

ESTUDO DA EVOLUÇÃO DA TEXTURA, DA MICROTATURA E DA MESOTATURA DE RECRISTALIZAÇÃO APÓS BAIXO GRAU DE DEFORMAÇÃO A FRIO EM AÇO ELÉTRICO COM 2% Si

Liana Maria Ferezim Guimarães de Lima^a

Amanda Abati Aguiar^a

Nelson Batista de Lima^a

Ângelo Fernando Padilha^b

^a Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 Cid. Universitária Armando Salles de Oliveira - lmfquima@ipen.br

^b Escola Politécnica da USP - Engenharia de Materiais e Metalúrgica

RESUMO

Neste trabalho estudou-se a evolução da textura, da microtextura e da mesotextura de recristalização após baixos graus de deformação a frio em aço baixo carbono com 2% de silício, de grão não orientado, para a fabricação de motores. Os materiais utilizados para este fim sofrem um processo de laminação com baixo grau de encruamento, objetivando condicionar a microestrutura a um crescimento anormal de grãos. As técnicas utilizadas, neste estudo, foram a difração de raios X e a difração de elétrons retroespalhados (EBSD). As análises foram realizadas por meio da função de distribuição de orientações (FDO), relação de coincidência de sítios de rede (CSL) e mapas de contornos de ângulo. Os resultados mostram que a cinética de crescimento do grão é proporcional ao tempo de tratamento térmico. A análise da textura por difração de raios X mostra que os estágios iniciais de crescimento dos grãos são acompanhados da diminuição da orientação (011)<100>. Para as amostras do material com tamanho de grão maior, as análises por EBSD apresentaram, como resultado, uma distribuição aleatória de orientações. Constatou-se, também, que o crescimento anormal dos grãos ocorre da superfície para o centro da amostra. A técnica de EBSD é adequada para determinar as orientações entre regiões delimitadas por contornos de baixo ângulo. Nos mapas de contornos de grãos observa-se que a densidade de subcontornos varia da superfície para o centro. A principal consequência no material que sofreu tratamento térmico após processo de laminação com redução em espessura de aproximadamente 9%, é que, a recuperação leva à diminuição da densidade de discordâncias dentro dos grãos e à formação de subcontornos, com relação de orientação em torno de 1° a 2°. Além disso, a relação de orientação predominante entre os contornos de alto ângulo, observada na microestrutura totalmente recristalizada, é S3.

textura, aço elétrico, EBSD, difração de raios X

INTRODUÇÃO

Aço silício de grão não-orientado é, comumente, utilizado na indústria de fabricação de motores elétricos. As propriedades magnéticas podem ser dependentes e independentes da microestrutura. Resistividade e saturação magnética dependem da composição e da temperatura. Outras propriedades magnéticas dependem da textura, do tamanho de grão e de inclusões (Park et al., 2003; Landgraf et al., 2000; Bae et al., 2003).

Para aços elétricos de grão não-orientado, a textura ideal é a da fibra {001}, isto é, com família de planos {100} paralela à superfície da chapa e a direção $\langle uvw \rangle$ isotrópica. Nesta situação, as perdas magnéticas por histerese são reduzidas.

Para obter tamanho de grão adequado com conseqüente melhoria nas propriedades elétricas, o processo final de fabricação das chapas inclui uma baixa redução em espessura (de 2% a 10%) com posterior tratamento térmico. Neste processo, ocorre o crescimento exagerado de grãos com conseqüente variação da textura do produto final (Heo et al., 2003). O mecanismo de crescimento e formação de textura oriunda deste processo é objeto de muitos estudos, de modo que, muitos pontos continuam obscuros. Este trabalho visa estudar o mecanismo de crescimento e a relação de orientação entre os grãos de um aço elétrico com 2% de silício, utilizando técnicas de difração de raios X e difração de elétrons retroespalhados.

PARTE EXPERIMENTAL

O material pesquisado neste trabalho foi uma chapa de aço elétrico de grão não-orientado, com a seguinte composição: C 0,0036% Si 2,03% Mn 0,124% P 0,006% S 0,0089% Al 0,137% Cu 0,018% Cr 0,09% Ni 0,034% Mo 0,012% e Fe 97,54%.

Inicialmente, foram realizados os processamentos termomecânicos dos materiais. O aço foi fornecido na forma de bobina laminada a quente com espessura de 2 mm e largura de 1200 mm. A bobina, no estado como recebido, foi primeiramente decapada em solução aquosa 13% de ácido clorídrico, a 85°C, em processo semicontínuo. Após decapagem, a bobina foi cortada em rolos de 300 mm de largura. Um rolo da região central foi selecionado e, então, laminado a frio em um laminador quádruplo reversível até, aproximadamente, 65% de redução em espessura (espessura final = 0,70 mm). Após laminação a frio, o material sofreu tratamento térmico de recozimento, na empresa BRASMETAL S.A., a 640°C por oito horas em forno industrial do tipo caixa, com alta convecção, em atmosfera com 95% de nitrogênio e 5% de hidrogênio. Finalmente, este material foi laminado a frio até 9% de redução em espessura, nesse texto, esse processamento será denominado LF9. Após isto, as amostras foram tratadas termicamente por 5, 10 e 30 minutos à 760°C, em banho de sal, para avaliar a evolução do crescimento anormal dos grãos.

A microestrutura das amostras recristalizadas nos diferentes tempos de recozimento foram avaliadas nas seções transversal, longitudinal e normal à direção de laminação.

A textura das amostras na seção normal foram medidas por difração de raios X em um difratômetro da marca Rigaku, Modelo DMAX-2100, com goniômetro de textura horizontal “multipurpose”, utilizando radiação de Mo K α com foco ponto. O conjunto de fendas utilizado possui as características: 1/4° na posição de divergência, 4 mm na posição de espalhamento, 3 mm na posição de recepção; limitador de altura do feixe de 1,2 mm e fenda colimadora de Schulz. Quatro figuras de pólos incompletas {110}, {200}, {211} e {310} foram medidas na superfície das amostras.

As análises por difração de elétrons retroespalhados (EBSD) foram realizadas com o sistema de aquisição e identificação de padrões desenvolvidos pela TexSEM Laboratories Inc. e acoplado ao microscópio de varredura modelo XL-30 Philips, utilizando tensão de aceleração de 20kV.

RESULTADOS OBTIDOS POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X

As análises de textura por difração de raios X foram realizadas na superfície da chapa (superfície de laminação), após lixamento com lixa d’água de granulação 600.

O cálculo da função distribuição de orientações foi realizado com o programa desenvolvido por Lima (1991), baseado no método de harmônicos esféricos desenvolvido por Bunge. Este programa é específico para simetria da amostra ortorrômbica e simetria do cristal cúbica. Assim sendo, são utilizados apenas os dados de um dos quadrantes da figura de pólos. A obtenção experimental da figura de pólos para todos os quadrantes tem por objetivo a avaliação da simetria da amostra, de maneira a garantir, a correta utilização do programa, e também, permitir a obtenção da média aritmética para o valor da intensidade, a partir da redução dos dados dos quatro quadrantes para um só quadrante.

Na Figura 1 é apresentada a função distribuição de orientações, para a seção $\phi_2=0^\circ$, calculada para $L_{m\acute{a}x} = 22$, das amostras encruada, recozida por 5 minutos e recozida por 10 minutos. A FDO da amostra tratada por 30 minutos não é apresentada, uma vez que ela possui tamanho exagerado de grão, o que não permite a obtenção de figuras de pólos estatisticamente confiáveis.

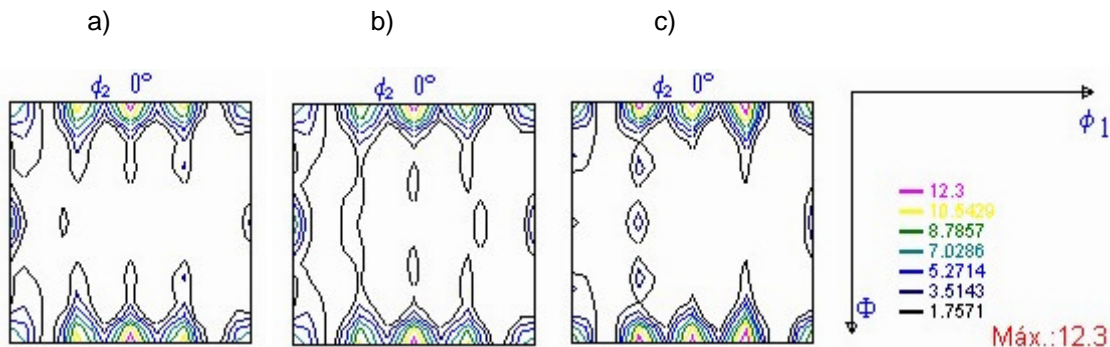


Figura 1 - Função distribuição de orientações, seção $\phi_2=0^\circ$, das amostras nos sub-estados (a)encruado; (b) tratada termicamente por 5 minutos e (c) tratada termicamente por 10 minutos.

RESULTADOS OBTIDOS POR DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETROESPALHADOS

Os resultados obtidos, na análise por difração de elétrons retroespalhados (EBSD), são apresentados em forma de mapa de grãos, sendo que cada cor representa a orientação cristalográfica do grão em relação à direção normal à superfície, na qual foi efetuada a medida. São apresentados, também, os mapas de contorno de grão, sendo que as cores definem contornos de baixo e de alto ângulo. Além disto, são apresentados histogramas que representam a relação de orientações entre os grãos.

Na Figura 2 (a), (b), (c) e (d) são apresentados os mapas de grãos das amostras de aço 2% Si, corte normal à direção de laminação.

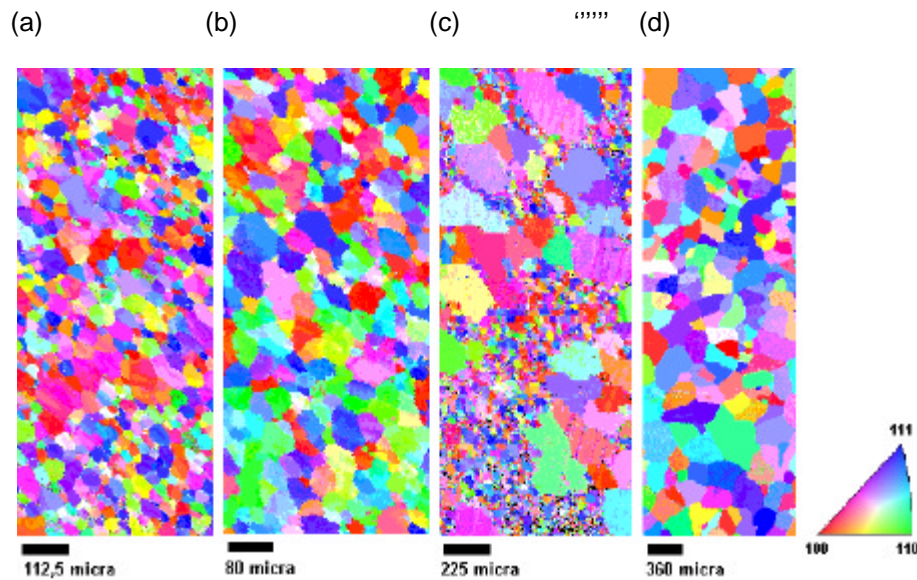


Figura 2 - Mapas de grãos para as amostras de aço 2% Si, em corte normal à direção de laminação, nos sub-estados: (a) encruado; (b) tratado termicamente por 5 minutos; (c) tratado termicamente por 10 minutos; (d) tratado termicamente por 30 minutos. Além disso, código de cores definindo as orientações de cada grão.

Na Figura 3 (a), (b), (c), (d), são apresentados os mapas de grãos das amostras de aço 2% Si, corte longitudinal à direção de laminação.

Após a primeira recristalização, isto é, a recristalização após deformação de 67%, a microestrutura da amostra apresenta-se recristalizada com grão arredondado e tamanho de grão de 26 μm . Analisando o gráfico da FDO verifica-se que esta apresenta as orientações preferenciais típicas de aços deformados na faixa de 67% em espessura e totalmente recristalizado, isto é, fibra $\langle 111 \rangle$ de baixa intensidade e $(001)\langle 110 \rangle$ e $(110)\langle 001 \rangle$ de alta intensidade. Estes resultados estão de acordo com aqueles obtidos por Park e Szpunar (Park et al. 2003). Após a última laminação a frio, ambas as amostras não apresentam mudanças significativas na microestrutura, pois permanecem com grãos arredondados e sem sinal de deformação na microestrutura.

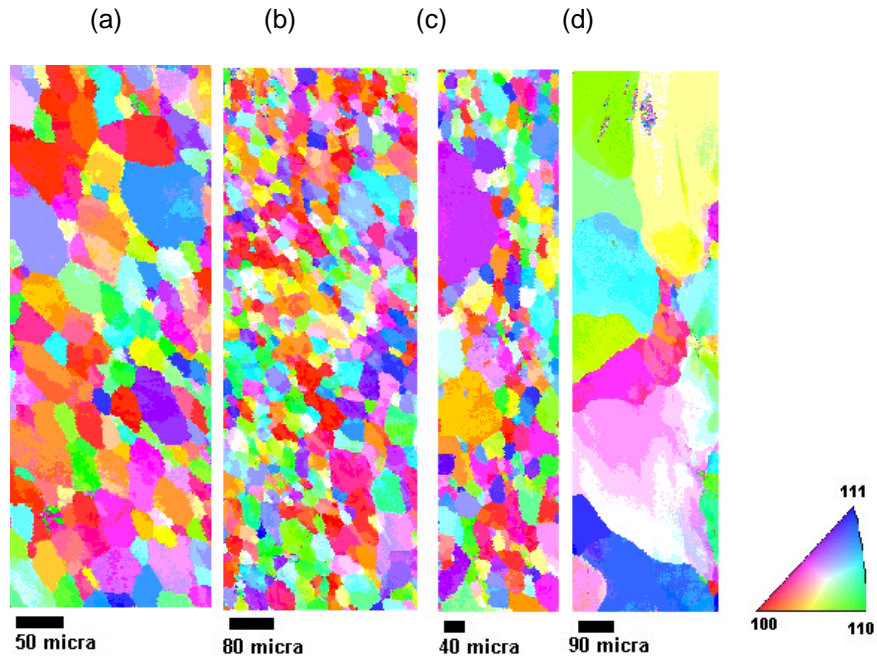


Figura 3 - Mapas de grãos para as amostras de aço 2% Si, em corte longitudinal, nos sub-estados: (a) encruado; (b) tratado termicamente por 5 minutos; (c) tratado termicamente por 10 minutos; (d) tratado termicamente por 30 minutos. Além disso, código de cores definindo as orientações de cada grão.

Na Figura 4 (a), (b), (c) e (d) são apresentados os mapas de contorno de grão das amostras de aço 2% Si, corte normal à direção de laminação.

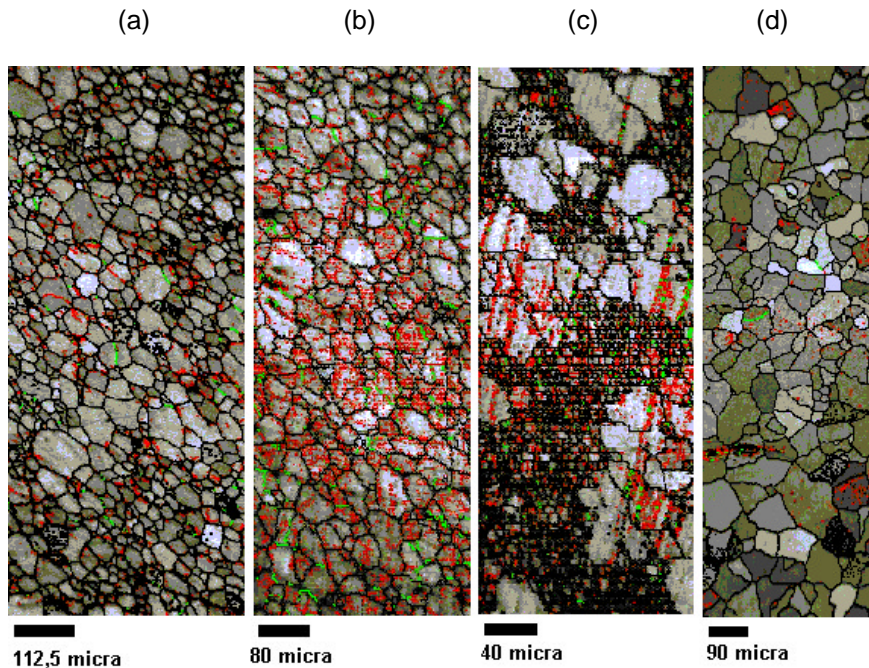


Figura 4 – Mapa de contorno de grão por Microscopia por Imagem de Orientação de aço 2% Si, em corte normal à direção de laminação, nos sub-estados: (a) encruado; (b) tratado termicamente por 5 minutos; (c) tratado termicamente por 10 minutos; (d) tratado termicamente por 30 minutos. Os contornos vermelhos correspondem a contornos de 1° a 5° , os contornos verdes correspondem a contornos de 5° a 10° e os contornos pretos correspondem a contornos de 10° a 180° .

Na Figura 5 (a), (b), (c) e (d) são apresentados os mapas de qualidade da imagem por Microscopia por Imagem de Orientação de aço 2% Si em corte longitudinal à direção de laminação.

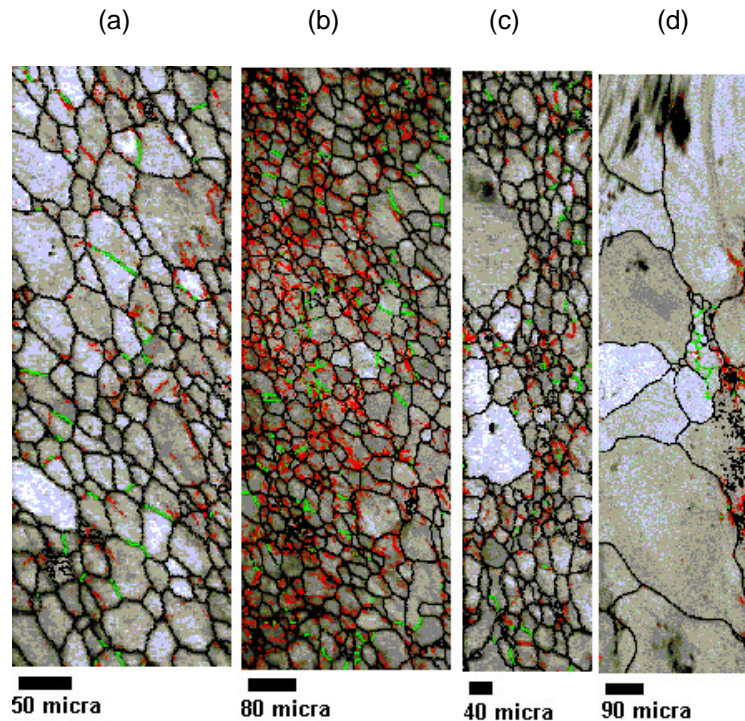


Figura 5 – Mapa de contorno de grão por Microscopia por Imagem de Orientação de aço 2% Si, em corte longitudinal à direção de laminação, nos sub-estados: (a) encruado; (b) tratado termicamente por 5 minutos; (c) tratado termicamente por 10 minutos; (d) tratado termicamente por 30 minutos. Os contornos vermelhos correspondem a contornos de 1° a 5° , os contornos verdes correspondem a contornos de 5° a 10° e os contornos pretos correspondem a contornos de 10° a 180° .

A análise da FDO obtida por difração de raios X, não mostra variação significativa na orientação preferencial, isto é, as orientações $\langle 111 \rangle$ de baixa intensidade e $(001)\langle 110 \rangle$ e $(110)\langle 001 \rangle$ de alta intensidade, se mantêm invariáveis, não sendo possível por meio desta figuras, avaliar as orientações que sofreram maiores deformações. Apesar disto, é possível verificar que as amostras tratadas por 10 minutos apresentam uma variação significativa na orientação $(011)\langle 100 \rangle$. Após 10 minutos de tratamento, o grão começa a crescer de forma exagerada na superfície e os resultados da FDO indicam que este crescimento reduz a, praticamente zero, a orientação $(011)\langle 100 \rangle$, indicando que o crescimento ocorre às custas desta orientação. Vide Figura 1.

Foram analisados os gráficos de sítio de coincidência de rede (CSL) das amostras e observou-se que o contorno $\Sigma 3$ é o contorno mais freqüente. Isto sugere que esta relação de orientação é uma relação estável e que quando os contornos com estas orientações se encontram, dificulta o movimento do contorno de grão, fazendo com que outros contornos sejam consumidos primeiramente. Após a formação do núcleo de recristalização na matriz deformada, estes começam a crescer, consumindo a matriz deformada. Se este fenômeno ocorrer baseado na teoria do

crescimento orientado,(Doherty,1997), os contornos destes núcleos crescem com relação de orientação com a matriz deformada de $40^{\circ}\langle 111 \rangle$. Estes contornos se encontram formando CSL tipo $\Sigma 3$. Supondo a teoria de nucleação orientada, o fenômeno seria o mesmo, isto é, os núcleos possuem orientações pré-definidas pela matriz deformada, dependendo do sítio onde ocorre a nucleação, ocasionando o crescimento preferencial deste núcleo. Neste caso, não se poderia afirmar qual seria a relação de orientação final entre estes núcleos, desconhecendo-se o sítio em que ocorre a nucleação preferencial e o tipo de orientação.

Os mapas de grãos obtidos por EBSD (Figuras 2 e 3) mostram a variação da microestrutura em função do tempo de recozimento. As amostras encruada e recozida por 5 minutos apresentam praticamente a mesma microestrutura, resultado corroborado pela FDO apresentada na Figura 1.

Os mapas de contornos de grãos (Figuras 4 e 5), por sua vez, apresentam variações microestruturais importantes. A principal conseqüência na amostra encruada é a formação de discordâncias dentro dos grãos. O EBSD não é sensível para determinar discordâncias. A densidade e o arranjo destas discordâncias dependem da orientação do grão. Boer (Boer et al., 1997) sugere que discordâncias em grãos orientados próximos a $\{001\}/\text{DN}$ tem distribuição mais homogêna, enquanto grãos com orientação próxima a $\{111\}/\text{DN}$ apresentam formação de células de discordâncias. A recuperação leva à diminuição da densidade de discordâncias e à formação de sub-contornos. Segundo Boer, estes sub-contornos são freqüentemente encontrados em grãos que possuem orientações referentes à fibra $\langle 111 \rangle$, dividindo-os em vários sub-grãos com relação de orientação em torno de 1° a 2° . Esta relação de orientação é sensível ao EBSD. A amostra encruada apresenta baixa densidade de sub-contornos. Após o tratamento térmico de 5 minutos, percebe-se uma alta densidade destes sub-contornos. Este fato é verificado nas Figuras 4 e 5, onde se observa a formação de alta densidade de contornos de baixo ângulo após o tratamento por 5 minutos. O recozimento por 5 minutos não foi suficiente para recristalizar o material, mas favoreceu a recuperação e o conseqüente aparecimento de sub-contornos. A distribuição apresenta uma densidade de sub-contornos que vai diminuindo da superfície para o centro da amostra. Além disto, é verificado que grãos vizinhos também apresentam diferenças de densidade. Padrões CSL analisados em conjunto com a imagem de contorno de grão, apresentados nas Figuras 4 e 5, observa-se que os contornos de alto ângulo que delimitam os grãos são do tipo $\Sigma 3$. Já, nos contornos de baixo ângulo prevalece a relação de orientação $\Sigma 1$. Após o tratamento térmico de 5 minutos houve aumento de contornos $\Sigma 1$, enquanto que os contornos entre os grãos permaneceram com relação de orientação $\Sigma 3$.

A amostra tratada por 10 minutos apresenta crescimento anormal dos grãos e os CSL observados foram novamente $\Sigma 3$ e $\Sigma 1$.

A amostra tratada termicamente por 30 minutos apresenta alta fração de grãos com CSL $\Sigma 3$ e $\Sigma 13b$ e uma redução da fração de grãos com $\Sigma 1$. Estes resultados mostram que o tratamento térmico de

maior duração reduz os contornos de baixo ângulo e a relação final de contorno de alto ângulo é $\Sigma 3$ e $\Sigma 13b$.

Considerando que:

-O mecanismo de SIBM, prevê que o movimento do contorno de alto ângulo se desloca da região da microestrutura que possui menor densidade de defeitos para a região com maior densidade;

-Da superfície para o centro, o material apresenta maior densidade de defeitos;

-Que o grão cresce anormalmente da superfície para o centro;

pode-se observar que ocorre a nucleação de novos grãos na superfície do material, sendo estes núcleos os responsáveis pelo crescimento anormal de grãos. A nucleação deve ocorrer nos grãos que possuem a maior densidade de defeitos e que consomem grãos com orientações próximas a $\{011\}\langle 100\rangle$.

CONCLUSÕES

O processamento LF9 seguido de tratamento térmico, leva à formação de crescimento anormal de grãos.

O processamento LF9 não altera de maneira significativa a microtextura observada por DRX.

O processamento LF9 provoca gradiente de defeitos na microestrutura ao longo da espessura.

O crescimento anormal dos grãos ocorre da superfície para o centro da amostra.

A técnica de EBSD é adequada para determinar as orientações de regiões delimitadas por contornos de baixo ângulo.

A relação de orientação estável entre os contornos de alto ângulo da microestrutura totalmente recristalizada é $\Sigma 3$ e $\Sigma 13b$.

AGRADECIMENTOS

Clarice Terui Kunioshi

FAPESP

REFERÊNCIAS

1. Bae, B.K.; Woo, J.S.; Kim, J.K.; Effect of heating rate on properties of non-oriented electrical steel containing 0,4% Si. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v.254-255, p.373-375, 2003.
2. Boer, B. de & Wieting, J., Formation of a near {001}<110> recrystallization texture in electrical steels. **Scripta Materialia**, v. 37, p. 753-760, 1997.
3. Doherty, R.D.; Hughes, D.A.; Humphreys, F.J.; Jonas, J.J.; Jensen, D.J.; Kassner, M.E.; King, W.E.; Mcnelley, T.R.; Mcqueen, H.J. & Rollett, A.D., Current issues in recrystallization: a review. **Materials Science and Engineering A**, v. 238:(2), p. 219-274, 1997.
4. Heo, N.H.; Kim, S.B.; Choi, Y.S.; Cho, S.S.; Chai, K.H. Interfacial segregation, nucleation and texture development in 3% silicon steel. **Acta Materialia**, v. 51, p.4953-64, 2003.
5. Landgraf, F.J.G.; Takanohashi, R.; Chagas, F.C.; Campos, M.F.; Falleiros I.G.S. The origin of grain size inhomogeneity in semi-processed electrical steels. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v.215-216, p.92-93, 2000.
6. Landgraf, F.J.G.; Yonamine, T.; Emura, M.; Cunha, M.A. Modelling the angular dependence of magnetic properties of a fully processed non-oriented electrical steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v.254-255, p.328-330, 2003.
7. Park, J.T.; Szpunar, J.A. Evolution of recrystallization texture in nonoriented electrical steels. **Acta Materialia**, v. 51, p.3037-51, 2003.

THE EVOLUTION OF TEXTURE, MICROTTEXTURE AND MESOTEXTURE OF RECRYSTALLIZATION OF NON-ORIENTED LOW CARBON SILICON STEEL AFTER LOW DEGREE OF COLD ROLLING

ABSTRACT

The evolution of texture, microtexture and mesotexture of recrystallization of non-oriented low carbon steel, after low degree of cold rolling, was studied in this work. The materials was rolled at 8,6% to get abnormal grain growth. The analytical techniques used were X-ray diffraction and back scattered electron diffraction and the analysis were carried out by orientation distribution function (ODF), coincidence site lattice relationship and angle contour map. The results show that, the grain growth is proportional to the time of the thermal treatment and the initial stages of grain growth are followed by decrease of (011)<100> orientation. The abnormal grain growth occurs from the surface to middle of the sample. The EBSD technique is suitable to determinate regions separated by low angle contour. The grains contours maps show density of sub contours varies from the surface to the middle. The main consequence of thermal treatment after skin pass is that the recovery decrease the discordance density inside the grains and the formation of sub contours with relationship orientation around 1° to 2°. The orientation relationship of the high angle contour after recrystallization is $\Sigma 3$.

texture, electrical steel, EBSD, X-ray diffraction