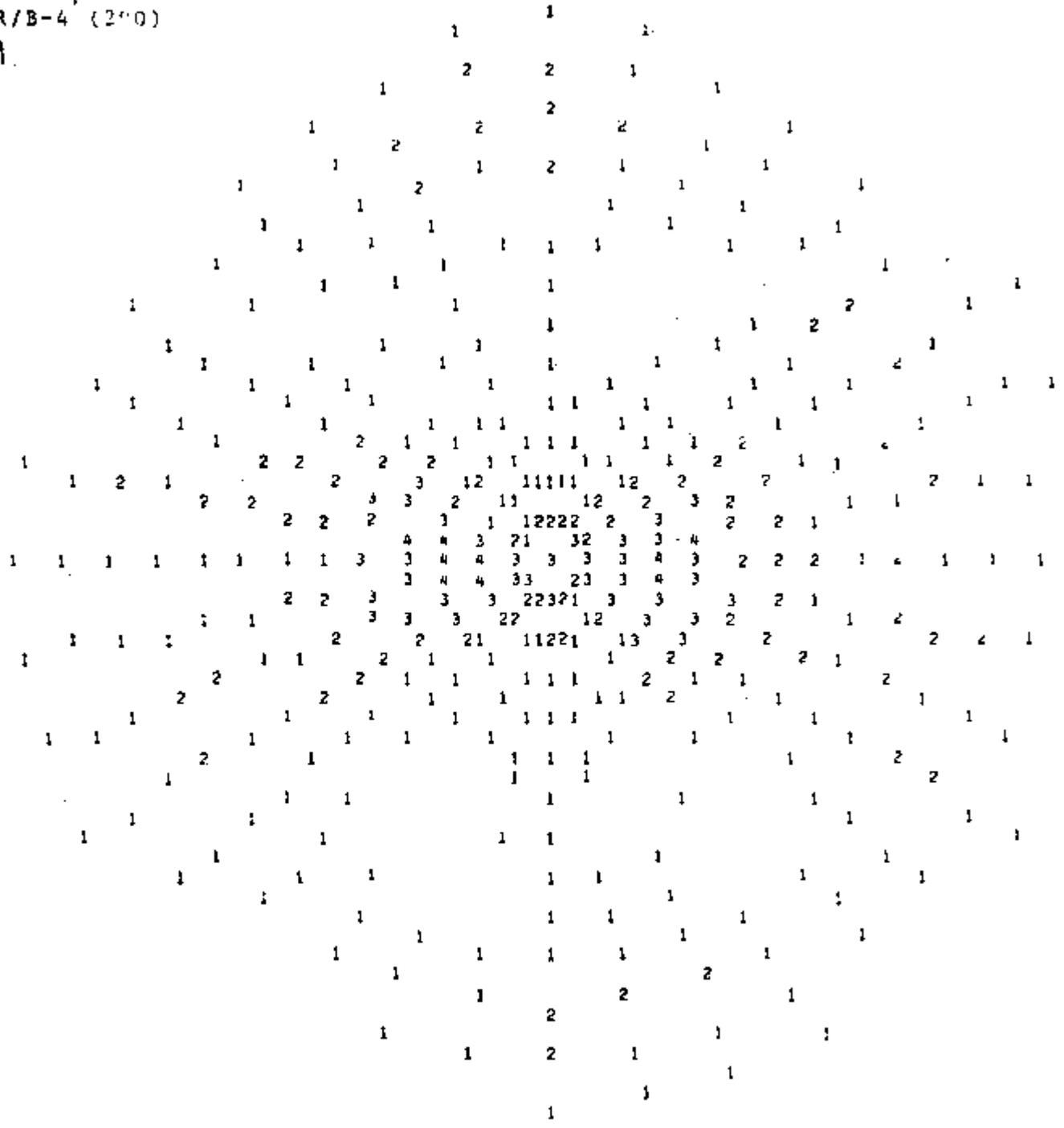


Fig. 10.2.3

ERE/LF (200)

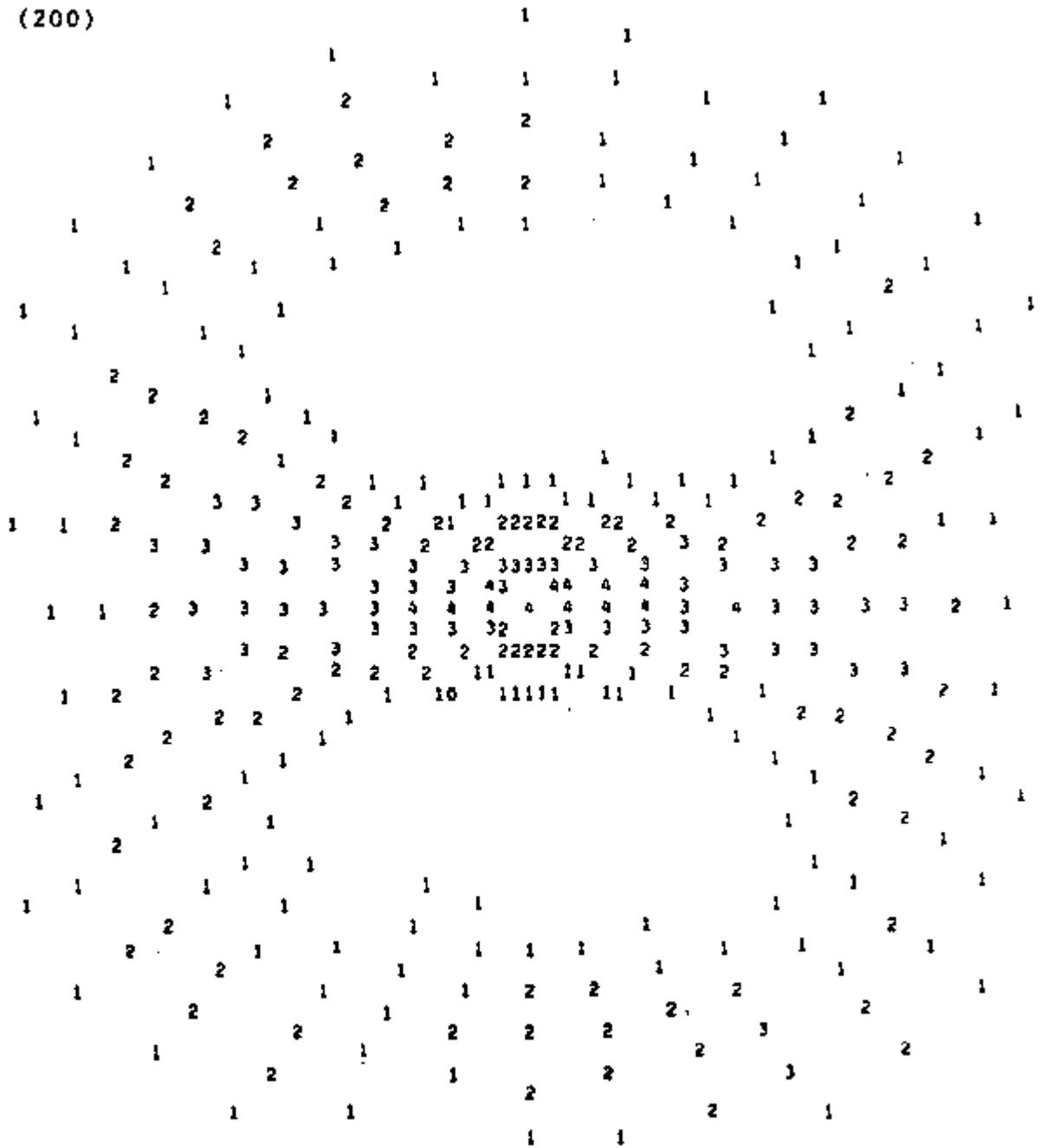


Fig. 10.2.4

ERE/B-1 (200)

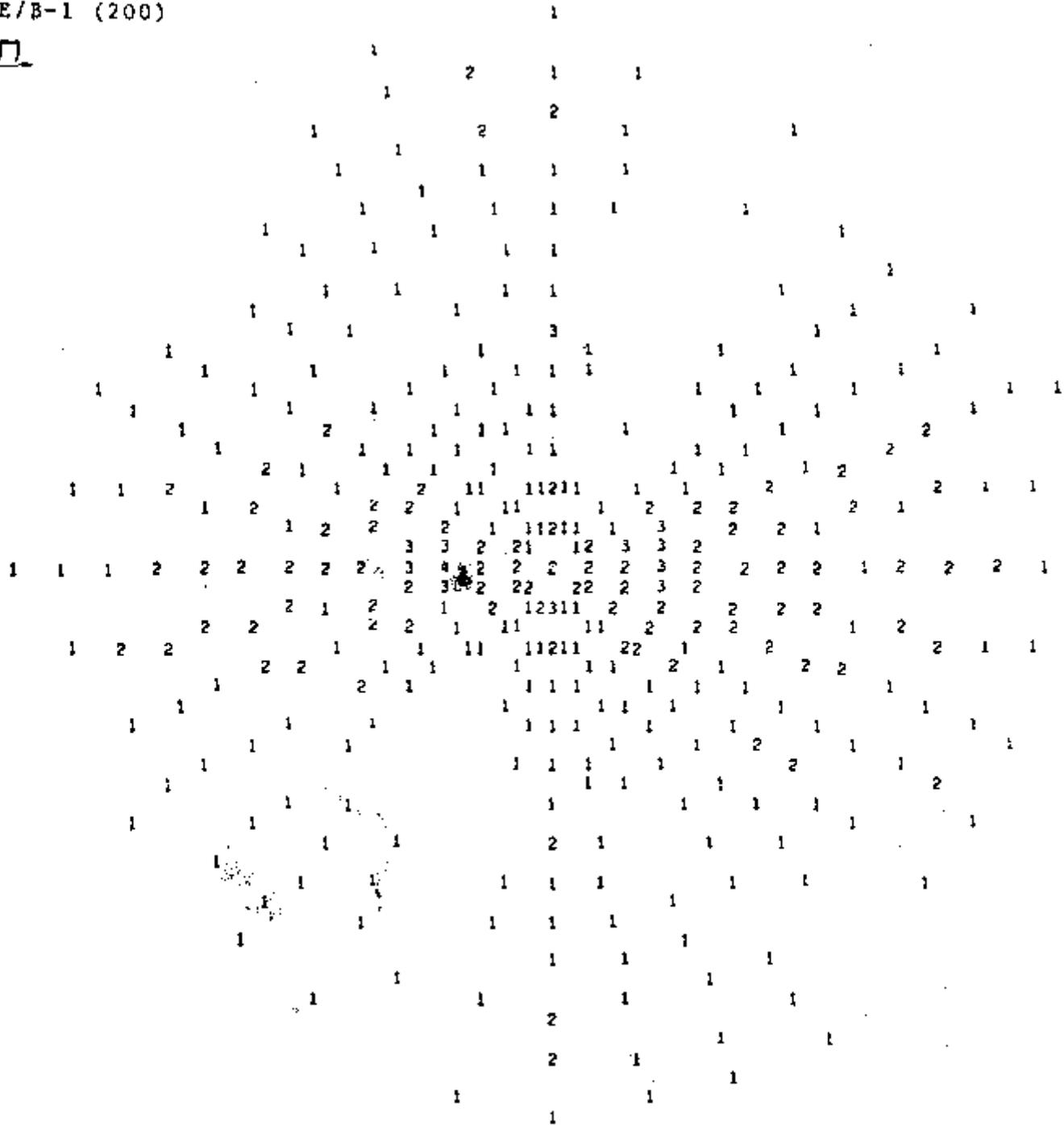


Fig. 10.2.5

ERE/B-4 (200)

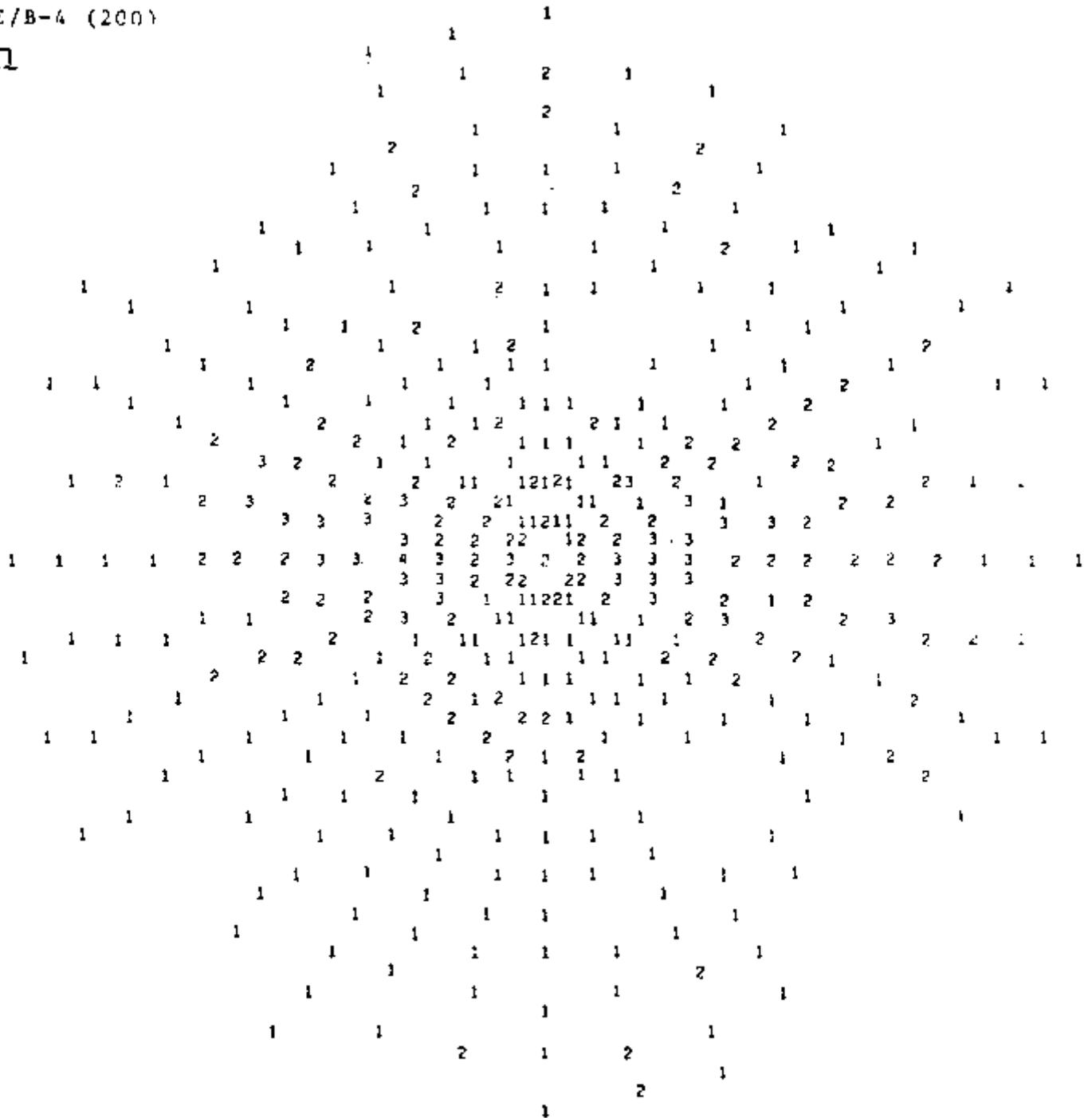


Fig. 10.2.6

EF/LF (200)

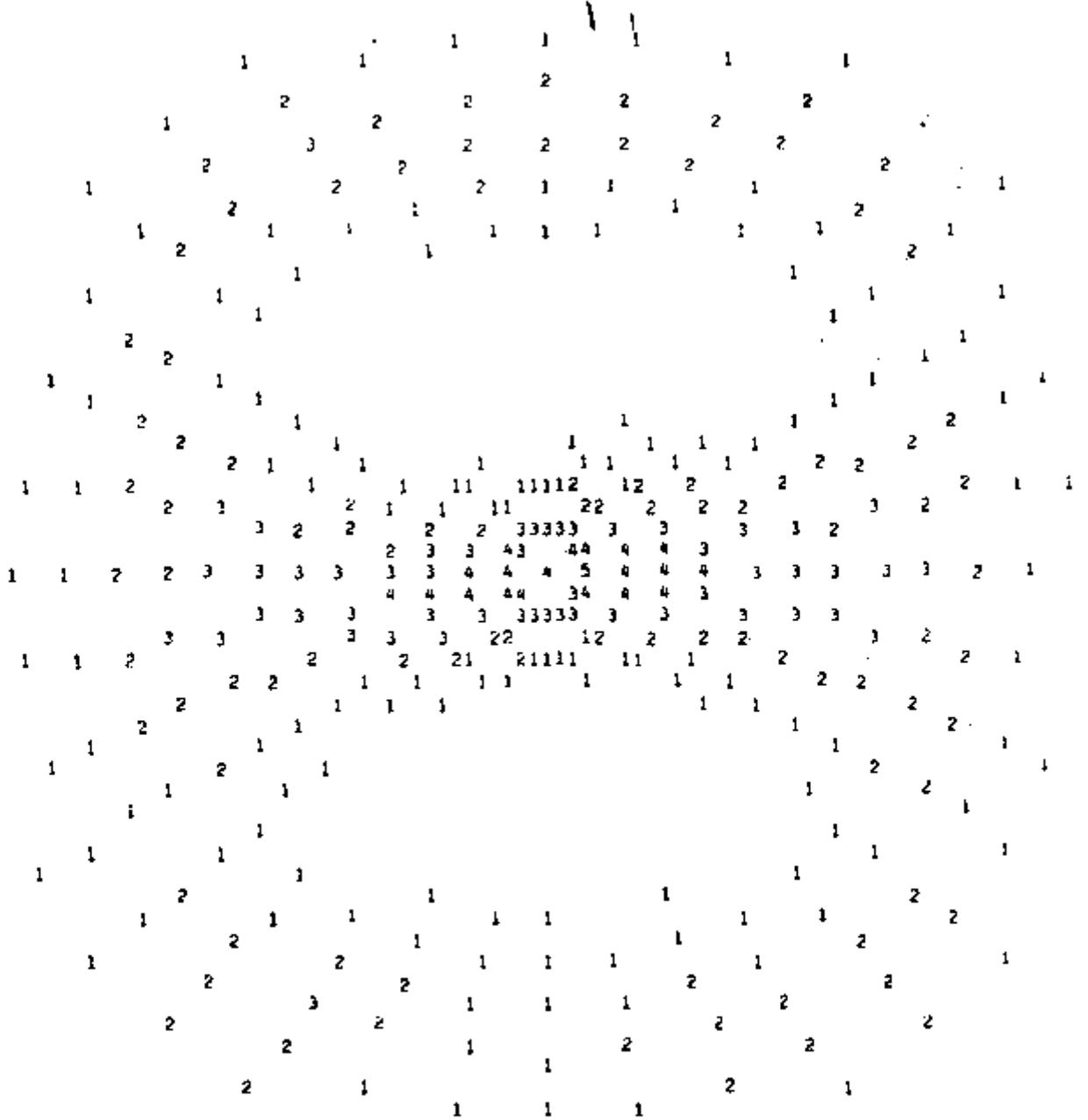


Fig. 10.2.7

EF/B-1 (200)

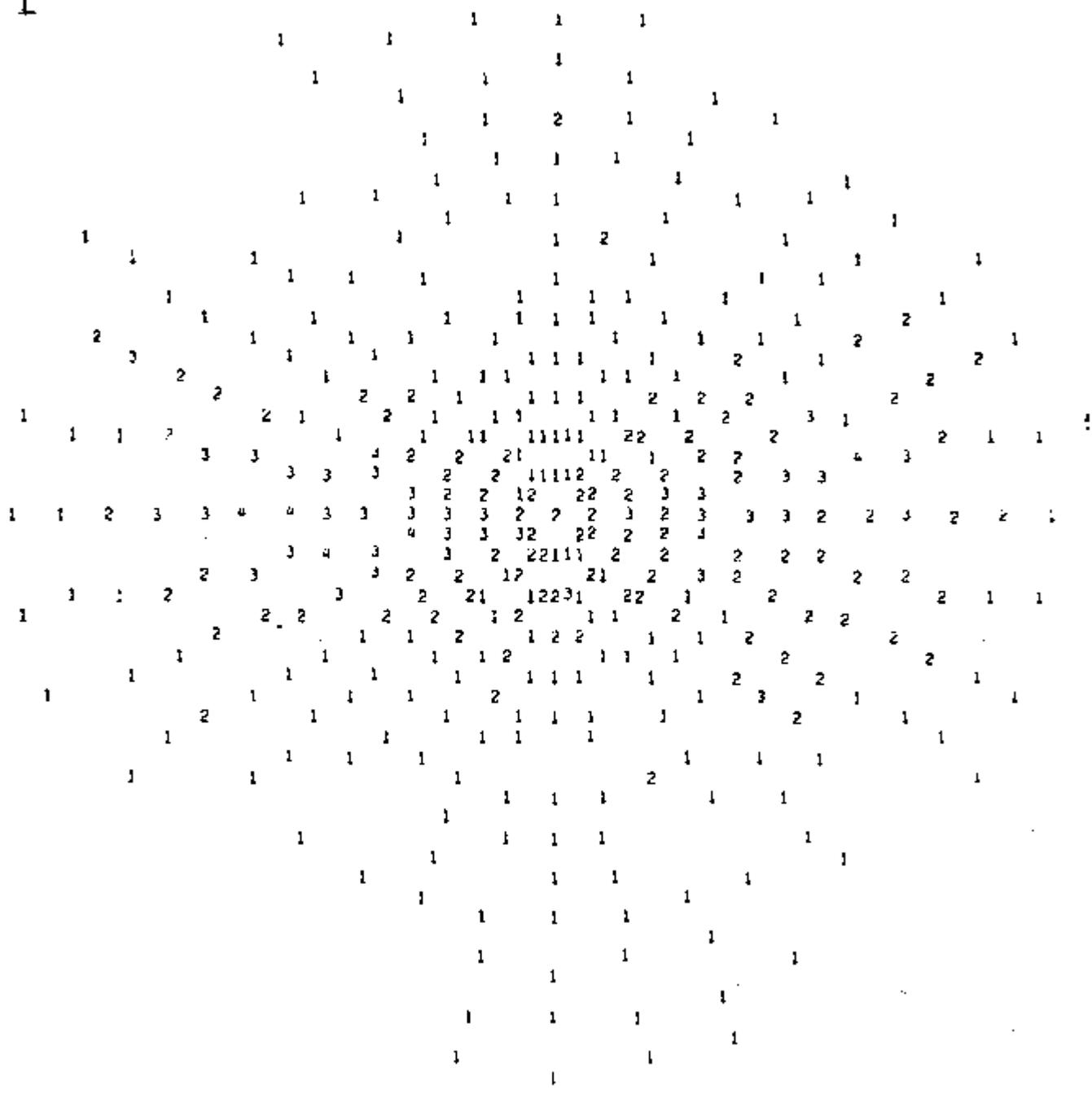


Fig. 10.2.8

EF/B-4 (200)

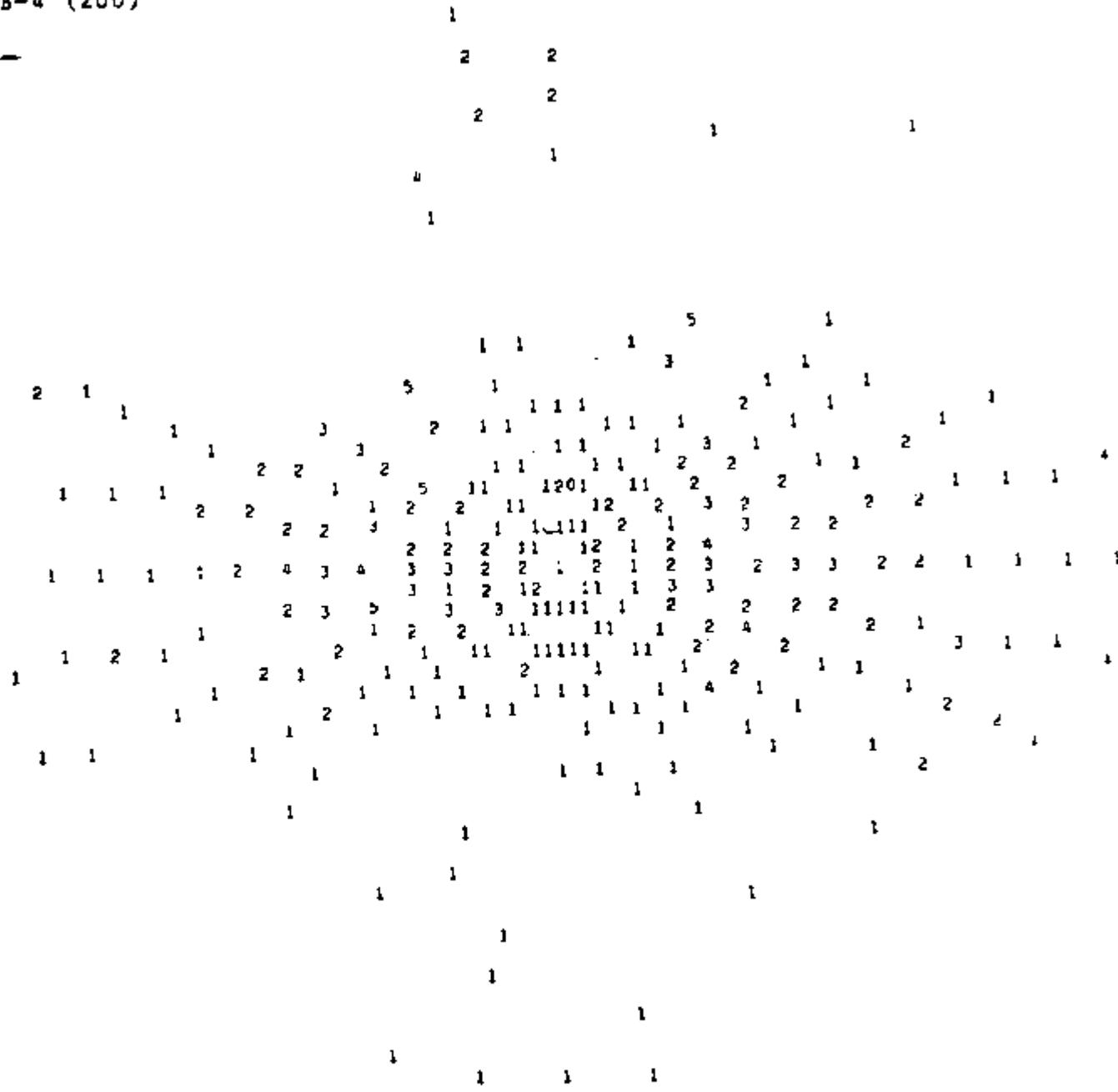


Fig. 10.2.9

STP/LF (200)

X

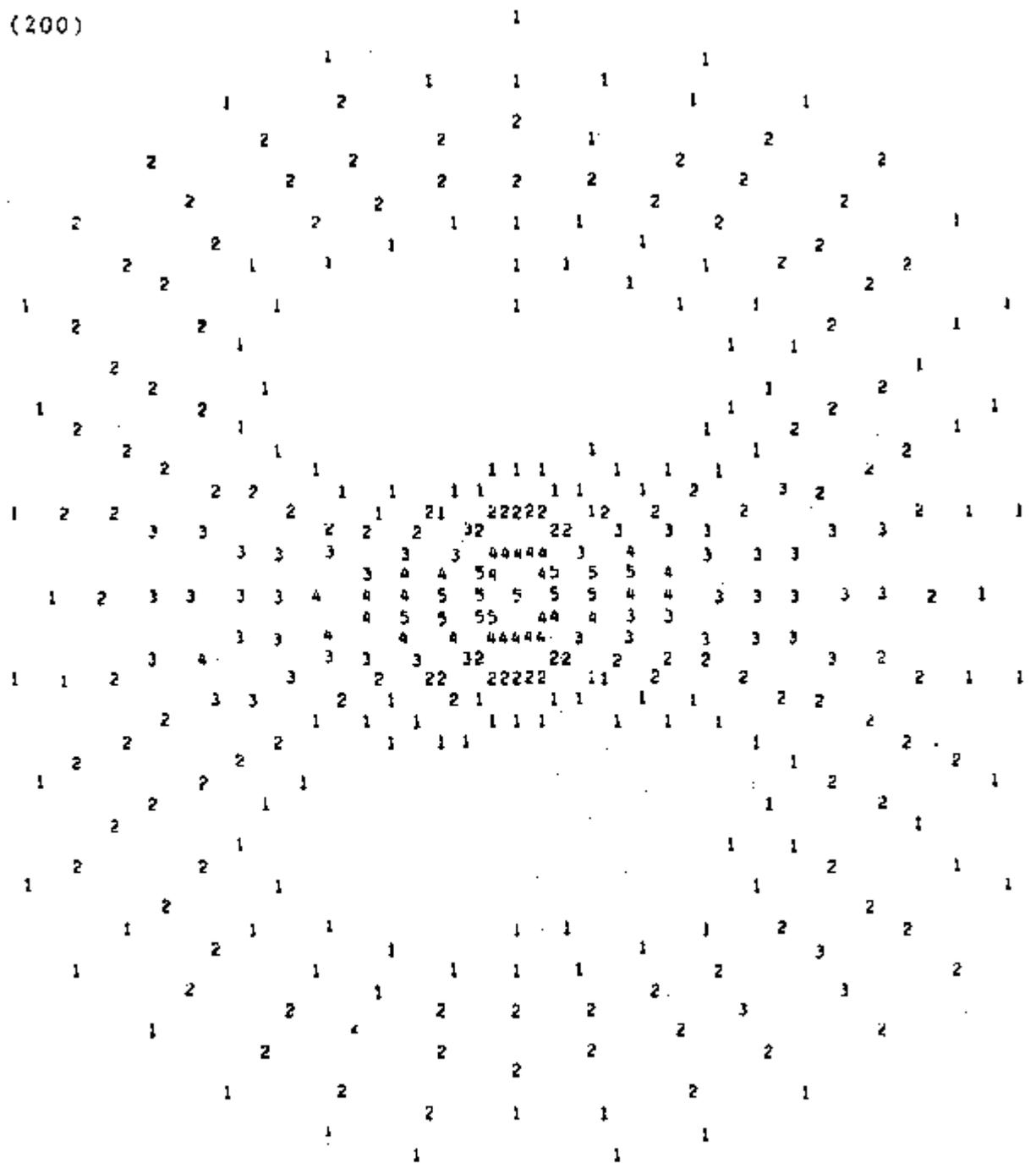


Fig. 10.2.10

STP/B-1 (200)

X

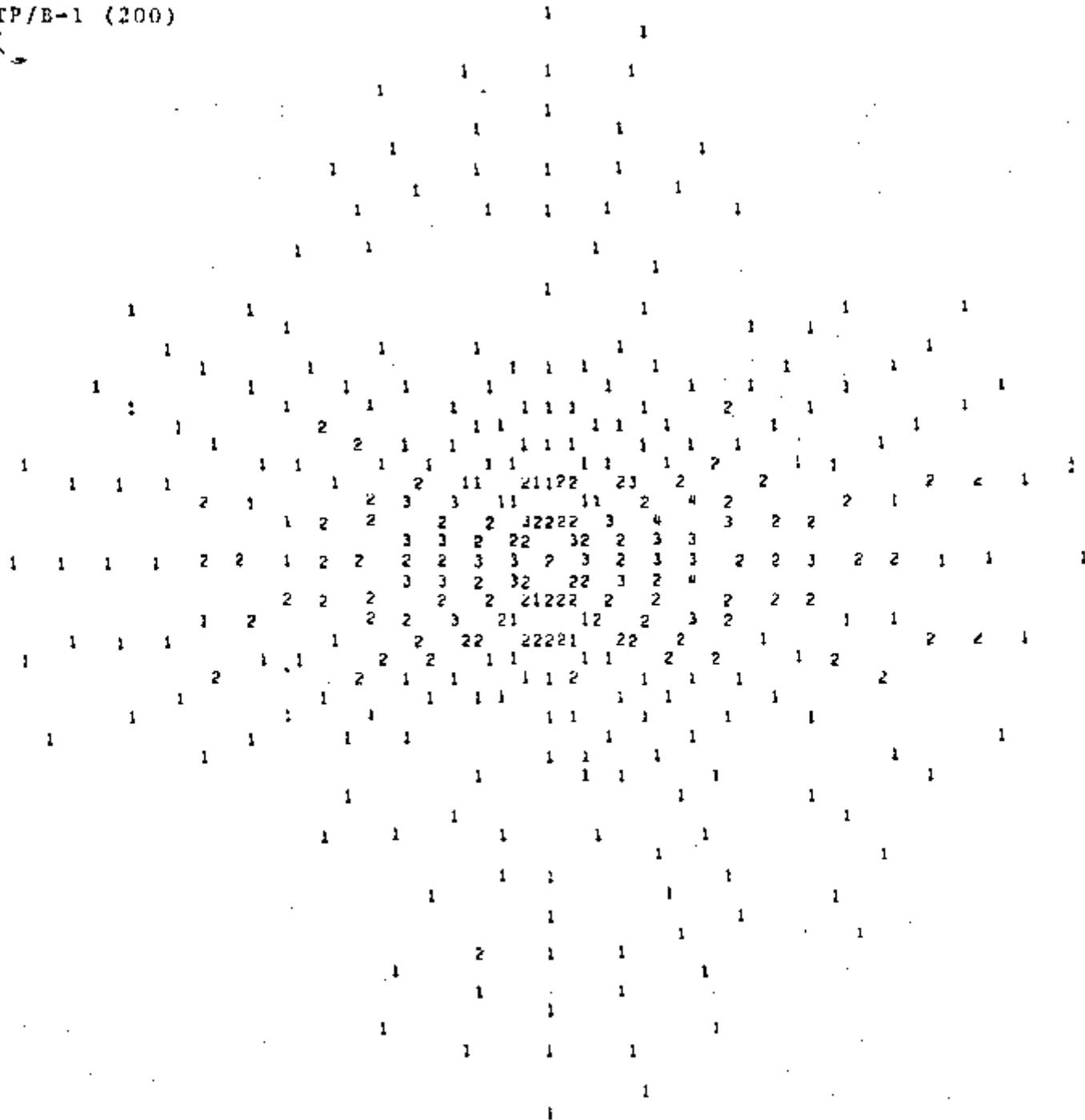


FIG. 10.2.11

ER/LF (220)

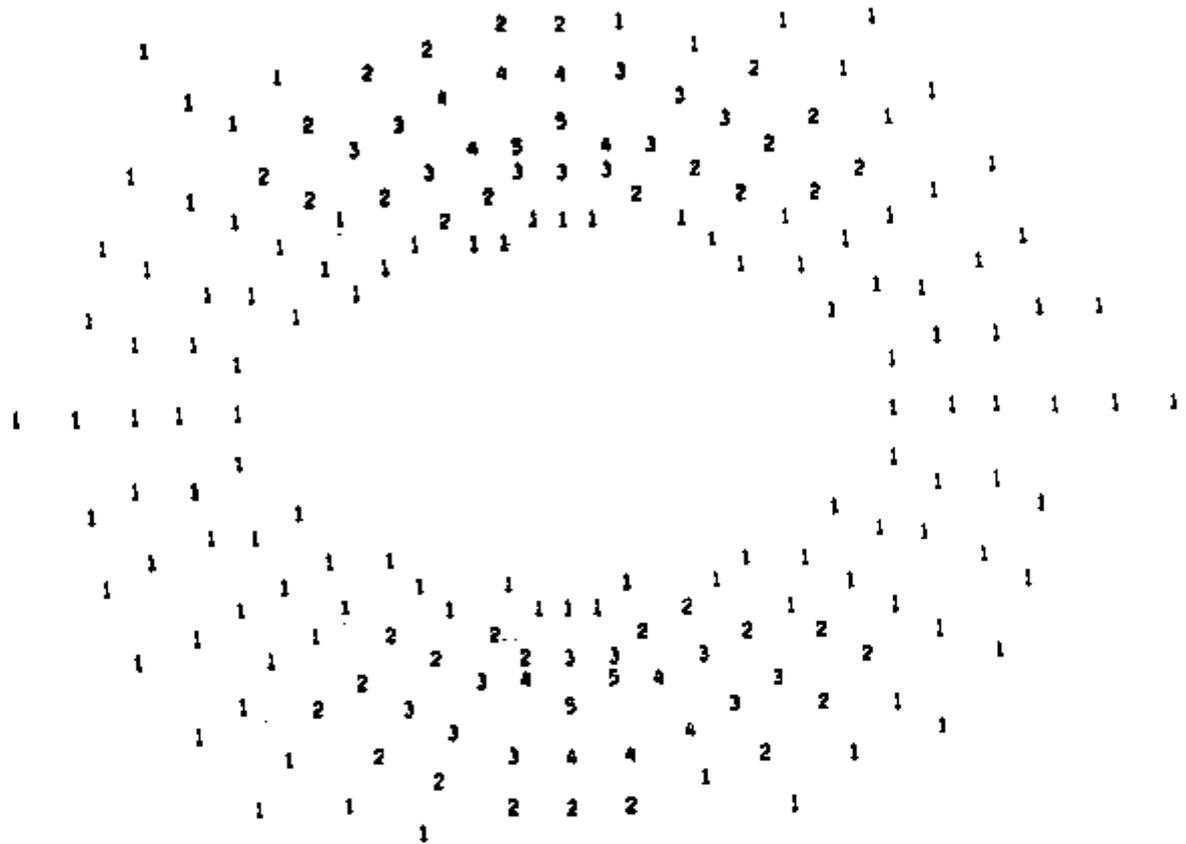


Fig. 10.3.1

ER/B-4 (220)

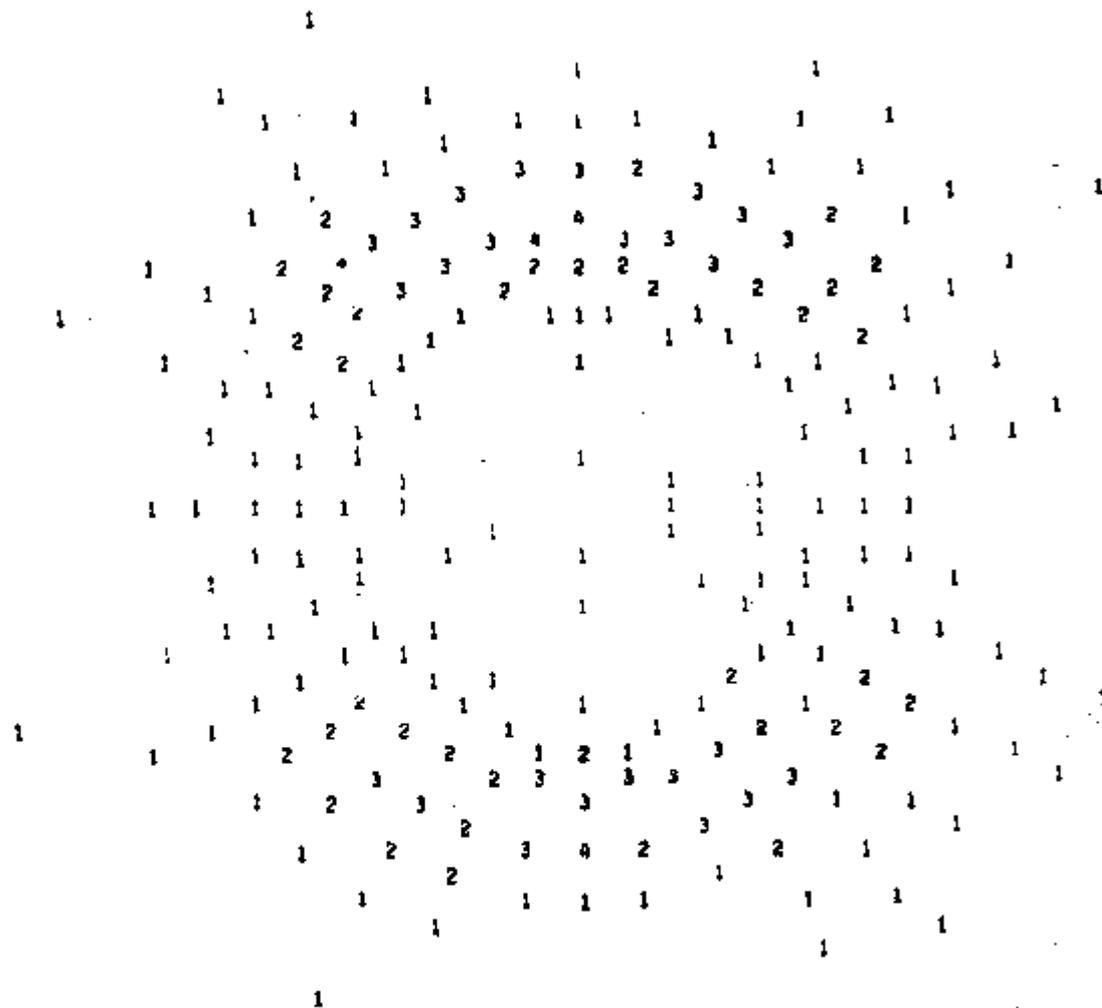


Fig. 10.3.3

ERE/LF (220)

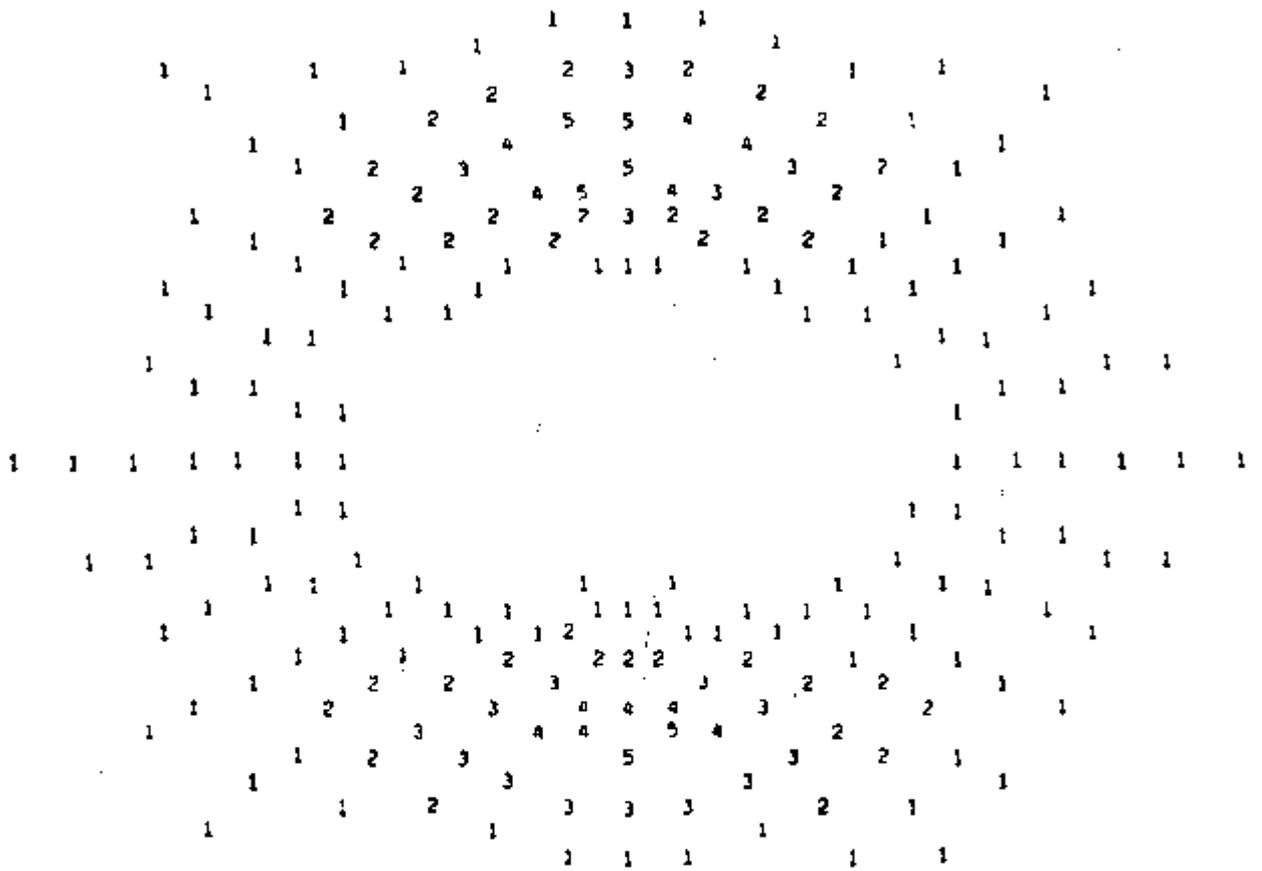


Fig. 10.3.4

ERE/B-1 (220)

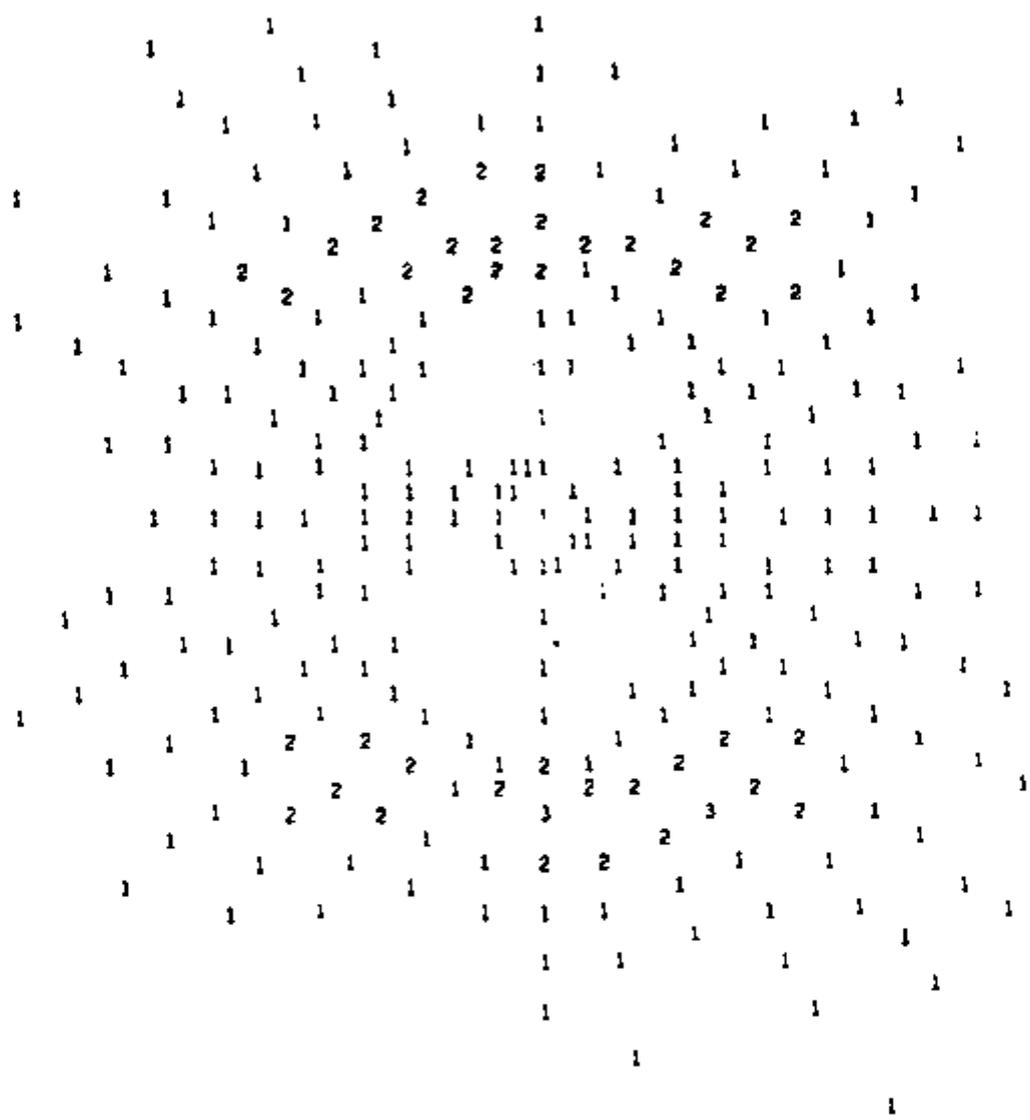


Fig. 10.3.5

ERE/B-4(220)

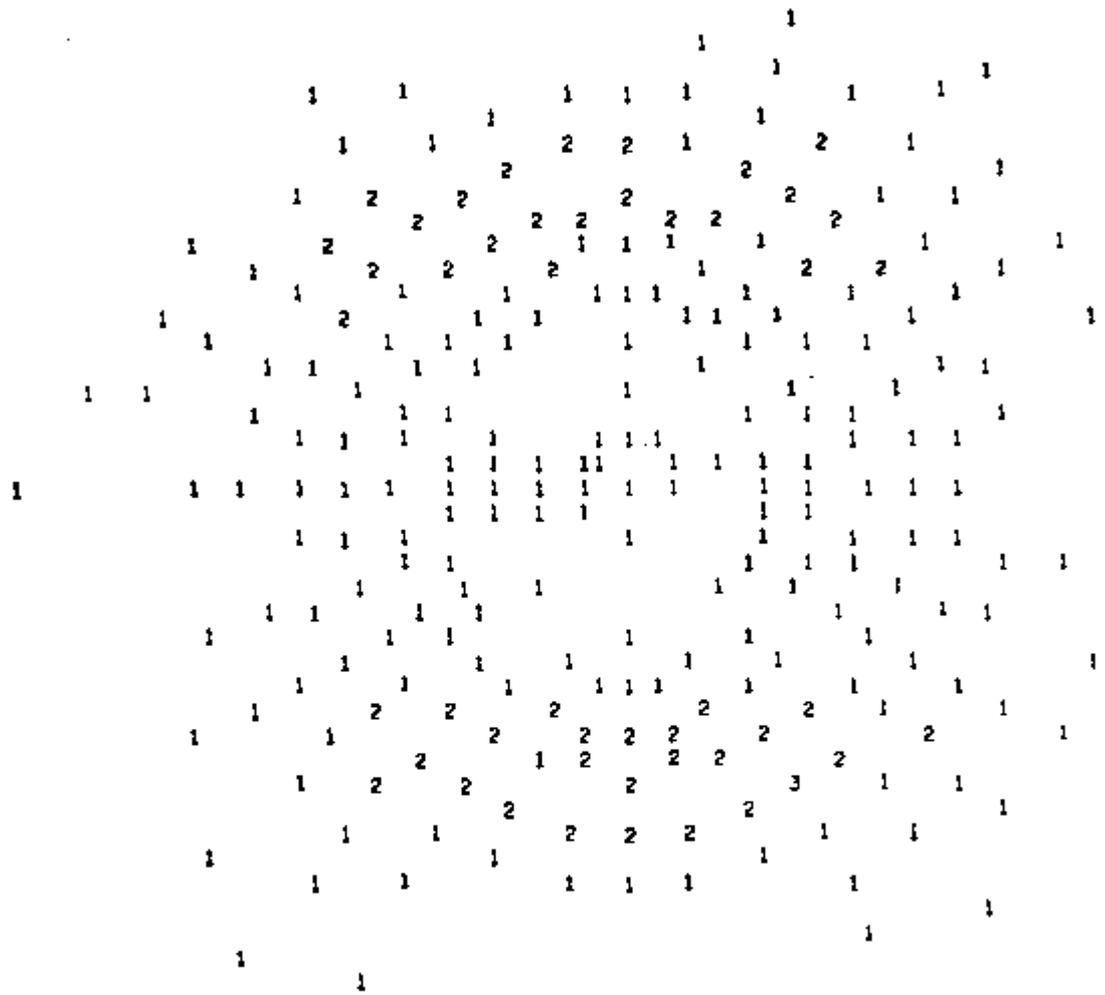
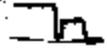


Fig. 10.3.6

89

EF/B-1 (220)

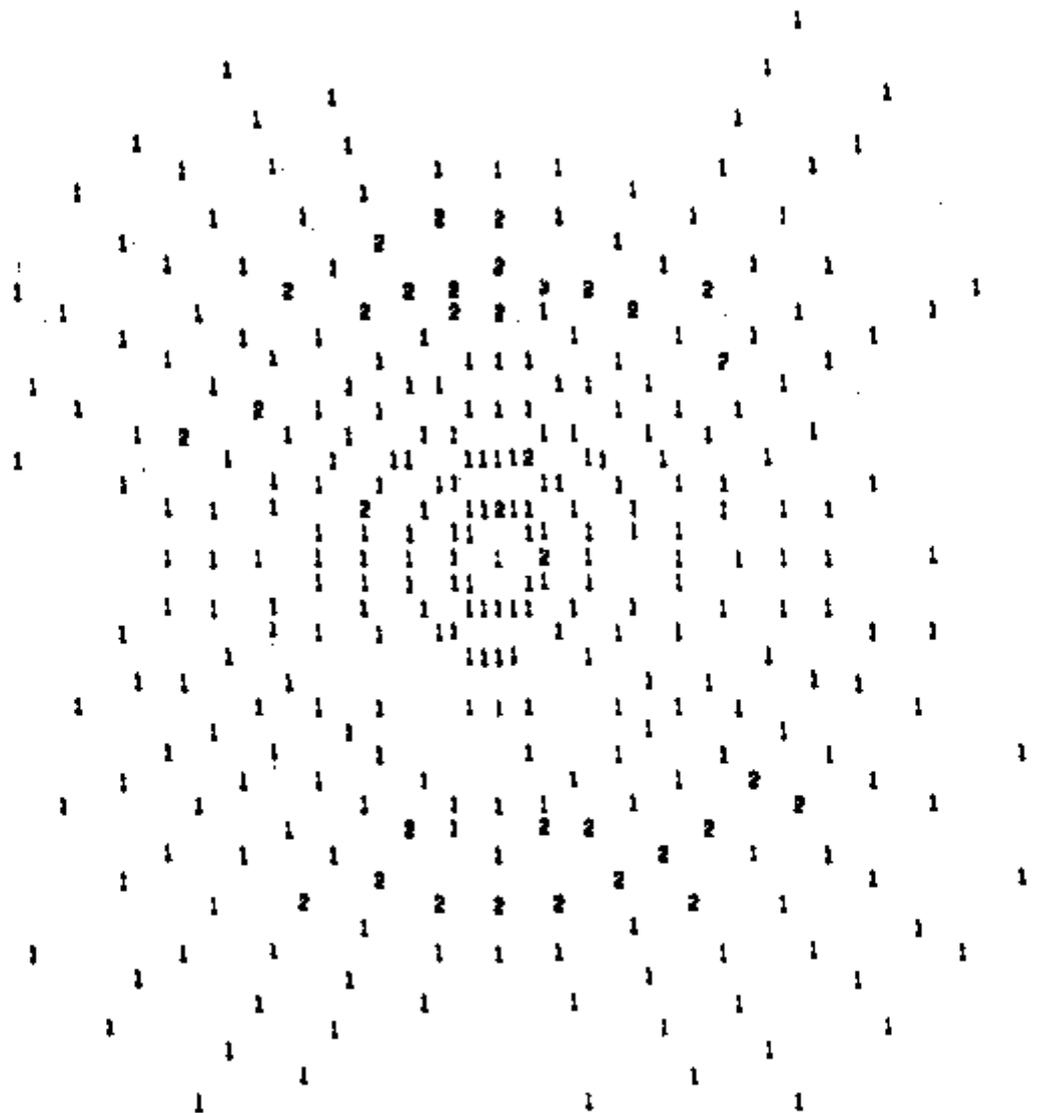


Fig. 10.3.8

EF/B-4 (220)

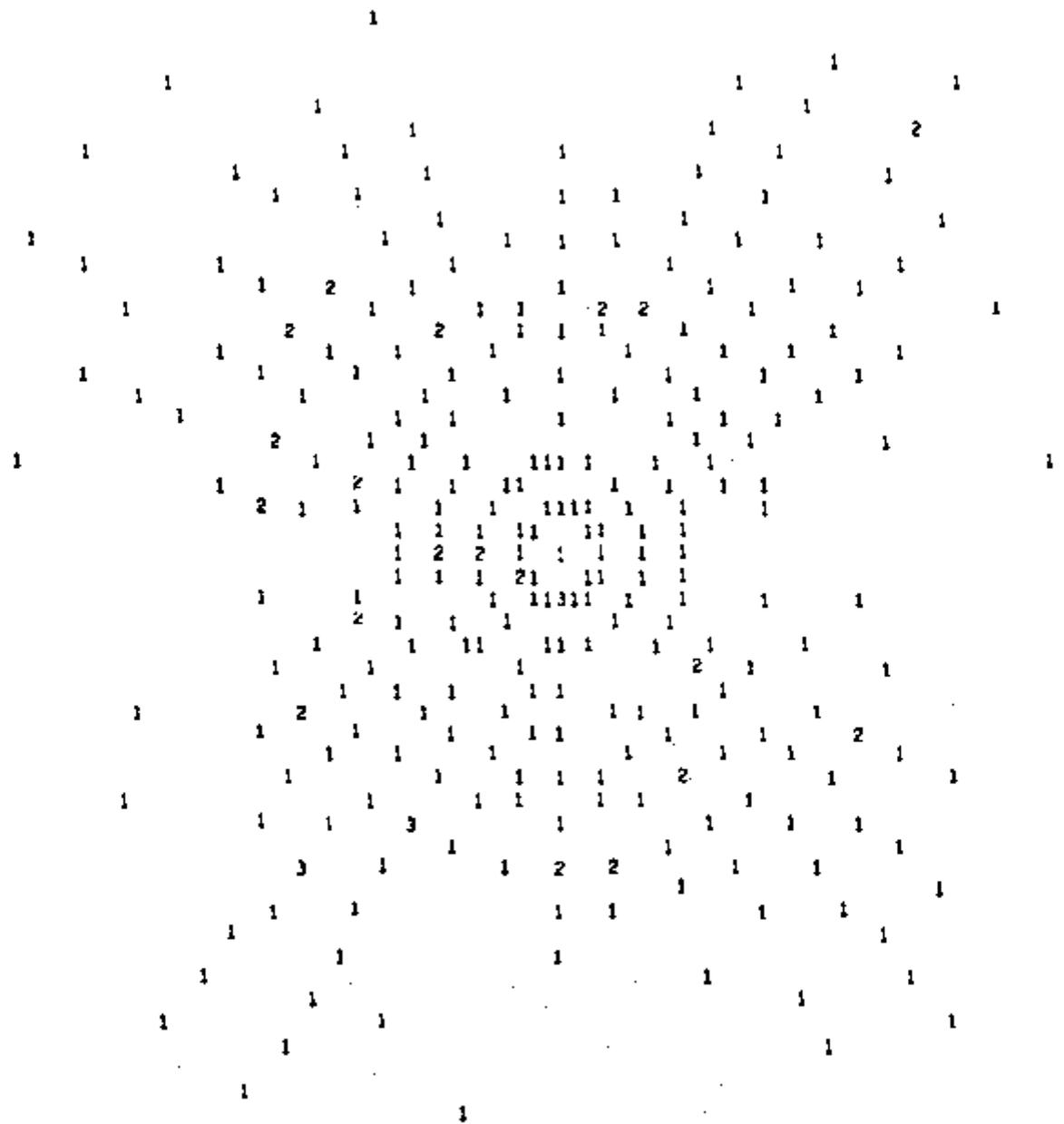


Fig. 10.3.4

STP/LF (220)

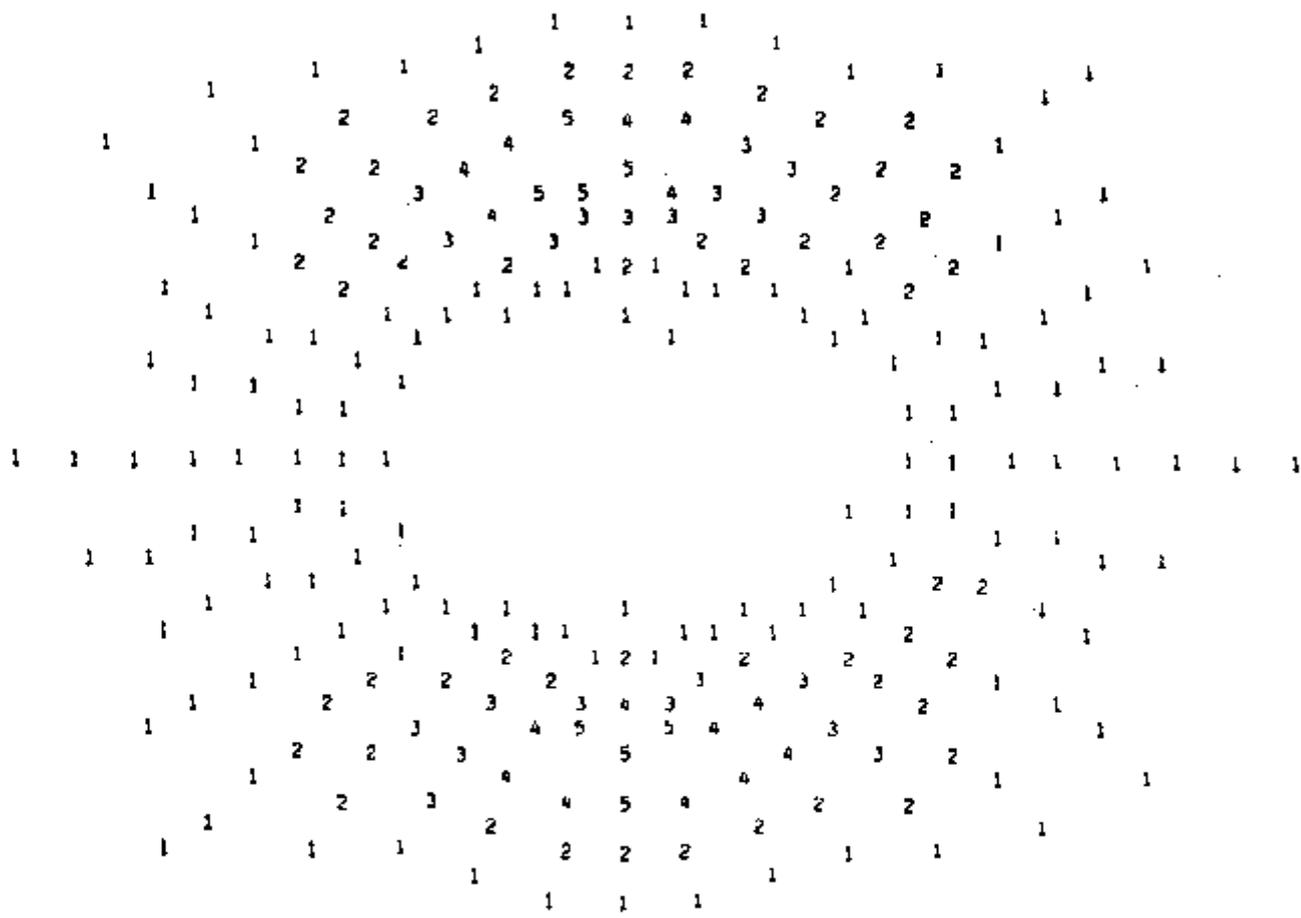


Fig. 10.3.10

STP/B-1 (220)

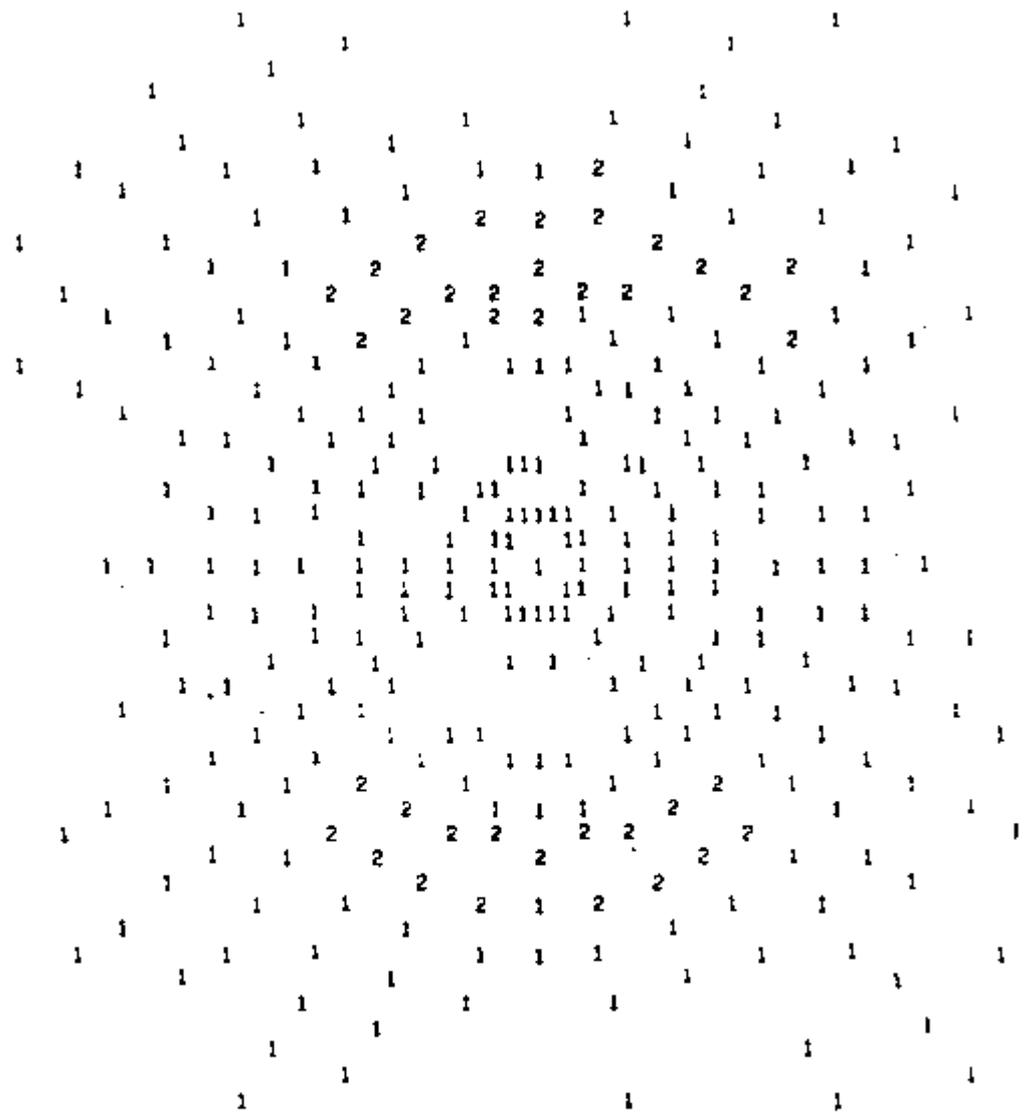


Fig. 10.2.11

STP/B-4 (220)

X
→

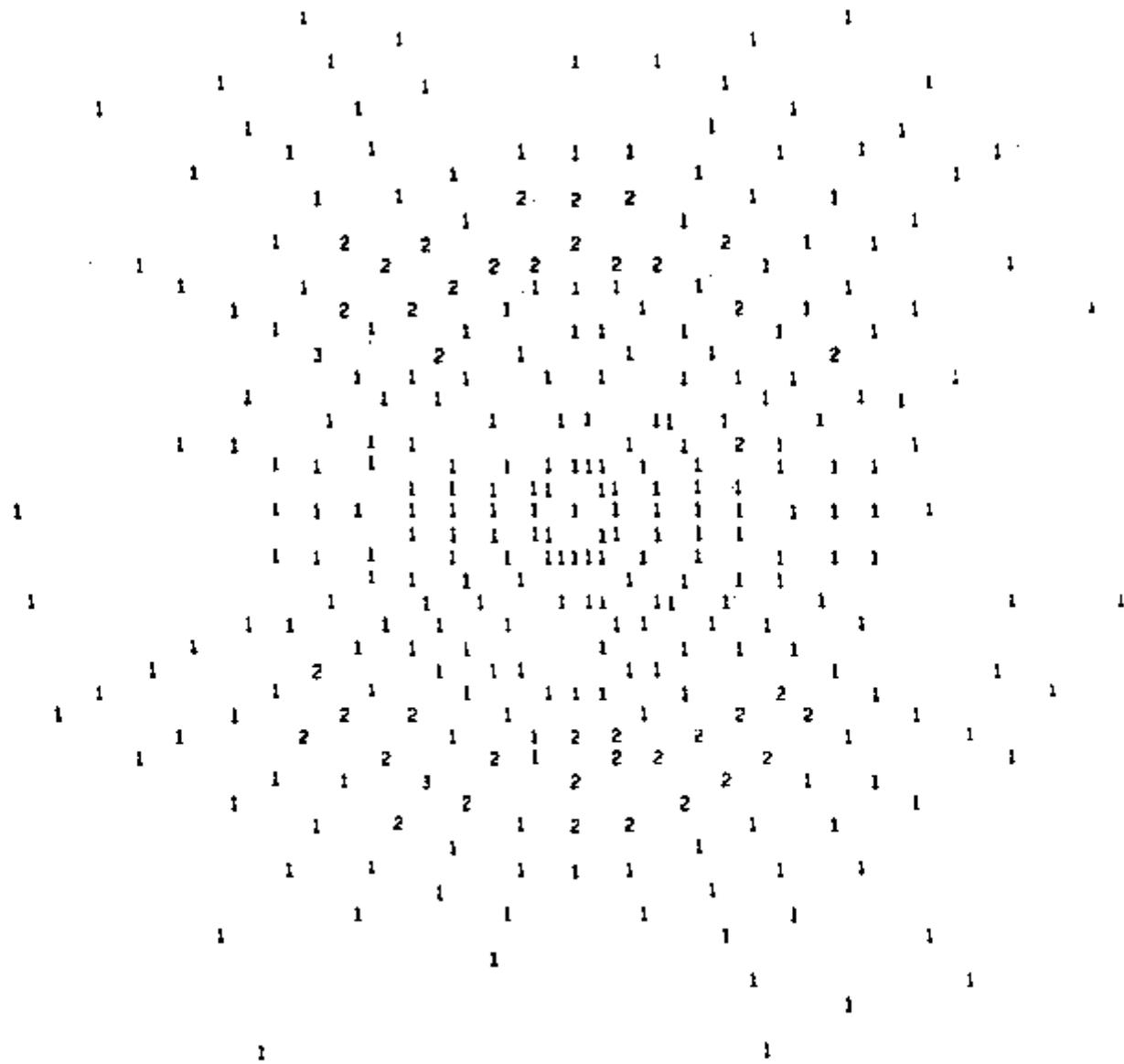


Fig. 10.3.12

22
BY/LF (222)
09.4

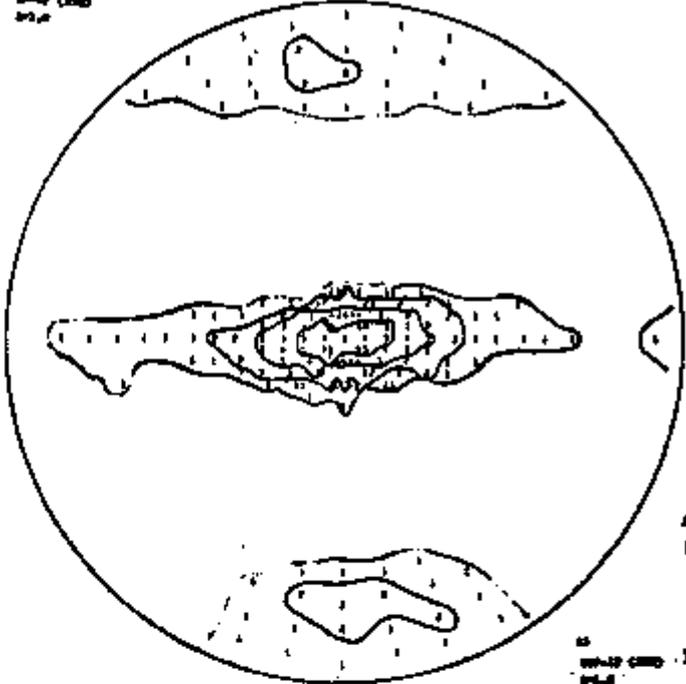


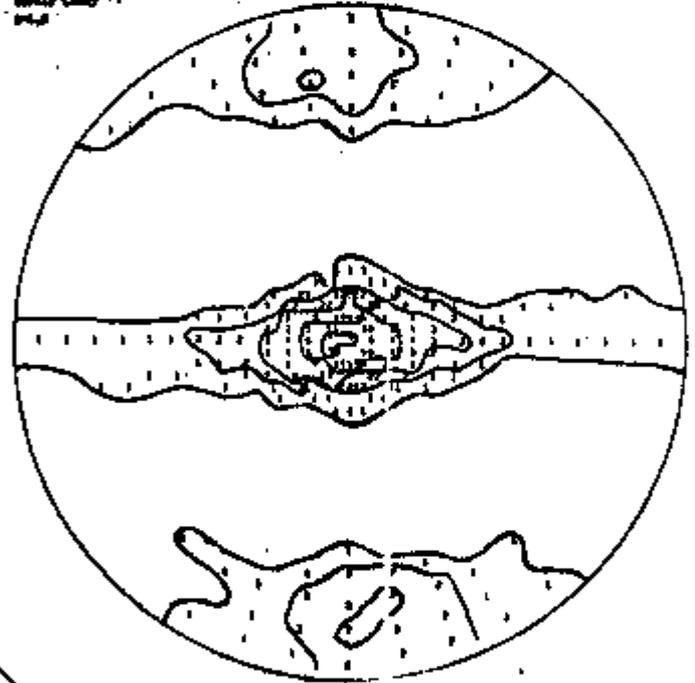
Fig. 10.4.1

BY/LF (222)



22
BY/LF (222)
09.4

Fig. 10.4.2



STP/LF (222)



22
STP/LF (222)
09.4

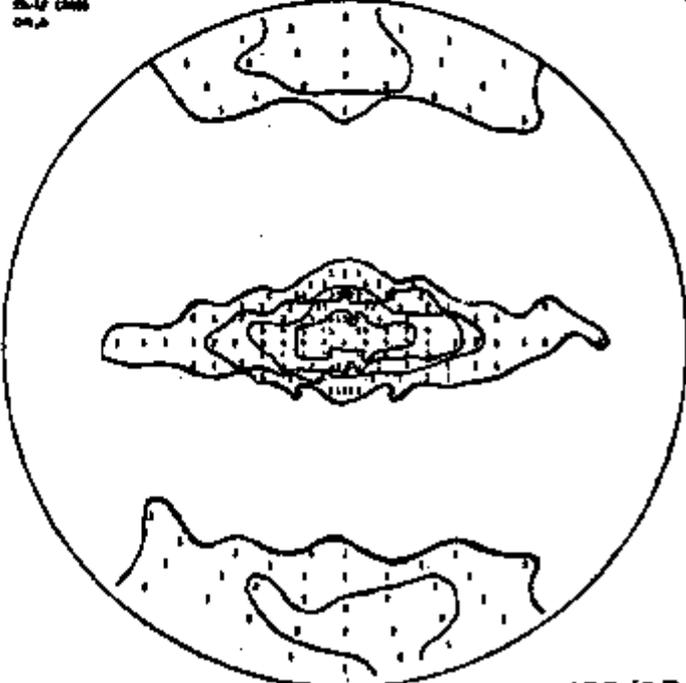
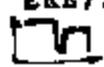


Fig. 10.4.1

ERE/LF (222)



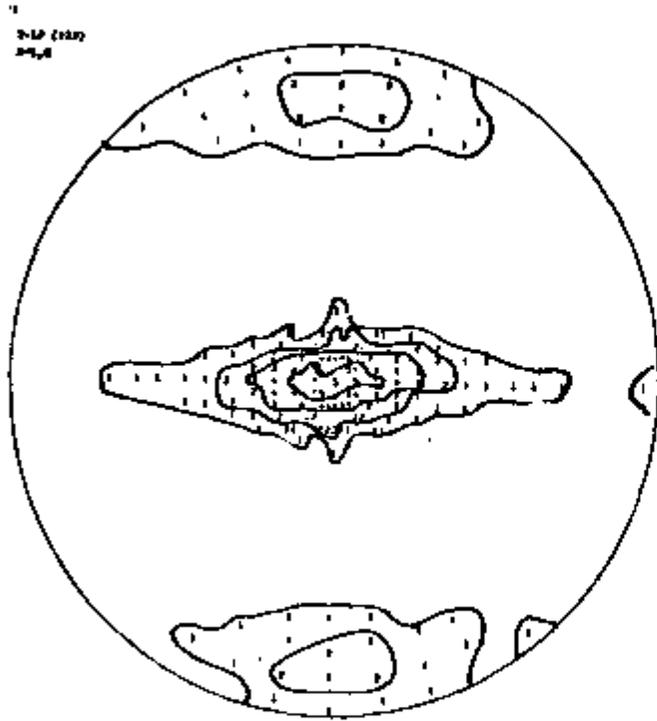
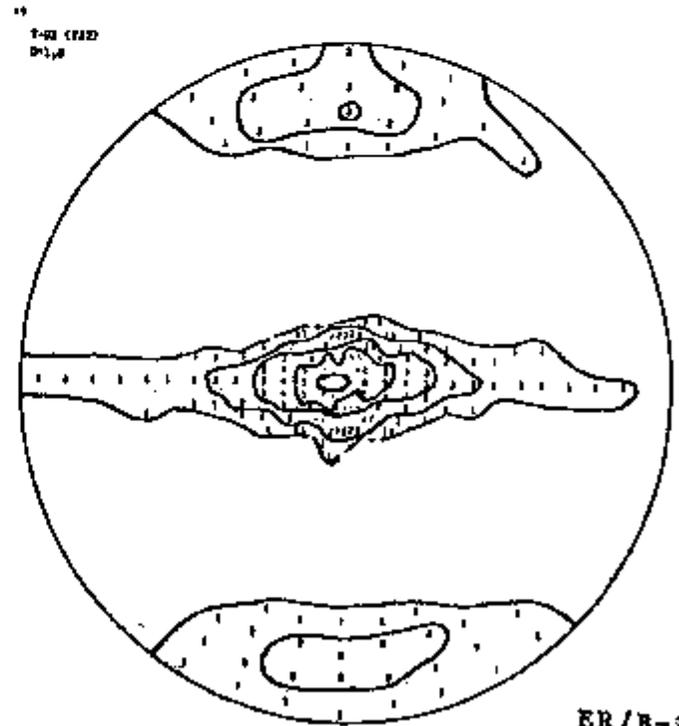


Fig. 10.5.1

ER/LF (222)



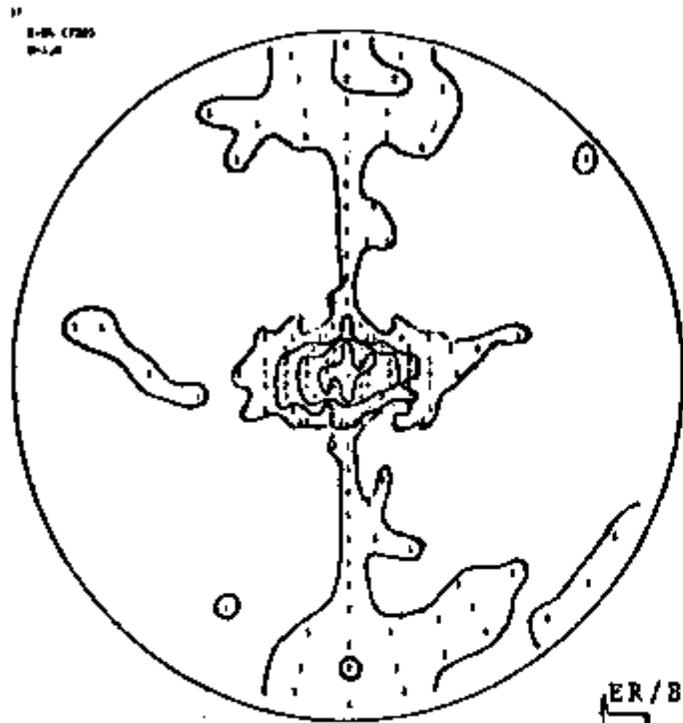
Fig. 10.5.2



ER/B-1 (222)



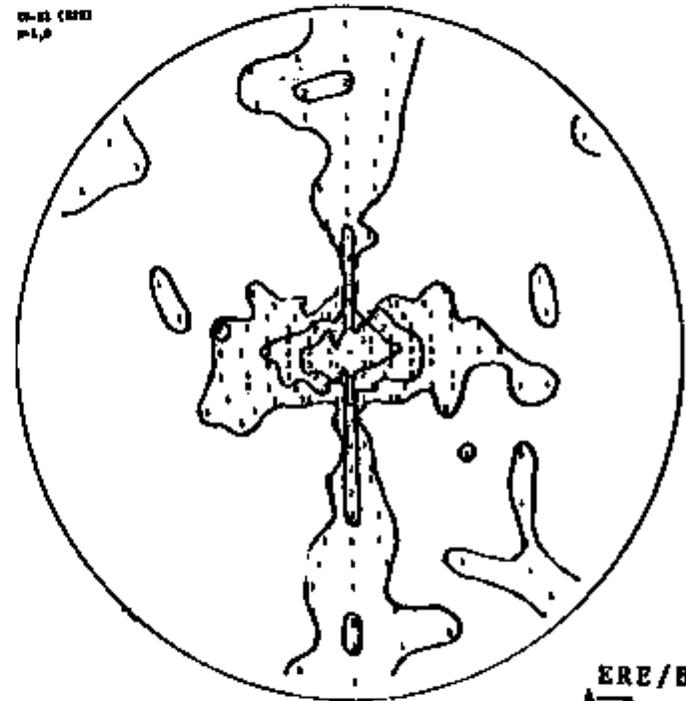
Fig.10.6.1



ER/B-4 (222)



18
E-27 (222)
P1,2



ERE/B-1 (222)

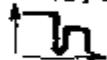
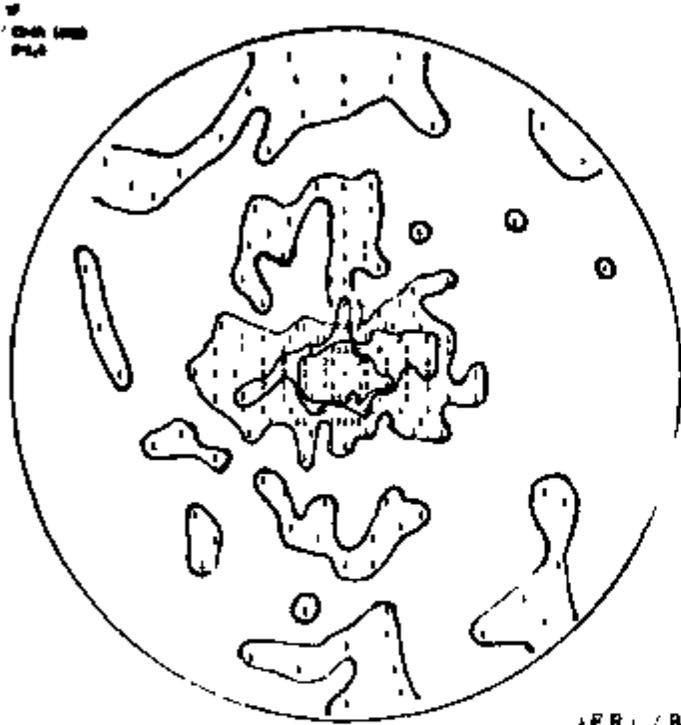


Fig.10.6.2



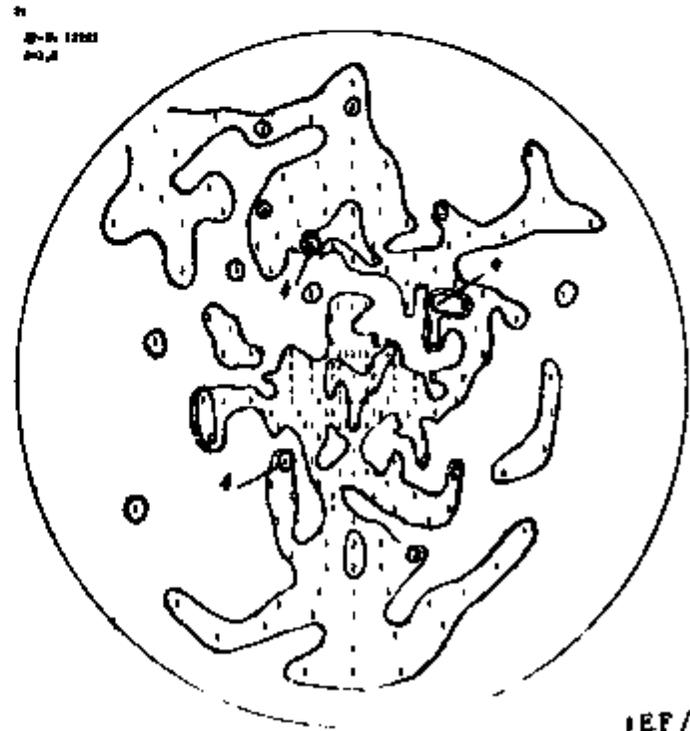
1
2
3

REF/B-4 (222)

h

FIG. 10.7.1

Fig. 10.7.2



2
3-4 1233
20.4

REF/B-4 (222)

h

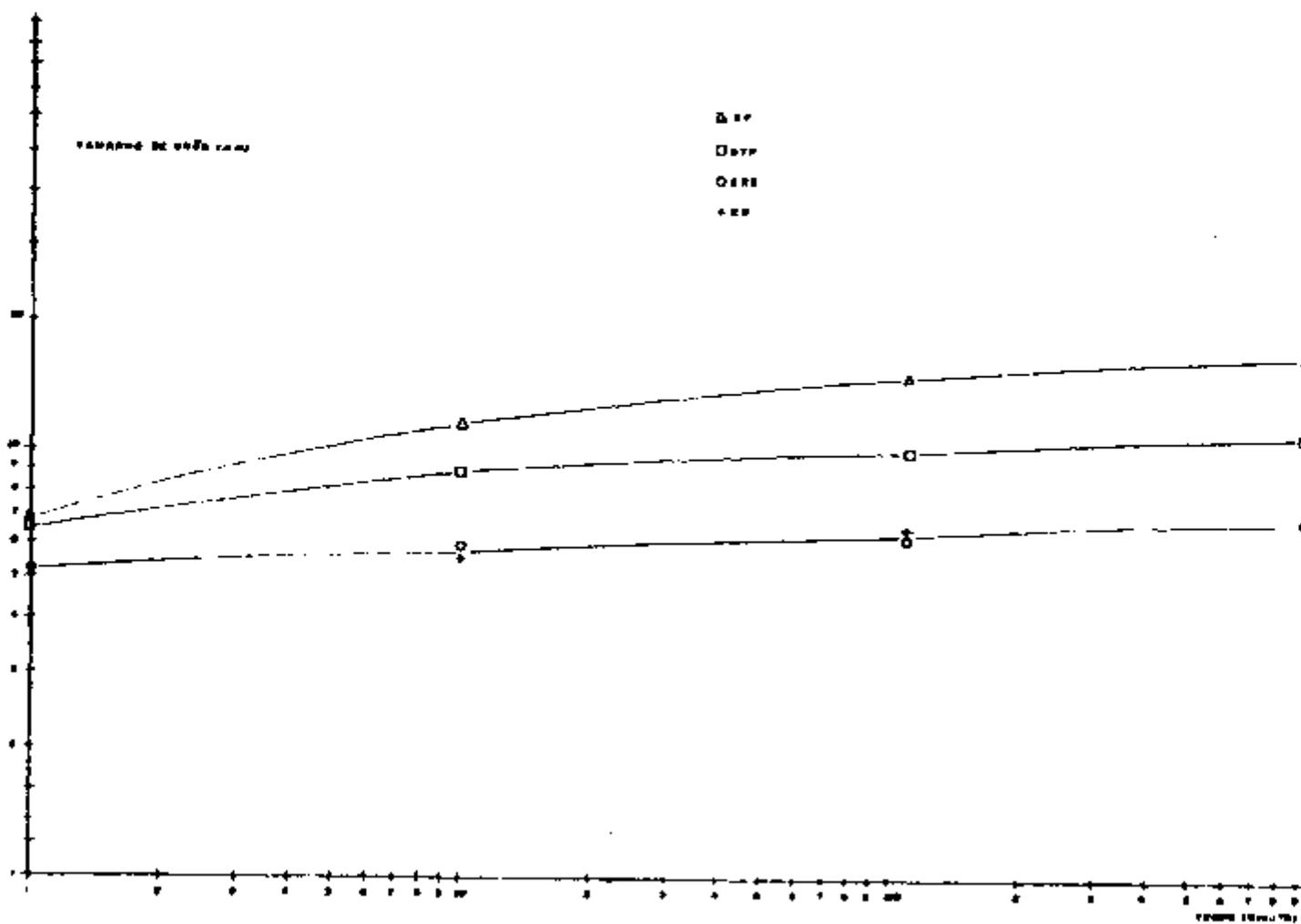


FIG. 11 - Variação do tamanho de grão com o tempo de recozimento.

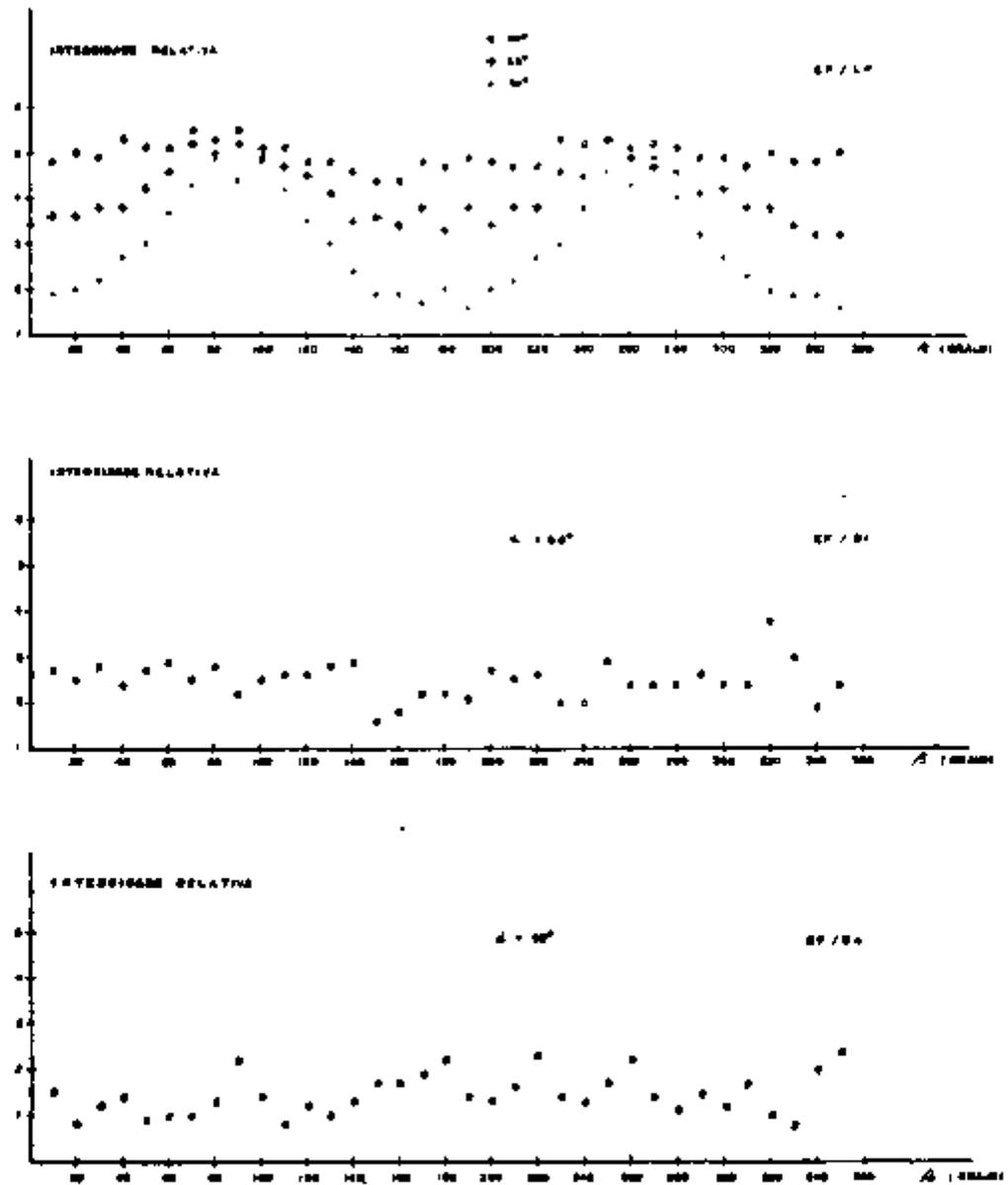


Fig. 12 - Variação da intensidade relativa com Δ para os planos {200} da amostra EF no estado laminado a frio (LF) para os valores 80° , 85° e 90° de α , e nos estados recozidos a 600° durante 1m e 15,5h para $\alpha=90^\circ$ (B-1 e B-4).

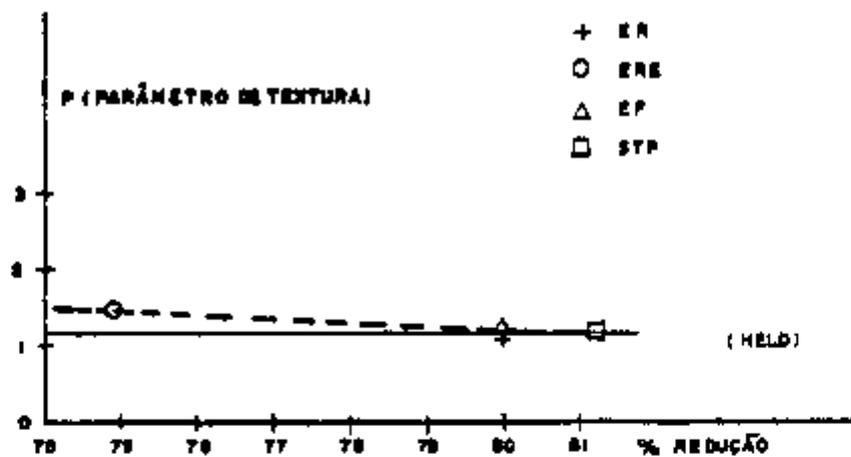


Fig. 13 - Variação do parâmetro de textura p do material laminado a frio com o grau de redução. A reta horizontal (linha cheia) foi obtida com os dados de Held /12/.

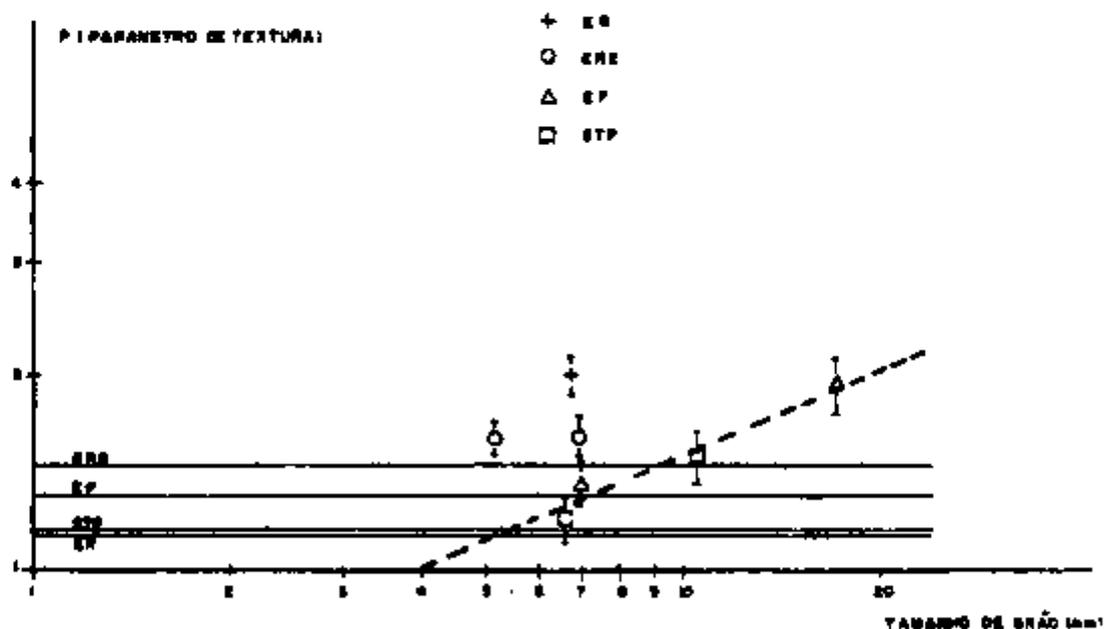


Fig. 14 - Variação do parâmetro de textura p com o tamanho de grão. As linhas horizontais indicam o valor de p para o material deformado a frio.

ANEXO - I

Medidas de tamanho de grão.

Tabela de equivalência entre

N-ASTM Número de tamanho de grão ASTM (\bar{g}_e).

\bar{N} Número de intersecções por mm e

\bar{L} Diâmetro médio (μm)

N-ASTM	\bar{N} mm ⁻¹	\bar{L} μm
12,0	204,5	4,9
11,5	172,0	5,8
11,0	144,5	6,9
10,5	122,0	8,2
10,0	102,3	9,8
9,5	86,0	11,6
9,0	72,5	13,8
8,5	61,0	16,4
8,0	51,2	19,5
7,5	43,1	23,2
7,0	36,2	27,6
6,5	30,4	32,9
6,0	25,6	39,1
5,5	21,5	46,4
5,0	18,1	55,2
4,5	15,2	65,6
4,0	12,3	78,1
3,5	10,8	92,9
3,0	9,1	110,4
2,5	7,6	131,4

ANEXO - II

PROGRAMA DE COMPUTADOR PARA A NORMALIZAÇÃO
DAS INTENSIDADES, CÁLCULO DAS INTENSIDADES
RELATIVAS E TRAÇADO DAS FIGURAS DE POLO.

1 - DEFINIÇÃO DAS VARIÁVEIS E CONSTANTES

- XI - Valores da intensidade de raio-X difratado na posição (α, β) para um determinado 2θ .
- IA - Número de posições α (14, no presente trabalho)
- IB - Número de posições β (36)
- ALFIN - α inicial (25°)
- PASAL - Passo de α (5°)
- PASBE - Passo de β (10°)
- RF - Valor da intensidade do ruído de fundo para o tempo da contagem empregada na obtenção de XI
- COEF - Coeficiente definido pela expressão $I^c_{(hkl)} / I^c_{(123)}$
- TEMP1 - Tempo de contagem empregado na obtenção de XI do plano (123)
- TEMPO - Tempo de contagem empregado na obtenção de XI do plano (hkl)
- COFEN - Coeficiente de ajuste para compatibilizar as intensidades de acordo com as fendas DS utilizados
- DINIV - Divisor de nível, a intensidade média calculada do plano (hkl) multiplicada pela DINIV fornece a unidade para o cálculo da intensidade relativa.

2 - PROGRAMA

FILE 1=CARTAO,UNIT=HEADER

FILE 2=IMPRES,UNIT=PRINTER

```

REAL MAP
DIMENSION XI(14,36),MAP(150,150),ISIMB(150,150),NSIMB(80)
COMMON IL,II,IP
IL=1
II=2
IP=2
READ(IL,199) NSIMB
199 FORMAT(80A1)
READ(IL,600)MNA
600 FORMAT(I2)
DO 30 JJ=1,MNA
  N=0
  5 CALL DADOS (XI,IA,JB,ALFIN,PASAL,PASBE,RF,CDEF,TEMP1,TEMPO,CUFEN,
  1CUFEN,DINIV,NUNIV,M,N,IFIM)
  IF(IFIM)30,6,30
  6 N=N+1
  CALL RUIDG (XI,IA,JB,RF)
  IF(N=1) 20,10,20
  10 CALL INTEG (XI,IA,JB,XINTE,ALFIN,PASAL)
  20 CALL NORMA (XI,IA,JB,XINTE,XIMED,CDEF,CUFEN,TEMPO,TEMP1)
  CALL POLFI (XI,IA,JB,XIMED,ALFIN,PASAL,PASBE,
  * MAP,ISIMB,DINIV,NUNIV,M,N,NSIMB)
  GOTO 5
  30 CONTINUE
  CALL EXIT
  END

```

```

SUBROUTINE DADOS (XI,IA,JB,ALFIN,PASAL,PASBE,RF,CDEF,TEMP1,TEMPO,
1CUFEN,DINIV,NUNIV,M,N,IFIM)
COMMON /NOME/ NAM(14)
DIMENSION XI(14,36),IV(12)
COMMON IL,II,IP
NCP=12
DO 1 I=1,IA
  DO 1 J=1,JB
  1 XI(I,J)=0.
  READ(IL,200)IFIM, NAM
200 FORMAT(I1,9X,2A1,14X,6A1,18X,3A1,9X,3A1)
  IF(IFIM) 100,2,100
  2 CONTINUE
  READ (IL,201) ALFIN,PASAL,PASBE,IA,JB
201 FORMAT (3F10.0,2I10,F10.0)
  READ(IL,202) RF,CDEF,TEMP1,TEMPO,CUFEN
202 FORMAT (6F10.0)
  READ (IL,203)DINIV,NUNIV,M,N
203 FORMAT (F10.0,4I10)
  10 READ (IL,205)II,KA,KB,IV
205 FORMAT (I1,I2,1X,I2,4X,12I5,5X,A3,12)
  GOTO(30,20,80),II+1

```

```

20 LA=KA
   LB=KB
   GOTO 10
30 DO 70 I=1,NCP
   NB=KB+LB+I-1
   MA=NB/JB
   NA=KA+LA+MA+1
   NB=NB-MA*JB+1
   IF(IV(I)) 10,10,40
40 Z=1.
   IF(XI(NA,NB))50,60,50
50 Z=.5
60 XI(NA,NB)=Z*(XI(NA,NB)+FLOAT(IV(I)))
70 CONTINUE
   GO TO 10
80 WRITE(II,300) NAM
300 FORMAT(1H1,22(1H*),' AMOSTRA ',2A1,' ***** TRATAMENTO ',6A1,'
1 ***** SERIE DE DADOS ',3A1,' ***** PLAND ('',3A1,'') ',22(1H*))
100 RETURN
   END

```

```

*****
SUBROUTINE RUIDO (XI,IA,JB,RF)
DIMENSION XI(14,36)
DO 10 I=1,IA
DO 10 J=1,JB
XI(I,J)=XI(I,J)+RF
10 CONTINUE
RETURN
END

```

```

*****
SUBROUTINE INTEG (XI,IA,JB,XINTE,ALFIN,PASAL)
DIMENSION XI(14,36)
XINTE=0.
S=0.
DO 10 I=1,IA
ALFA=1.7453292E-02*(ALFIN+FLOAT(I-1)*PASAL)
S=S+COS(ALFA)
DO 10 J=1,JB
XINTE=XINTE+XI(I,J)*COS(ALFA)
10 CONTINUE
XINTE=XINTE/S/FLOAT(JB)
RETURN
END

```

```

*****
SUBROUTINE NORMA(XI,IA,JB,XINTE,XIMED,COEF,COFEN,TEMPO,TEMP1)
COMMON IL,II,IP
COMMON /NDME/ NAM(14)
DIMENSION XI(14,36)

```

```

FAJUS= TEMP1*COFEN/TEMPO
XIMED= XINTE*COEF
DO 10 I=1,IA
DO 10 J=1,JB
XI(I,J)=XI(I,J)*FAJUS
XI(I,J)=XI(I,J)/XIMED
10 CONTINUE
RETURN
END

```

```

*****
SUBROUTINE POLFI(XI,IA,JB,XIMED,ALFIN,PASAL,PASBE,
MAP,ISIMB,DINIV,NUNIV,M,N,NSIMB)
COMMON IL,II,IP
COMMON /NOME/ NAM(14)
REAL MAP
DIMENSION XI(14,36),MAP(131,105),ISIMB(131,105),NSIMB(80)
RAD=1.7453292E=02
DO 10 I=1,M
DO 10 J=1,N
MAP(I,J)=0.
10 ISIMB(I,J)=NSIMB(79)
DO 15 J=1,360
NI=IFIX((.5*SIN(FLOAT(J)*RAD)+.5)*FLOAT(M))+1
NJ=IFIX((.5+.5*COS(FLOAT(J)*RAD))*FLOAT(N))+1
15 ISIMB(NI,NJ)=NSIMB(80)
ALFAI=ALFIN-PASAL
C=.5*(1.+SIN(ALFAI*RAD))/COS(ALFAI*RAD)
DO 30 I=1,IA
ALFA=(ALFIN+FLOAT(I-1)*PASAL)*RAD
ESCL=COS(ALFA)/(1.+SIN(ALFA))*C
DO 30 J=1,JB
BETA=FLOAT(J-1)*PASBE*RAD
NI=IFIX((.5+ESCL*COS(BETA))*FLOAT(M))+1
NJ=IFIX((ESCL*SIN(BETA)+.5)*FLOAT(N))+1
MAP(NI,NJ)=MAP(NI,NJ)+XI(I,J)
IF(ISIMB(NI,NJ)=NSIMB(79)) 25,20,25
20 ISIMB(NI,NJ)=0
25 ISIMB(NI,NJ)=ISIMB(NI,NJ)+1
30 CONTINUE
DO 50 I=1,M
DO 50 J=1,N
IF(ISIMB(I,J)=NSIMB(80)) 34,50,34
34 IF(ISIMB(I,J)=NSIMB(79)) 35,50,35
35 MAP(I,J)=MAP(I,J)/FLOAT(ISIMB(I,J))
NS=1+IFIX(MAP(I,J)/DINIV)
IF(NS=NUNIV) 45,45,40
40 NS=NUNIV
45 ISIMB(I,J)=NSIMB(NS)
50 CONTINUE
WRITE(II,100) NAM(9),NAM(10),NAM(11)
100 FORMAT(1H1,3A1)
DO 55 L=1,M
55 WRITE(II,101) (ISIMB(L,K),K=1,N)
101 FORMAT(1X,132A1)
RETURN
END

```