

INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO CEARÁ PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENERGIAS RENOVÁVEIS

CARLOS DA SILVA BRITO

ANÁLISE DA MICROTEXTURA CRISTALOGRÁFICA OBTIDA POR EBSD EM RELAÇÃO AO ESTADO DE RECRISTALIZAÇÃO DE UM AÇO ELÉTRICO DE GRÃO NÃO ORIENTADO PROCESSADO POR LAMINAÇÃO PILOTO

MARACANAÚ, CEARÁ

2023

CARLOS DA SILVA BRITO

ANÁLISE DA MICROTEXTURA CRISTALOGRÁFICA OBTIDA POR EBSD EM RELAÇÃO AO ESTADO DE RECRISTALIZAÇÃO DE UM AÇO ELÉTRICO DE GRÃO NÃO ORIENTADO PROCESSADO POR LAMINAÇÃO PILOTO

Dissertação apresentada ao Programa de Pósgraduação em Energias Renováveis do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Energias Renováveis. Área de concentração: Energias Renováveis.

Orientador: Prof. Dr. Francisco Nélio Costa Freitas

MARACANAÚ, CEARÁ

2023

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação Instituto Federal do Ceará - IFCE Sistema de Bibliotecas - SIBI Ficha catalográfica elaborada pelo SIBI/IFCE, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

B862a Brito, Carlos da Silva.

Análise da microtextura cristalográfica obtida por EBSD em relação ao estado de recristalização de um aço elétrico de grão não orientado processado por laminação piloto / Carlos da Silva Brito. - 2023. 62 f. : il. color.

Dissertação (Mestrado) - Instituto Federal do Ceará, Mestrado em Energias Renováveis, Campus Maracanaú, 2023.

Orientação: Prof. Dr. Francisco Nélio Costa Freitas.

1. Microtextura. 2. Recristalização. 3. Aço Elétrico de Grão Não Orientado. 4. EBSD. 5. FDOC. I. Titulo. CDD 620.91

CARLOS DA SILVA BRITO

ANÁLISE DA MICROTEXTURA CRISTALOGRÁFICA OBTIDA POR EBSD EM RELAÇÃO AO ESTADO DE RECRISTALIZAÇÃO DE UM AÇO ELÉTRICO DE GRÃO NÃO ORIENTADO PROCESSADO POR LAMINAÇÃO PILOTO

Dissertação submetida à Coordenação do Curso de Pós-graduação em Energias Renováveis do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Energias Renováveis, área de concentração Energias Renováveis.

Aprovada em 27/04/2023.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Francisco Nélio Costa Freitas (Orientador) Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará - IFCE

> Prof. Dr. Luís Flávio Gaspar Herculano Universidade Federal do Ceará - UFC

Prof. Dr. João Rodrigues de Barros Neto Universidade Federal do Piauí - UFPI

Agradecimentos

À Deus.

Ao meu orientador Prof. Dr. Francisco Nélio Costa Freitas, pela amizade, paciência, incentivo, confiança e constante orientação, que tornaram possível a conclusão deste trabalho.

Ao Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) da Universidade Federal do Ceará (UFC), em especial ao Prof. Dr. Luís Flávio Gaspar Herculano, pelos conhecimentos repassados e a contribuição no desenvolvimento deste trabalho.

Ao Prof. Dr. João Rodrigues de Barros Neto, da Universidade Federal do Piauí (UFPI), pelas contribuições no desenvolvimento deste trabalho.

À coordenação do Programa de Pós-Graduação em Energias Renováveis (PPGER) pela assistência e confiança que tornaram possível a conclusão do trabalho.

À todos os professores, amigos e funcionários do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará - Campus Maracanaú, que de alguma forma contribuíram com minha formação acadêmica e meu crescimento pessoal.

À minha família, em especial à minha mãe, Maria Ilmar da Silva Barbosa, e meu pai, Francisco Erisvaldo Brito Torres, por todo amor, carinho, compreensão e apoio que me fazem chegar cada vez mais longe.

À minha namorada, Luana de Sousa Santos, por todo o apoio, companheirismo, incentivo e ajuda durante a realização deste trabalho.

Resumo

Os aços elétricos de grão não orientado são materiais amplamente utilizados na construção dos núcleos de máquinas elétricas. A busca por melhorias na eficiência energética tem levado à vários estudos sobre as propriedades magnéticas desse material, que sofre grande influência de parâmetros como tamanho de grão e textura cristalográfica. A textura cristalográfica está intimamente relacionada com o processo de recristalização que ocorre durante o tratamento térmico de recozimento, ao qual o aço é submetido após a laminação a frio, para obtenção de tiras metálicas. O presente trabalho analisa a evolução da microtextura cristalográfica, obtida por EBSD (Electron Backscatter Diffraction), para vários estágios de recristalização de um aço elétrico de grão não orientado com 1,28% de Si, que foi processado por laminação piloto a frio, com 50% de redução na espessura. Após o processo de laminação a frio, amostras do material foram submetidas a tratamentos térmicos nas temperaturas de 575 °C, 580 °C, 585 °C, 595 °C e 620 °C, além de uma amostra recozida em caixa à 730 °C por 12 horas. Para cada um dos tratamentos, foram obtidos três mapas de orientação em regiões distintas da amostra e, a partir dos mapas de orientação, foram obtidas FDOCs (Funções de Distribuição de Orientações Cristalográficas) para os grãos deformados e recristalizados de cada condição. Os resultados mostraram que a textura de deformação, proveniente do processo de laminação a frio, é composta principalmente pela fibra α e pelas componentes (001)[110] e (001)[110]. O processo de recristalização apresentou maior evolução a partir da temperatura de 585 °C, marcado por uma redução considerável da fibra γ nos grãos deformados, enquanto ocorre um crescimento significativo desta fibra nos grãos recristalizados. Observou-se que a textura de recristalização da condição recozida e a textura parcialmente recristalizada a 620 °C apresentaram resultados semelhantes, sugerindo uma possibilidade de economia no processo de fabricação do aço elétrico.

Palavras-chave: Microtextura. Recristalização. Aço elétrico de grão não orientado. EBSD. FDOC.

Abstract

Non oriented electrical steels are materials widely used in the construction of electrical machine cores. The search for improvements in energy efficiency has led to several studies on the magnetic properties of this material, which is greatly influenced by parameters such as grain size and crystallographic texture. The crystallographic texture is closely related to the recrystallization process that occurs during the annealing treatment, to which steel is subjected after cold rolling, to obtain metallic strips. The present work analyzes the evolution of the crystallographic microtexture, obtained by EBSD (Electron Backscatter Diffraction), for several stages of recrystallization of a non-oriented electrical steel with 1.28% of Si, which was processed by cold pilot rolling, with 50% of thickness reduction. After the cold rolling process, samples of the material was subjected to heat treatments at temperatures of 575 °C, 580 °C, 585 °C, 595 °C, 620 °C, in addition to an annealed sample at 730 °C for 12 hours. For each of these stages, three orientation maps were obtained in different regions of the sample and, from the orientation maps, ODFs (Orientation Distribution Functions) were obtained for the deformed and recrystallized grains of each condition. The results showed that the deformation texture, resulting from the cold rolling process, is composed mainly by the α fiber, concentrated in the (001)[110] and $(001)[\overline{110}]$ components. The recrystallization process showed greater evolution from a temperature of 585 °C, marked by a considerable reduction of the Gamma fiber in the deformed grains while a significant growth of this fiber in the recrystallized grains occurs. It was observed that the recrystallization texture of the annealed condition and the partially recrystallized at 620 °C texture presented similar results, suggesting a possibility of savings in the electrical steel manufacturing process.

Keywords: Crystallographic texture. Recrystallization. Non-oriented electrical steel. EBSD. FDOC.

Lista de ilustrações

Figura 1 $-$	Distribuição dos cristais: (a) de forma aleatória (sem textura); (b) de	
	forma orientada (com textura).	16
Figura 2 –	Componente $(001)[110]$ em uma chapa laminada	17
Figura 3 –	Geometria da técnica de difração de raios-x em um goniômetro de textura.	18
Figura 4 –	Figura de pólo inversa da direção DN de uma chapa de aço laminada	19
Figura 5 –	Mapa de orientações obtido por EBSD de um aço elétrico GNO com 1.12% Si encruado 8% por laminação a frio e recozido a 787°C por 60	
	minutos	10
Figura 6 –	Diagrama mostrando a rotação de acordo com os ângulos de Euler, na	15
	ordem 1, 2, 3, descrevendo a rotação entre os eixos da amostra e do	
	cristal	20
Figura 7 $-$	Seções padrão (a) $\varphi_2 = 45^\circ$ e (b) $\varphi_2 = 90^\circ$ mostrando a posição dos	
	principais componentes de textura e fibras nos aços cúbicos de corpo	
	centrado, conforme a notação de Bunge	21
Figura 8 –	FDOC com seção constante de $\varphi_2 = 45^{\circ}$ de um aço elétrico com 1,28%	
	Si, laminado a frio com redução de 50%	22
Figura 9 –	FDOC com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$ para uma amostra de aço elétrico	
	GNO com $1,3\%$ Si, laminada 50% a frio	22
Figura 10 –	FDOC com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$ para um aço elétrico GNO com	
	3,1% Si, laminada $84%$ a frio	23
Figura 11 –	FDOC com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$ para um aço elétrico GNO com	
-	1,3% Si, laminada 79% a frio	23
Figura 12 –	Componentes de um sistema EBSD.	24
Figura 13 –	Diagrama esquemático mostrando a formação de um par de linhas de	
_	Kikuchi	25
Figura 14 –	Diagrama esquemático mostrando um padrão de Kikuchi.	26
Figura 15 –	Mapa de EBSD mostrando as mudanças microestruturais durante o	
	recozimento de uma liga metálica Al-Fe-Mn deformada por laminação a	
	frio e recozida a (a) 250 °C, (b) 300 °C, (c) 350 °C e (d) mesmo mapa de	
	(b) separando os graos deformados (cor cinza) dos graos recristalizados	~ -
D . 10	$(coloridos). \qquad (a t t t t t t t t t t t t t t t t t t $	27
Figura 16 –	Origem dos graos recristalizados (111) em uma amostra de um aço	20
	eletrico com 2% Si laminado 75% a frio	29
Figura 17 –	Perfil de microdureza para um aço elétrico GNO com 1,28% de Si,	
	que foi laminado 50% a frio e submetido a diferentes temperaturas de	90
	tratamento termico.	30

Figura 18	– Configuração do procedimento na técnica de EBSD mostrando: (a) o	
	Microscópio Eletrônico de Varredura (Fabricante: PHILIPS / Modelo:	
	XL30) com sistema para EBSD (Fabricante: HKL / Modelo: NORD	
	LYS) e (b) o posicionamento da amostra no interior do MEV	36
Figura 19	– Fluxograma de atividades	37
Figura 20	- Mapas de orientação, obtidos por EBSD, para 03 (três) regiões distintas	
	da amostra LF	39
Figura 21	– FDOC com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$, obtida por EBSD, da amostra LF.	40
Figura 22	- Mapas de orientação, obtidos por EBSD, para 03 (três) regiões distintas	
	da amostra TT575	42
Figura 23	– FDOCs com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$ da amostra tratada termicamente	
	até 575 °C: (a) para os grãos deformados e (b) para os grãos recristalizados.	43
Figura 24	- Mapas de orientação, obtidos por EBSD, para 03 (três) regiões distintas	
	da amostra TT580	44
Figura 25	– FDOCs com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$ da amostra tratada termicamente	
	até 580 °C: (a) para os grãos deformados e (b) para os grãos recristalizados.	45
Figura 26	– Mapas de orientação, obtidos por EBSD, para 03 (três) regiões distintas	
	da amostra TT585	46
Figura 27	– FDOCs com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$ da amostra tratada termicamente	
	até 585 °C: (a) para os grãos deformados e (b) para os grãos recristalizados.	47
Figura 28	– Mapas de orientação, obtidos por EBSD, para 03 (três) regiões distintas	
	da amostra TT595	48
Figura 29	– FDOCs com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$ da amostra tratada termicamente	
	até 595 °C: (a) para os grãos deformados e (b) para os grãos recristalizados.	49
Figura 30	– Mapas de orientação, obtidos por EBSD, para 03 (três) regiões distintas	
	da amostra TT620	51
Figura 31	– FDOCs com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$ da amostra tratada termicamente	
	até 620 °C: (a) para os grãos deformados e (b) para os grãos recristalizados.	52
Figura 32	– Mapas de orientação, obtidos por EBSD, para 03 (três) regiões distintas	
	da amostra RC	53
Figura 33	– FDOCs com seção de $\varphi_2 = 45^{\circ}$ obtida a partir dos mapas de orientação	
	da amostra RC	54
Figura 34	– Evolução das perdas magnéticas por histerese, obtidas através do cálculo	
	da área interna à curva de histerese, para um aço elétrico GNO com	
	1,28% Si laminado 70%	56
Figura 35	– Variação de perdas magnéticas obtidas para um aço elétrico GNO, com	
	3,2% Si e redução de espessura de $90%$, que foi submetido a diferentes	
	temperaturas de recozimento final.	56

Lista de tabelas

Tabela 1 –	Pesquisas relevantes relacionadas ao processo de fabricação e recristali-	
	zação dos aços elétricos GNO	33
Tabela 2 –	Composição química do aço elétrico GNO em estudo	34
Tabela 3 –	Nomenclatura adotada para as amostras utilizadas no desenvolvimento	
	deste trabalho.	35

Lista de abreviaturas e siglas

Al	Alumínio
DL	Direção de Laminação
DN	Direção Normal à superfície da chapa
DT	Direção Transversal à direção de laminação
EBSD	Electron Backscatter Diffraction
FDOC	Função de Distribuição de Orientações Cristalográficas
GNO	Grão não orientado
GO	Grão Orientado
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
Si	Silício

Sumário

1	INTRODUÇÃO	12
1.1	Objetivos	14
1.1.1	Objetivo Geral	14
1.1.2	Objetivos Específicos	14
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	15
2.1	Aços elétricos de grão não orientado	15
2.2	Textura cristalográfica	16
2.3	Figura de pólo	18
2.4	Função de distribuição de orientações cristalográficas	20
2.5	Electron Backscatter Diffraction	24
2.6	Textura de deformação	27
2.7	Textura de recristalização	28
2.8	Estado da Arte	30
3	MATERIAL E MÉTODOS	34
3.1	Material	34
3.2	Preparação das amostras	35
3.3	Obtenção dos mapas de orientação por EBSD	36
3.4	Obtenção das FDOCs	37
3.5	Fluxograma	37
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	38
4.1	Evolução da microtextura cristalográfica do aço elétrico GNO	
	para o estado laminado à frio	38
4.2	Evolução da microtextura cristalográfica do aço elétrico GNO	
	nas amostras com recristalização intermediária	41
4.3	Evolução da microtextura cristalográfica do aço elétrico GNO	
	na amostra recozida em caixa a 730 °C por 12 horas $\dots \dots \dots$	52
5	CONCLUSÕES	57
6	RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	58
	REFERÊNCIAS	59

1 Introdução

Os aços para fins elétricos, que podem ser de grão orientado ou grão não orientado, são materiais magnéticos macios, que apresentam maior facilidade de magnetização, sendo utilizados na construção dos núcleos de máquinas elétricas como motores, geradores, transformadores, reatores, com a função de conduzir e amplificar o fluxo magnético.

Os aços de grão orientado (GO) são produzidos de maneira a induzir uma forte textura cristalográfica do tipo $\{110\}<001>$, ou seja, quase a totalidade dos cristais que compõem a chapa têm seus planos $\{110\}$ paralelos à superfície da chapa, com a direção <001> paralela à direção longitudinal da chapa. Nesta condição, suas propriedades magnéticas são excelentes, mas apenas em uma direção. Por outro lado, muitas aplicações exigem isotropia de propriedades no plano da chapa, onde é mandatário o uso de aços de grão não orientado (GNO) (LANDGRAF *et al.*, 2002). Para estas aplicações, como no caso de máquinas rotativas, normalmente são utilizados aços GNO com 1-3,5% em peso de Si devido à sua natureza isotrópica no plano, onde as propriedades magnéticas são as mesmas em todas as direções (TALAAT *et al.*, 2021).

A principal função da adição de silício (Si) e alumínio (Al) no aço é aumentar a resistividade elétrica e, com isso, reduzir a parcela da perda magnética que é devida à correntes elétricas induzidas no núcleo, denominada perda por correntes parasitas (CUNHA, 2006).

Os aços siliciosos são fundamentais para a economia de aparelhos elétricos e oferecem a melhor combinação para transmissão e distribuição de energia elétrica. As propriedades requeridas destes aços são uma alta permeabilidade e indução, baixas perdas magnéticas e baixa magnetostrição. Uma alta permeabilidade e indução reduzem o tamanho e o peso das peças; baixas perdas magnéticas diminuem a geração de calor Joule e o consumo de energia; e uma baixa magnetostrição reduz o ruído (que aparece como zumbido) em transformadores e máquinas de alta capacidade (PETROVIC, 2010).

Uma das maneiras de obter alta permeabilidade é a produção de textura cristalográfica mais favorável para as propriedades magnéticas (CUNHA, 2006). A textura é um dos parâmetros mais importantes que determinam as propriedades magnéticas das chapas de aço, onde a textura ideal das chapas de aço silício não orientadas seria uma textura cúbica que apresente grãos com seus planos (001) ou (110) paralelos ao plano da chapa, além de uma distribuição uniforme da direção [100] (PETROVIC, 2010), sendo desejável aumentar os componentes de fibra θ e inibir a formação de componentes da fibra γ na textura final de recozimento (ZHANG *et al.*, 2019). Quanto às perdas magnéticas, uma de suas parcelas são as perdas histeréticas, que são muito sensíveis à microestrutura dos aços, beneficiando-se do aumento do tamanho de grão, redução dos teores de elementos formadores de inclusões não metálicas tais como os sulfetos, nitretos e óxidos e da melhoria da orientação dos cristais dentro da chapa (BOHN *et al.*, 2004).

A textura de recristalização é determinada pela textura dos núcleos formados no estágio inicial da recristalização e o aumento no número e no tamanho dos grãos recristalizados está diretamente relacionado ao aumento da temperatura de recozimento (PARK; SZPUNAR, 2003).

Freitas (2011) analisou a influência da recristalização parcial e da recristalização secundária na textura cristalográfica de um aço elétrico de grão não orientado (GNO) com reduções de 50% e 70% na espessura, obtidas por laminação industrial à frio, além de observar o comportamento das perdas magnéticas por histerese em função do nível de recristalização presente na microestrutura do material, onde foi observado que algumas amostras recristalizadas parcialmente apresentaram melhores propriedades magnéticas que a amostra completamente recristalizada através de processo final de recozimento. De forma semelhante, Ferreira (2018) analisou o comportamento microestrutural e de textura cristalográfica para diferentes estágios de recristalização de um aço elétrico de grão não orientado processado por laminação piloto à frio, fazendo um comparativo desses parâmetros com o melhor desempenho do material. Nesse estudo foram verificada a evolução da textura cristalográfica, através da técnica de difração de raios-x, para as condições de recristalização intermediária do material. Ao final do estudo foi identificado que a temperatura utilizada no processamento final de recozimento poderia ser reduzida, pois a textura encontrada em algumas das condições parcialmente recristalizadas eram semelhantes às do material final.

No presente estudo será realizada uma análise do comportamento da microtextura cristalográfica, através das técnicas de EBSD e FDOC, para diferentes estágios de recristalização intermediária de um aço elétrico com 1,28% p Si, processado por laminação piloto à frio, com redução de 50% de espessura, de forma à avaliar as influências das microtexturas cristalográficas de grãos deformados e recristalizados. Com isto, também será realizada uma nova avaliação do comportamento observado por Freitas (2011) e Ferreira (2018) para verificar se a possibilidade de redução da temperatura final de processamento do aço elétrico também é observada através da análise da microtextura cristalográfica.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo Geral

Analisar a evolução da microtextura cristalográfica, por meio das técnicas de *Electron Backscatter Diffraction* (EBSD) e Função de Distribuição de Orientações Cristalográficas (FDOC), para vários estágios de recristalização de um aço elétrico de grão não orientado e processado por laminação piloto.

1.1.2 Objetivos Específicos

- Obter os mapas de orientação por EBSD da evolução microestrutural para os estágios de recristalização do material;
- Obter as FDOCs a partir da evolução microestrutural apresentada nos mapas de orientação obtidos por EBSD para cada estágio de recristalização;
- Determinar as orientações particulares, a partir dos mapas de orientações, de grãos deformados e grãos recristalizados para os estágios de recristalização do material;
- Analisar a relação entre as orientações dos grãos deformados e grãos recristalizados para os estágios de recristalização do material.

2 Fundamentação Teórica

2.1 Aços elétricos de grão não orientado

Os aços elétricos de grão não orientado (GNO) podem ser divididos em três subfamílias: os aços siliciosos "totalmente processados", entregues pela usina já com baixo carbono e com recozimento final; os aços semi-processados, siliciosos ou não, comprados por empresas que fazem o tratamento térmico final em casa, e que são preparados para ter grande crescimento de grão nesse recozimento final; e os aços ABNT 1006/1008, que não são produzidos especialmente para fins eletromagnéticos, mas são usados em larga escala até mesmo sem recozimento, por serem os aços planos de mais baixo custo (LANDGRAF *et al.*, 2002).

Os aços elétricos GNO mais utilizados apresentam de 0,3% a 3% em peso de Silício (Si), embora vários estudos já mostrem que o aumento do teor de Si, até 6,5% em peso, seja benéfico para o material, onde estes apresentam maior permeabilidade, menor corrente de Foucault e perdas de histerese em altas frequências, e aproximadamente nenhuma magnetostrição quando comparados com os aços elétricos convencionais (LI *et al.*, 2015).

Porém, a produção de aços com alto teor de Si ainda não é viável economicamente visto que, devido a fragilidade provocada pelo aumento do teor de silício, sua fabricação envolve métodos não convencionais de produção como processamento termomecânico especial, solidificação rápida e recozimento de deposição. (OUYANG *et al.*, 2019).

A produção dos aços elétricos com baixo teor de Si utiliza técnicas como lingotamento contínuo, laminação a quente, laminação a frio e recozimento, que são processos amplamente utilizados e favorecem sua produção em massa. Essas técnicas afetam parâmetros importantes como o tamanho de grão e a textura cristalográfica do produto, que estão diretamente relacionadas com as propriedades magnéticas do material (JIAO *et al.*, 2017).

Para reduzir as perdas magnéticas, os núcleos das máquinas elétricas são formados por varias chapas de aço elétrico, laminadas e empilhadas, geralmente com espessura entre 0,65–0,35 mm, com isolamento entre as camadas (OUYANG *et al.*, 2019). A espessura final dessas lâminas é obtida através do processo de laminação a frio, que consiste em reduzir a espessura de um material com a aplicação de esforços compressivos, exercidos por meio de dois cilindros (GROOVER, 2016).

Quanto maior a deformação causada no processo de laminação a frio, menor o tamanho de grão final após o processo de recozimento. Além disso, as perdas de energia em amostras recozidas são maiores para níveis mais altos de deformação, indicando que o tamanho do grão é um dos principais parâmetros microestruturais que afetam o comportamento magnético das amostras recozidas (SALINAS-BELTRÁN *et al.*, 2016; PAN; ZHANG; XIE, 2016).

O tamanho de grão e a textura, juntamente com o teor de silício e a espessura das chapas de aço, são os principais parâmetros responsáveis pelas propriedades magnéticas do aço elétrico GNO (MEHDI *et al.*, 2019; SANJARI *et al.*, 2017).

O tamanho de grão e a textura final são gerados no último recozimento, resultado de recristalização e crescimento de grão. O tamanho de grão ideal para os aços elétricos GNO varia entre 100 μ m e 150 μ m (LANDGRAF; TAKANOHASHI; CAMPOS, 2001). Porém, a textura é o parâmetro mais difícil de controlar, sofrendo alterações durante todas as etapas de fabricação (MEHDI *et al.*, 2019).

2.2 Textura cristalográfica

A orientação cristalográfica refere-se a como os planos atômicos, em um volume de cristal, são posicionados em relação a uma referência fixa. Na maioria dos materiais, existe um padrão nas orientações que estão presentes e uma propensão para a ocorrência de certas orientações, causadas, em primeiro lugar, durante a cristalização à partir de um estado sólido fundido ou amorfo e, subsequentemente, por outros processos termomecânicos. Esta tendência é conhecida como orientação preferencial ou textura (RANDLE; ENGLER, 2000).

A textura pode ser genericamente definida como uma condição na qual a distribuição de orientações não é aleatória. Algumas vezes utiliza-se a expressão *textura aleatória* para ausência de orientação preferencial (PADILHA; JUNIOR, 2005). A Figura 1 ilustra essas orientações.

Figura 1 – Distribuição dos cristais: (a) de forma aleatória (sem textura); (b) de forma orientada (com textura).



Fonte: Freitas (2003).

Em geral, diz-se que a textura é formada por componentes. Uma componente é representada por uma orientação cristalina ideal próxima da qual as orientações de um razoável volume do material (número de grãos) se agrupam (FREITAS, 2011). A textura de uma chapa laminada é tal que a maioria dos grãos estão orientados com um plano cristalográfico (hkl) aproximadamente paralelo ao plano da superfície da chapa e com uma determinada direção [uvw] do plano (hkl) aproximadamente paralela à direção de laminação (DL). A notação (hkl)[uvw] ou {hkl}<uvw> é denominada orientação ideal (PADILHA; JUNIOR, 2005). A Figura 2 ilustra a orientação ideal (001)[110] que pode ser encontrada em chapas laminadas de metais e ligas com estrutura CCC.

Figura 2 – Componente (001)[110] em uma chapa laminada.



Fonte: Adaptado de Padilha e Junior (2005).

Um método normalmente empregado para medir texturas é por difração de raios-X usando um goniômetro de textura, cujo esquema é mostrado na Figura 3, que fornece uma medida da fração volumétrica de uma família particular de planos. Portanto, a textura obtida é um valor médio para todo o volume amostrado, tipicamente compreendendo milhares de grãos. Muito esforço foi feito durante os anos para refinar a técnica de raios-x e produzir um sistema padrão para fornecer dados quantitativos de textura em formatos convencionalmente aceitos. Esses sistemas são figuras de pólo ou função de distribuição de orientações cristalográficas (FDOC) (RANDLE; ENGLER, 2000).



Figura 3 – Geometria da técnica de difração de raios-x em um goniômetro de textura.

Fonte: Adaptado de Randle e Engler (2000).

2.3 Figura de pólo

Uma figura de pólo é uma projeção estereográfica que mostra a distribuição de pólos, ou normais aos planos, de um determinado plano (hkl) específico, usando eixos da amostra como eixos de referência. Para uma chapa, geralmente, esses eixos são a Direção de Laminação (DL), Direção Transversal à direção de laminação (DT) e Direção Normal à superfície da chapa (DN), de forma mutuamente perpendicular (PADILHA; JUNIOR, 2005).

A intensidade registrada em uma determinada orientação de amostra é diretamente proporcional à fração volumétrica de cristais que atualmente estão em condição de reflexão. Assim, a figura de pólo de uma amostra policristalina reflete a distribuição de orientações nessa amostra (RANDLE; ENGLER, 2000).

Uma análise de textura exige que o material tenha grãos relativamente finos. Nestes materiais com grãos finos, os polos dos diferentes grãos se superpõe e a visualização dos diferentes pólos e texturas é praticamente impossível. A visualização se torna então possível traçando-se linhas de iso-intensidade, que representam a intensidade de planos (hkl), tomando-se como unidade de medida a densidade de planos de uma amostra sem textura (PADILHA; JUNIOR, 2005).

A figura de pólo inversa mostra a densidade de pólos dos planos {hkl} paralelos a uma dada superfície da amostra sobre um triângulo característico do sistema cristalino do material (VIANA, 2001).

A Figura 4 mostra a figura de pólo inversa de uma chapa de aço laminada com oito reflexões representadas pelas direções [uvw] e pelos valores numéricos sobre as curvas de nível (curvas de isovalor) que estabelecem a intensidade de ocorrência da direção. As figuras

de pólo inversas também podem quantificar a textura de um determinado material através de mapas de cores, conforme exemplo mostrado na Figura 5, onde cada cor representa a orientação identificada naquele grão.

Figura 4 – Figura de pólo inversa da direção DN de uma chapa de aço laminada.



Fonte: Randle e Engler (2000).

Figura 5 – Mapa de orientações obtido por EBSD de um aço elétrico GNO com 1,12% Si encruado 8% por laminação a frio e recozido a 787 °C por 60 minutos.



Fonte: Bennett, Kalu e Rollett (2006).

A forma mais tradicional e direta para se descrever a medida de textura é a figura de pólo, mas as informações nelas contidas são incompletas ou semiquantitativas, visto que apenas os planos {hkl} são representados. Uma descrição mais completa da textura pode ser obtida com o auxílio da função de distribuição de orientações cristalográficas (FDOC) (OLIVEIRA, 2009).

2.4 Função de distribuição de orientações cristalográficas

A Função de distribuição de orientações cristalográficas (FDOC) especifica a frequência de ocorrência de determinadas orientações em um espaço tridimensional. Este espaço é definido por três ângulos de Euler, os quais constituem um conjunto de três rotações consecutivas que precisam ser aplicadas a cada cristal para tornar o seu eixo cristalográfico <100> coincidente com o eixo da amostra ou corpo de prova (PADILHA; JUNIOR, 2005). Em uma chapa laminada isso corresponde a rotacionar o cristal para deixar os eixos [100], [010] e [001] coincidentes com as direções DL, DT e DN da chapa, respectivamente.

Segundo Randle e Engler (2000), uma notação para expressar os ângulos de Euler foi proposta por Bunge (1965), onde são utilizados os ângulos φ_1 , $\Phi \in \varphi_2$. Segundo essa notação, as rotações ocorrem da seguinte forma:

- 1. φ_1 rotaciona em torno da direção normal, DN, transformando a direção transversal, DT, em DT' e a direção de laminação, DL, em DL';
- 2. Φ rotaciona em torno do eixo DL' transformando o eixo DN em DN';
- 3. φ_2 rotaciona em torno de DN'.

O efeito dessas três rotações pode ser observado na Figura 6.

Figura 6 – Diagrama mostrando a rotação de acordo com os ângulos de Euler, na ordem 1, 2, 3, descrevendo a rotação entre os eixos da amostra e do cristal.



Fonte: Adaptada de Randle e Engler (2000).

A FDOC é representada em seções de φ_2 = constante e cada seção possui curvas de nível de isovalor que serão interpretadas por ábacos anteriormente descritos. Comumente

se apresenta a textura de aços usando apenas a seção de $\varphi_2 = 45^{\circ}$ (conforme notação de Bunge), pois ela contém os principais planos e direções para análise desses materiais no que diz respeito à textura cristalográfica (FREITAS, 2011). Esses planos e direções podem ser interpretados através do ábaco mostrado na Figura 7a, possuindo este, três fibras características α (<110> // DL), γ (<111> // DN) e θ (<001> // DN). A fibra θ , em algumas literaturas, também é representada como fibra λ .

As seções $\varphi_2 = 45^{\circ}$ das FDOCs fornecem detalhes de todos os componentes de textura presentes no aço, no entanto, a presença de fibra θ e fibra η (<001> // DL) é importante para os aços elétricos com adição de Si para melhores propriedades magnéticas, essas fibras podem ser observadas em seções de $\varphi_2 = 90^{\circ}$, como mostrado na Figura 7b. A presença de ambas essas fibras é considerada benéfica para o desenvolvimento de textura favorável do aço elétrico GNO laminado a frio, resultando em menor valor de perda do núcleo (SAHOO *et al.*, 2018).

Figura 7 – Seções padrão (a) $\varphi_2 = 45^{\circ}$ e (b) $\varphi_2 = 90^{\circ}$ mostrando a posição dos principais componentes de textura e fibras nos aços cúbicos de corpo centrado, conforme a notação de Bunge.



Fonte: Sahoo et al. (2018).

A Figura 8, obtida em Ferreira (2018), mostra a FDOC em seção constante de $\varphi_2 = 45^{\circ}$, na notação de Bunge, representando a textura cristalográfica de um aço elétrico laminado a frio, onde pode-se observar a formação da fibra γ (<111> // DN) com intensidade 3 e a formação da fibra θ (<001> // DN) com intensidade 4. A fibra θ é a textura mais desejada nos aços elétricos, diferentemente da fibra γ , que é considerada prejudicial para as propriedades magnéticas (MEHDI *et al.*, 2019; SONBOLI *et al.*, 2015).

As FDOCs apresentadas nas Figuras 8, 9, 10 e 11, mostram comportamentos de textura típicos para aços elétricos com diversas composições químicas que foram submetidos

ao processo de laminação a frio.

Figura 8 – FDOC com seção constante de $\varphi_2=45\,^\circ$ de um aço elétrico com 1,28% Si, laminado a frio com redução de 50% .



Fonte: Ferreira (2018).

Figura 9 – FDOC com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$ para uma amostra de aço elétrico GNO com 1,3% Si, laminada 50% a frio.



Fonte: Jiao et al. (2020).

Figura 10 – FDOC com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$ para um aço elétrico GNO com 3,1% Si, laminada 84% a frio.



Fonte: Li *et al.* (2021).

Figura 11 – FDOC com seção constante $\varphi_2=45\,^\circ$ para um aço elétrico GNO com 1,3% Si, laminada 79% a frio.



Fonte: Jiao et al. (2018).

As linhas de isointensidades indicadas nas FDOCs representam quantas vezes uma determinada orientação é mais forte do que uma orientação considerada aleatória. Uma orientação com intensidade 4, por exemplo, indica que a frequência com que essa orientação está presente na amostra é 4 vezes maior que a aleatória.

Ao contrário das figuras de polo, as FDOCs não podem ser medidas diretamente por meio de técnicas de difração, mas precisam ser calculados a partir dos dados de figuras de pólo, tipicamente de um conjunto de várias figuras de polo obtidas de uma dada amostra. Os dados experimentais são então calculados por um esquema de mínimos quadrados que reduz o impacto de erros de medição (RANDLE; ENGLER, 2000).

2.5 Electron Backscatter Diffraction

Como mencionado anteriormente, a textura obtida através da técnica de difração de raios–X, também conhecida como macrotextura, é um valor médio para todo o volume amostrado, tipicamente compreendendo milhares de grãos. As figuras de pólo resultantes representam um número enorme de grãos, mas a orientação de cada grão individual não pode ser identificada no conjunto de resultados. Isso se torna possível através da determinação da microtextura utilizando a técnica de *Electron Backscatter Diffraction* (EBSD), onde é medida a orientação de cada grão individualmente (PADILHA; JUNIOR, 2005).

O método de EBSD é baseado na aquisição de imagens através de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e é muito utilizada no estudo de microestruturas e texturas cristalográficas de metais (HUMPHREYS, 2004).

O equipamento de aquisição do EBSD geralmente compreende uma câmera especial, sensível a pequenas quantidades de luz, e um sistema de processamento de imagem para média de padrões e subtração de fundo. A Figura 12 é um diagrama esquemático mostrando componentes de um sistema EBSD (HUMPHREYS, 2001).



Figura 12 – Componentes de um sistema EBSD.

Fonte: Adaptada de Randle e Engler (2000).

Na técnica de EBSD um feixe de elétrons deve incidir sobre a amostra, que é inclinada a aproximadamente 70° em relação ao plano horizontal para reduzir o percurso dos elétrons e a sua absorção. Essa técnica aliada a um MEV permite conhecer a orientação

da rede cristalina com resolução espacial de até 50 nm, o que a torna muito utilizada para obter informação cristalográfica ou microestrutural local (SCHWARTZ *et al.*, 2000).

Muitos elétrons do feixe incidente ao colidirem com os átomos da amostra sofrem espalhamento e produzem um feixe divergente logo abaixo da superfície. Este feixe divergente de elétrons, por sua vez, incide nos planos cristalinos do cristal em todas as direções e sofrem espalhamento elástico. Quando a lei de Bragg é satisfeita, cones de difração são formados. Cada conjunto de planos cristalinos forma dois cones de difração: um proveniente do lado superior do plano e outro proveniente do lado inferior, conforme é visto na Figura 13. A intersecção dos cones de Kikuchi com um filme fotográfico ou com uma tela fosforescente, colocada na frente da amostra, resulta em pares de linhas paralelas: uma clara e outra escura. Os elétrons espalhados inelasticamente contribuem para a formação de um fundo difuso (PADILHA; JUNIOR, 2005).

Figura 13 – Diagrama esquemático mostrando a formação de um par de linhas de Kikuchi.



Fonte: Adaptada de Randle e Engler (2000).

As linhas de Kikuchi são projeções dos planos cristalinos do cristal. A figura de difração é constituída por conjuntos de pares de linhas paralelas sobre um fundo difuso. A distância entre cada par de linhas é inversamente proporcional ao espaçamento interplanar da respectiva família de planos. Em alguns pontos, vários pares de linhas se interceptam, conforme ilustra a Figura 14. Estes pontos de interseção estão associados com os respectivos eixos das zonas de planos. Indexar a figura de difração significa identificar os planos presentes (pares de linhas paralelas) e os eixos das zonas (PADILHA; JUNIOR, 2005).



Figura 14 – Diagrama esquemático mostrando um padrão de Kikuchi.

Fonte: Padilha e Junior (2005).

Os dados necessários para a análise microestrutural quantitativa usando EBSD são geralmente obtidos na forma de um mapa de orientação (HUMPHREYS, 2001), como o mostrado na Figura 15, onde pode-se observar um interessante resultado obtido por EBSD em uma liga metálica Al-Fe-Mn que foi deformada por laminação a frio e em seguida submetida a um tratamento térmico de recozimento nas temperaturas de 250 °C, 300 °C e 350 °C. Os grãos deformados são característicos por possuírem pequenos grãos (subgrãos) em seu interior, representados pelas linhas claras nos contornos. Na Figura 15d há uma separação dos grãos deformados da Figura 15b, que estão na cor cinza, dos grãos recristalizados da mesma figura, que estão coloridos. Cada cor sobre os grãos coloridos na Figura 15d representa uma orientação cristalográfica (microtextura). Figura 15 – Mapa de EBSD mostrando as mudanças microestruturais durante o recozimento de uma liga metálica Al-Fe-Mn deformada por laminação a frio e recozida a (a) 250 °C, (b) 300 °C, (c) 350 °C e (d) mesmo mapa de (b) separando os grãos deformados (cor cinza) dos grãos recristalizados (coloridos).



Fonte: Jazaeri e Humphreys (2004).

2.6 Textura de deformação

A textura em materiais metálicos pode ser decorrente de vários fatores, dois dos mais importantes são: texturas resultantes de deformação plástica e texturas de recristalização devido a tratamento térmico após a deformação plástica (BERKOWITZ; KNELLER, 1969).

Os cristais, ou grãos, de agregados policristalinos como os materiais metálicos se

orientam com a deformação plástica de maneira que determinadas direções cristalográficas se posicionam segundo às direções principais da estrutura cristalina do metal. Essa distribuição de orientação caracteriza a textura de deformação (FREITAS, 2003).

Iniciando-se o processo de deformação a partir de um metal sem textura definida, isto é, com orientação aleatória dos cristais constituintes em um processo de laminação, por exemplo, somente nota-se a presença de textura de deformação quando se atinge reduções de 30% ou mais. O processo se completa somente com elevadas reduções, em torno de 90%. Se existe uma textura inicial que é próxima daquela que se pretende obter, pode-se atingir essa última com menores intensidades de deformação. De qualquer forma, a textura inicial não influencia na natureza da textura final, pois essa depende mesmo é do tipo de processo de deformação plástica ao qual o metal será submetido (FILHO *et al.*, 1991).

A textura formada no processo de laminação a frio de chapas de aço é marcada pelo reforço da fibra α (componente que tem a direção <110> paralela à direção de laminação) e da fibra γ (componente que tem um plano (111) paralelo à superfície) (LANDGRAF; TAKANOHASHI; CAMPOS, 2001).

2.7 Textura de recristalização

Quando um metal deformado é submetido ao tratamento térmico de recozimento pode ocorrer recuperação e/ou recristalização, dependendo do grau de deformação, do tempo e principalmente da temperatura de recozimento. Geralmente, o recozimento em temperaturas mais baixas de materiais levemente encruados causa apenas recuperação e pequena ou nenhuma modificação da textura de deformação (FREITAS, 2003).

Recozimento em temperaturas mais elevadas causa frequentemente recristalização. A ocorrência de recristalização pode gerar orientações cristalográficas preferenciais (formação de textura) completamente diferente daquela gerada pela deformação. Na realidade, a recristalização pode tanto levar à ausência de textura, como desenvolver componentes de textura extremamente intensas ou, simplesmente, não alterar a textura de deformação (LIMA; LIMA; PADILHA, 2001).

O caráter e o grau de perfeição da textura de recristalização dependem do tipo de tratamento de deformação, do grau e temperatura da última deformação, da temperatura e tempo do último recozimento, do grau de deformação intermediário, da composição em elementos de liga, das impurezas, do tamanho do grão antes da deformação a frio e de outros fatores. Consequentemente, muito mais fatores influenciam na textura de recristalização do que na textura de deformação. Como regra, quanto mais perfeita a textura de deformação, mais precisamente forma-se a correspondente textura de recristalização (FREITAS, 2003).

Para explicar a textura que se forma durante a recristalização, foram propostas duas

hipóteses: nucleação orientada e crescimento orientado. A teoria da nucleação orientada assume que ocorre, com frequência, a formação de núcleos com a mesma orientação cristalográfica da textura de recristalização, ou seja, os núcleos iniciais determinam a textura final do material. Já a teoria do crescimento orientado assume que ocorre a formação de núcleos com várias orientações, mas que somente alguns núcleos, com orientações específicas em relação à matriz, crescem mais rapidamente e, portanto, denominam a textura de recristalização (LIMA; LIMA; PADILHA, 2001).

Na Figura 16, são mostrados dois mapas, obtidos por Park e Szpunar (2003) através da técnica de EBSD, da microestrutura de um aço elétrico de grão não orientado com 2% Si, laminado a frio com redução de 75% e recozido a 790 °C com uma fração recristalizada de 8%. Os mapas mostram a origem e a orientação dos grãos recristalizados, que são pequenos e equiaxiais, e também dos grãos deformados, com orientação (111) ao longo da fibra γ .

Figura 16 – Origem dos grãos recristalizados (111) em uma amostra de um aço elétrico com 2% Si laminado 75% a frio.



Fonte: (PARK; SZPUNAR, 2003).

A imagem da Figura 17, elaborada por Ferreira (2018), mostra o perfil de microdureza de um aço elétrico com a mesma composição química do material que é utilizado neste trabalho e está descrito na Tabela 2. Nesta imagem é possível identificar o comportamento de microdureza do aço elétrico ao longo do processo de recristalização, onde nas temperaturas iniciais se espera encontrar uma textura de deformação e a partir de 585 °C o material passa a apresentar uma textura de recristalização. Figura 17 – Perfil de microdureza para um aço elétrico GNO com 1,28% de Si, que foi laminado 50% a frio e submetido a diferentes temperaturas de tratamento térmico.



2.8 Estado da Arte

Mehdi *et al.* (2019) comparou as propriedades magnéticas de um aço elétrico GNO, com 3,2% Si e laminado 90% à frio, para diferentes combinações de tempo e temperatura de recozimento e identificou que as melhores propriedade magnéticas foram identificadas na amostra recozida à 850 °C por 60 minutos, sendo comparáveis às do aço elétrico de grão orientado comercial. Nesse estudo também foi identificado que o recozimento em temperaturas maiores que 750 °C resultam no aumento da fibra θ , magneticamente favorável, e na supressão da fibra γ , magneticamente prejudicial.

Hawezy e Birosca (2021) observou as diferenças na recristalização de fibras $\alpha e \gamma e$ seu impacto na formação da textura Cubo em aços elétricos GNO com 2,33% Si e 3,32% Si, constatando que o aumento do teor de silício resulta em um processo de recristalização mais lento e que a fibra γ recristaliza a uma taxa mais alta em comparação à fibra α . Nesse estudo também foi observado que a baixa taxa de nucleação da fibra α foi favorável para o crescimento dos núcleos Cubo, resultando em grãos maiores a medida que consomem a matriz deformada, e taxas de recuperação mais baixas promovem um mecanismo de recristalização de grãos Cubo a partir de subgrãos de textura Cubo ou próximas à essa. Além disto foi verificado que os grãos de textura Goss recristalizam preferencialmente a partir da textura deformada da fibra γ .

Zhang et al. (2019) estudou um método para produzir aços elétricos GNO de baixa

espessura e alta permeabilidade, avaliando o comportamento da microtextura quando submetido à processos de recozimento intermediário em diferentes temperaturas antes da laminação final à frio e observou que o processo de recozimento intermediário favoreceu o fortalecimento das fibras $\theta \in \alpha$ enquanto houve a redução da fibra γ após o recozimento final, resultando no aumento da indução magnética e na redução da anisotropia magnética, efeitos benéficos para o material. Além disso, constatou que a redução de espessura do material tem grande contribuição para a redução das perdas magnéticas.

Sahoo *et al.* (2018) avaliou o comportamento de recristalização e textura de aços elétricos quanto ao aumento do teor de silício e a adição dos elementos de liga Sn, Sb e P, e identificou que, tanto o aumento do teor de silício quanto a adição dos elementos de liga em pequenas quantidades, causam o aumento da temperatura de recristalização e a redução das perdas magnéticas no material, sendo este último atribuído ao surgimento de texturas favoráveis de componentes da fibra θ .

Mehdi *et al.* (2020) analisou a evolução da textura Cubo em um aço elétrico GNO com 2,8% Si, que foi submetido à um processo de laminação à frio inclinada para criar uma textura Goss rotacionada ($\{110\} < 110 >$), que não é comumente observada após o processo de laminação à quente, e observou que a textura Goss rotacionada proporcionou o surgimento de núcleos de cristais Cubo, que foram formados principalmente nos contornos de grão e nas bandas de cisalhamento, e devido às menores energia do que as áreas adjacentes dentro das bandas de cisalhamento, os grãos Cubo permaneceram durante o processo de crescimento de grão, formando uma forte textura Cubo após o recozimento final.

Li *et al.* (2021) estudou o comportamento de recristalização e propriedades magnéticas de um aço elétrico GNO com 3,1% Si submetido à tratamentos de normalização em diferentes temperaturas antes do processo de laminação à frio e identificou que o tamanho do grão previamente normalizado influenciou diretamente na microestrutura deformada e na cinética de recristalização. A microestrutura deformada das amostras normalizadas de grãos finos exibiu uma cinética lenta no estágio inicial de recristalização, que favoreceu o crescimento de grãos γ ao consumir os grãos θ e α adjacentes, enquanto que as amostras normalizadas de grãos grossos mostraram uma cinética rápida no estágio inicial de recristalização, favorecendo a recristalização rápida dos grãos γ , porém os grãos θ deformados recristalizaram lentamente, dificultando de serem consumidos pelos grãos adjacentes e favorecendo a formação de uma forte fibra θ , o que resultou no aumento da indução magnética do material. No entanto, o aumento excessivo dos grãos, a partir de certo ponto, resultou em um aumento das perdas magnéticas e prejudicou a trabalhabilidade à frio do material.

Jiao *et al.* (2020) estudou a evolução da microestrutura e textura de um aço elétrico com 1,3% Si durante a laminação a frio e o recozimento, objetivando revelar o

comportamento de deformação de grãos Cubo, sua origem e mecanismos de formação da textura de recristalização. Foi identificado que, durante a laminação à frio, grãos com estrutura inicial Cubo rotacionam seguindo determinados caminhos de orientações, desenvolvendo uma forte textura de fibra α^* . Além disso, os grãos Cubo tendem a nuclear em bandas de deformação e de cisalhamento específicos, sendo as bandas de deformação $\{114\}<481>$ e $\{112\}<241>$ as que fornecem maior frequência de nucleação de grãos Cubo. Por fim, foi identificado que uma espessura fina da chapa e microestrutura inicial grosseira com forte textura $\{100\}$ são os principais fatores para produzir forte textura Cubo e Goss em aços elétricos GNO.

An *et al.* (2019) analisou o efeito do tamanho de grão antes da laminação final à frio na microestrutura, textura e propriedades magnéticas de uma aço elétrico GNO com 0,9% Si que foi submetido a laminação à frio de baixa redução (5%-11%) e recozimento intermediário, para proporcionar o aumento do tamanho de grão antes da laminação final à frio. Foi observado que o aumento do tamanho de grão antes da laminação final à frio promoveu a geração de muitas bandas de cisalhamento, o que resultou no enfraquecimento da fibra γ e no aprimoramento da fibra θ e textura Goss, levando à melhoria das propriedades magnéticas do material.

A Tabela 1 mostra detalhes sobre os trabalhos apresentados nesta seção.

Tabela 1 – Pesquisas relevantes relacionadas ao processo de fabricação e recristalização dos aços elétricos GNO.

Autor	Título	Material utilizado	Tratamento do material	Procedimentos de análise	
Mehdi <i>et al.</i> (2019)	Non-oriented electrical steel with core losses comparable to grain-oriented electrical steel	FitudoMaterial donzadoFitudamento do interciented electrical vith core losses rable to oriented cal steelAço elétrico GNO com 3,2% SiTratamento térmico recozimento com temperatura variand entre 750 °C e 1150 °C		Caracterização de microtextura por EBSD, medições magnéticas de ruído e medição de perdas magnéticas	
Hawezy e Birosca (2021)	Disparity in recrystallization of α - & γ -fibers and its impact on Cube texture formation in non-oriented electrical steel	Aço elétrico GNO com 2,33% Si e 3,32% Si	Tratamento térmico de recozimento à 850 °C com variação de tempo	Caracterização de microtextura por EBSD e FDOC e evolução da densidade de discordâncias	
Zhang <i>et al.</i> (2019)	et al. (2019) Microstructure and texture evolution of thin-gauge non-oriented silicon steel with high permeability produced by twin-roll strip casting Aço elétrico GNO $com 3,26%$ Si		caracterização de microtextura por EBSD, macrotextura por difração de raios-x, FDOCs e medição de perdas magnéticas		
Sahoo <i>et al.</i> (2018)	Recrystallization behaviour and texture of non-oriented electrical steels	aço elétrico GNO com variação do teor de Si e adição de elementos de liga Sn, Sb, P	Tratamento térmico de recozimento à 950 °C.	Caracterização morfológica do material, microtextura por EBSD, FDOCs, medição de perdas magnéticas	
Mehdi <i>et al.</i> (2020)	The evolution of cube ({001}<100>) texture in non-oriented electrical steel	Aço elétrico GNO com 2,8% Si	Laminação à frio inclinada 55° e recozimento final à 750 °C	Caracterização de microtextura por EBSD, FDOCs	
Li et al. (2021)	Dependence of recrystallization behavior and magnetic properties on grain size prior to cold rolling in high silicon non-oriented electrical steel	Aço elétrico GNO com 3,1% Si	Normalizados em temperaturas variando entre 750 °C e 1050 °C antes da laminação à frio e recozimento final à 925 °C	Macrotextura medida por difração de raios-x, caracterização de microtextura por EBSD, FDOCs, perdas magnéticas	
Jiao <i>et al.</i> (2020)	Texture evolution in twin-roll strip cast non-oriented electrical steel with strong Cube and Goss texture	Aço elétrico GNO com 1,3% Si	Tratamento térmico de recozimento nas temperaturas de 800 °C, 900 °C e 1000 °C	Caracterização por microscopia óptica, microtextura por EBSD, FDOC	
An <i>et al.</i> (2019)	Improving magnetic properties of non-oriented electrical steels by controlling grain size prior to cold rolling	Aço elétrico GNO com 0,9% Si	Laminação à frio de baixa redução, seguido de recozimento intermediário, laminação final à frio e recozimento final a 930 °C	Caracterização por microscopia óptica, microtextura por EBSD, FDOC, perdas magnéticas	

Fonte: O autor.

3 Material e Métodos

3.1 Material

O material utilizado no desenvolvimento do presente trabalho é um aço elétrico de grão não orientado (GNO), com 1,28% de Si, processado por laminação piloto a frio com 50% de redução, atingindo espessura final de 1,2 mm. O processo de laminação piloto pode ser entendido como um processo de laminação em pequena escala, utilizado como uma "laminação teste", antes do processo de laminação industrial em grande escala. É comum a sua utilização em laboratórios, para fins de pesquisa, com utilização de equipamentos de pequeno porte.

O material foi produzido pela empresa USIMINAS e fornecido em forma de chapas com dimensões de 60 mm x 30 mm x 1,2 mm, onde a direção de laminação (DL) está de acordo com a maior dimensão e a composição química é apresentada na Tabela 2.

	Co	ncentra	ção dos	Elemen	tos ($\%$	Peso)	•		
С	Mn	Si	Р	S	Al	Nb	V	Ti	В
$0,\!050$	$0,\!290$	$1,\!280$	0,025	0,014	0,036	-	-	-	-
			Fonte	: O auto	r.				

Tabela 2 – Composição química do aço elétrico GNO em estudo.

Após o processo de laminação piloto a frio, as chapas foram tratadas termicamente pela empresa USIMINAS até atingir as temperaturas de 575 °C, 580 °C, 585 °C, 595 °C e 620 °C, onde, ao atingir estas temperaturas, as amostras eram imediatamente removidas do forno. Por fim, uma amostra foi recozida em caixa a 730 °C por 12 horas, para garantir sua completa recristalização.

Ao todo, foi confeccionada uma amostra para cada condição descrita anteriormente, totalizando 7 condições que serão analisadas. A descrição destas condições e a nomenclatura adotada neste trabalho são apresentadas na Tabela 3.

Amostra	Denominação
m LF	Processada por laminação piloto a frio
TT575	Tratada termicamente até $575^{\rm o}{\rm C}$
TT580	Tratada termicamente até 580 °C
TT585	Tratada termicamente até $585^{\rm o}{\rm C}$
TT595	Tratada termicamente até $595^{\rm o}{\rm C}$
TT620	Tratada termicamente até $620^{\circ}\mathrm{C}$
\mathbf{RC}	Recozida em caixa a 730 °C por 12 horas
	Fonte: O autor.

Tabela 3 – Nomenclatura adotada para as amostras utilizadas no desenvolvimento deste trabalho.

3.2 Preparação das amostras

O processo de preparação das amostras foi realizado de acordo com os procedimentos e sequência descritos abaixo:

- Obtenção da amostra: Corte da amostra na condição recebida em amostras retangulares menores de dimensões 15 mm x 25 mm x 1,2 mm, onde a direção de laminação (DL) está de acordo com a maior dimensão;
- Embutimento à quente em baquelite. Foi utilizada uma prensa de embutimento, da marca Arotec e modelo PRE-30Mi. O embutimento foi necessário para facilitar o manuseio da amostra durante os processos de lixamento e polimento pois a espessura da amostra é muito fina e poderia causar algum tipo de acidente durante estes processos;
- Lixamento utilizando lixas nas granulometrias 320, 400, 600, 1200, 2500. A escolha de iniciar o lixamento utilizando a granulometria de 320 foi devido a espessura da chapa ser muito fina (1,2 mm). Utilizar as lixas de granulometria 80 ou 100, que normalmente são utilizadas no lixamento inicial, poderia resultar em furos no material, impossibilitando a utilização da amostra. No processo de lixamento foi utilizada uma politriz/lixadeira metalográfica, de marca Arotec e modelo Aropol;
- Polimento mecânico, em baixa rotação, em politriz elétrica, onde foi utilizada pasta de diamante nas granulometrias de 6μ, 3μ, 1μ e lubrificante para polimento de metais ferrosos;
- Polimento de acabamento em maquina semi-automática para polimentos. O procedimento foi realizado em máquina da marca Buehler e modelo Minimet 1000,

utilizando solução de sílica OPS, 0.04μ , e água destilada. Os parâmetros configurados na máquina foram: rotação = 10 rpm e força = 1 lbs, durante um tempo de aproximadamente 3 horas por amostra.

3.3 Obtenção dos mapas de orientação por EBSD

A técnica de EBSD foi utilizada para determinar a microtextura cristalográfica com o objetivo de avaliar a evolução microestrutural para os estágios de recristalização do material. Os mapas de orientação foram obtidos com o uso de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) equipado com sistema para EBSD. O equipamento utilizado é mostrado na Figura 18a.

Para a obtenção dos mapas de orientação, a amostra foi posicionada no suporte e inclinada 70° em relação ao canhão de elétrons, para reduzir o percurso dos elétrons e melhorar a resolução da formação da imagem, essa configuração pode ser vista na Figura 18b. A distância máxima utilizada entre o feixe de elétrons e a amostra foi de aproximadamente 22 mm com uma tensão de 20 kV, uma corrente de 75 μ A e ampliação de 1000x.

Foi utilizado o software HKL CHANNEL 5 para a obtenção e processamento das imagens de EBSD através dos módulos *FLAMENCO - ACQUISITION* e *TANGO - MAPPING*, respectivamente, onde no software *TANGO - MAPPING* foi utilizada uma desorientação mínima entre grãos de 15 ° para a identificação dos contornos.

Figura 18 – Configuração do procedimento na técnica de EBSD mostrando: (a) o Microscópio Eletrônico de Varredura (Fabricante: PHILIPS / Modelo: XL30) com sistema para EBSD (Fabricante: HKL / Modelo: NORD LYS) e (b) o posicionamento da amostra no interior do MEV.



(a)

(b)

Fonte: O autor.

3.4 Obtenção das FDOCs

As Funções de Distribuição de Orientações Cristalográficas (FDOC) foram obtidas a partir dos mapas de orientação adquiridos através da técnica de EBSD. Os mapas de orientação foram processados com a utilização do MTEX, através do software Matlab. O MTEX é uma ferramenta de MATLAB, gratuita e de código aberto, para analisar e modelar texturas cristalográficas por meio de EBSD ou dados de figuras de polo.

Todas as FDOCs que foram obtidas representam uma seção constante de $\varphi_2 = 45^{\circ}$ do espaço de Euler. Para uma melhor análise dos resultados de microtextura cristalográfica, as FDOCs foram segmentadas de forma a ser possível representar os grãos deformados separadamente dos grãos recristalizados. A definição dos grãos deformados e recristalizados das FDOCs foi realizada utilizando um critério de desorientação cristalográfica entre 5° e 10°.

3.5 Fluxograma

Para uma visão simplificada da metodologia utilizada na obtenção dos resultados, o fluxograma das atividades realizadas pode ser observado na Figura 19.



Figura 19 – Fluxograma de atividades.

Fonte: O autor.

4 Resultados e Discussões

Os mapas de orientação, obtidos por EBSD, desde o estado laminado a frio por laminação piloto até o estado recozido em caixa a 730 °C por 12 horas podem ser visualizados nas Figuras 20, 22, 24, 26, 28, 30 e 32. Em cada figura podem ser observados os mapas de orientação obtidos para três regiões distintas da amostra, onde todas as orientações compreendidas pelos mapas estão fazendo referência a figura de polo inversa, que pode ser observada na parte inferior direita das imagens.

Porém, apenas com as observações realizadas através da análise dos mapas de orientação ainda não é possível afirmar com precisão as orientações presentes na microestrutura cristalográfica do material. Para uma análise mais assertiva, nesta seção também são apresentadas as FDOCs, que foram extraídas à partir dos mapas de orientação das três regiões distintas de cada amostra.

As FDOCs, com exceção das amostras LF e RC, foram divididas em dois grupos: para cada amostra foram obtidas as FDOCs dos grãos deformados e as FDOCs dos grãos recristalizados. Com isto é possível acompanhar a evolução das orientações cristalográficas com o aumento da temperatura, tanto para a condição deformada quanto para a recristalizada.

A FDOC para os grãos recristalizados da amostra LF não é apresentada porque no processo de laminação a frio não ocorre recristalização dos grãos. De maneira semelhante, a FDOC para os grãos deformados da amostra RC não é apresentada pois, ao final do recozimento, a amostra já se encontra completamente recristalizada.

Para uma melhor identificação das orientações apresentadas nas FDOCs foi utilizado o ábaco apresentado na Figura 7a, que mostra as principais orientações para as FDOCs com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$.

4.1 Evolução da microtextura cristalográfica do aço elétrico GNO para o estado laminado à frio

O mapa de orientação para o estado laminado por laminação piloto a frio (Figura 20) apresenta grãos alongados em uma determinada direção, caracterizando uma microestrutura composta por grãos deformados. Também pode ser observada a presença quase exclusiva de grãos verdes, contribuindo com a orientação (101), e grãos azuis, contribuindo com a orientação (111), de acordo com a figura de polo inversa.

Os pontos escuros, presentes em todas as imagens, são regiões que não foram

identificadas através do EBSD, isso ocorre pois a dificuldade na identificação das regiões aumenta com o aumento do grau de deformação da amostra, logo, para a deformação utilizada de 50%, esse é um comportamento esperado.

Figura 20 – Mapas de orientação, obtidos por EBSD, para 03 (três) regiões distintas da amostra LF.



Fonte: O autor.

A FDOC para os grãos deformados da amostra laminada a frio, mostrada na Figura 21 e que foi obtida a partir dos mapas de orientação da Figura 20, apresentou os valores de maior intensidade nas orientações $(001)[1\overline{1}0]$, com intensidade próxima de 11, e $(001)[\overline{1}\overline{1}0]$, com intensidade próxima de 12, de acordo com a escala de cores apresentada na lateral direita da imagem.

Na FDOC da Figura 21 também podem ser observadas fortes intensidades ao longo da fibra α e baixíssima presença de componentes γ . Para uma melhor interpretação das orientações identificadas nas FDOCs, pode ser utilizada a Figura 7a, que mostra as orientações típicas encontradas nas FDOCs com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$.

Figura 21 – FDOC com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$, obtida por EBSD, da amostra LF.



Fonte: O autor.

Ferreira (2018), durante o estudo da evolução da textura cristalográfica de um aço elétrico GNO com 1,28% de Si, através de FDOCs em seção constante de $\varphi_2 = 45^{\circ}$ na notação de Bunge (Figura 8), observou comportamento semelhante ao mostrado na Figura 21, identificando que o material laminado a frio apresentou baixa formação da fibra γ (<111> // DN), com intensidade 3, e as maiores intensidade nas orientações (001)[110] e (001)[110], com valor 6, onde essas últimas orientações são benéficas para as propriedades magnéticas do aço elétrico GNO.

Um outro estudo, que apresentou resultado semelhante ao da Figura 21, foi realizado por Jiao *et al.* (2020), que observou que o aço elétrico com 1,3% Si, laminado a frio com redução de 50%, apresenta baixíssima presença de componentes de fibra γ e textura de fibra α concentrada nos componentes (001)[110] e (001)[110], conforme apresentado na Figura 9. Comportamento similar também foi observado por Freitas (2011), onde ao analisar a textura cristalográfica de um aço elétrico com 1,3% Si, laminado 50% a frio, foi constatada a presença do componente $(001)[1\bar{1}0]$, $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$, fibra α e fibra γ , sendo que a intensidade das orientações $(001)[1\bar{1}0]$ e $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ são superiores às demais.

Landgraf, Takanohashi e CAMPOS (2001) falam que a laminação a frio de chapas de aço reforça a fibra α (componentes que tem a direção <110> paralela à direção de laminação) e a fibra γ (componentes que tem um plano (111) paralelo à superfície). Esse comportamento pode ser observado na Figura 20, que mostra a predominância de coloração verde e azul, indicativas destas fibras.

No entanto, Jiao *et al.* (2020) identificou que o aumento da fibra γ , no processo de laminação a frio, é favorecido pelo aumento da taxa de deformação utilizado. Freitas (2011) também observou que altas taxas de deformação ocasionam a redução dos componentes $(001)[1\overline{10}] e (001)[\overline{110}] e$ da fibra α . Com isto, podemos admitir que a alta intensidades da fibra α e a baixa presença de componentes γ mostradas na FDOC da Figura 21 está relacionada a taxa de deformação utilizada e apresenta um comportamento típico para o processo de laminação a frio.

Li *et al.* (2021) identificou em suas análises que amostras de aço elétrico GNO com 3, 1% Si, mesmo submetidas a diferentes condições antes do processo de laminação a frio, apresentaram intensidades fortes na fibra α e relativamente fracas na fibra γ (Figura 10). Resultado semelhante também foi observado por Jiao *et al.* (2018), que analisou um aço elétrico GNO com 1, 3% Si que foi submetido a diferentes reduções de laminação a quente seguidas de laminação a frio (Figura 11), e por Hawezy e Birosca (2021), que analisaram a evolução cristalográfica para aços com diferentes composições de Si.

A comparação do comportamento da textura observado na Figura 21 com os resultados de outros trabalhos, que foram apresentados nos parágrafos anteriores, indicou que o material laminado a frio por processo de laminação piloto apresentou comportamento semelhantes ao de outros materiais laminados a frio por outros processos, sugerindo que o processo de laminação piloto pode ser utilizado com um bom nível de confiança para simular o comportamento dos materiais laminados industrialmente.

4.2 Evolução da microtextura cristalográfica do aço elétrico GNO nas amostras com recristalização intermediária

No mapa de orientação obtido para a amostra tratada termicamente a 575 °C, apresentada na Figura 22, permanece a característica de grãos alongados em determinada direção, indicando que a temperatura utilizada, considerando a morfologia, não causou mudanças microestruturais consideráveis em relação ao estado laminado a frio, porém é possível observar um aumento na presença de grãos deformados de coloração vermelha, que contribuem com a orientação (001).

Figura 22 – Mapas de orientação, obtidos por EBSD, para 03 (três) regiões distintas da amostra TT575.



Fonte: O autor.

Ao observar as FDOCs para os grãos deformados e recristalizados da amostra tratada termicamente até 575 °C, mostradas na Figura 23, e comparando com a FDOC para o estado laminado, observada na Figura 21, é possível identificar que nos dois casos houve redução da fibra α , que passou a apresentar pico de intensidade próximo de 8 na orientação (223)[110], e, principalmente, redução na intensidade das orientações (001)=[110] e (001)[110], que passaram a apresentar intensidades praticamente irrelevantes.

Em contrapartida, houve o aumento das intensidade da fibra γ , tanto para os grãos deformados quanto para os recristalizados, passando a ter picos de intensidade próximos de 8 na orientação (111)[011] de ambas as condições.

As FDOCs dos grãos deformados e recristalizados apresentaram grande semelhança entre si, indicando que as principais alterações provocadas pelo tratamento térmico até a temperatura de 575 °C, em relação a condição laminada a frio, foram a diminuição da fibra α e o aumento da fibra γ .





Fonte: O autor.

Para o mapa de orientação da amostra tratada termicamente a 580 °C (Figura 24) observa-se a presença quase total de grãos deformados, porém a amostra apresenta indícios da nucleação de novos grãos surgindo, principalmente, nos contornos dos grãos deformados. A amostra, assim como a anterior apresenta principalmente as orientações (101), (111), e (001) indicadas pelas cores verde, azul e vermelho, respectivamente, embora já se note a formação de novas orientações cristalográficas.



Região 3

Fonte: O autor.

As FDOCs dos grãos deformados e recristalizados da amostra tratada termicamente até 580 °C, mostradas na Figura 25, indicam que ainda há presença, principalmente, das fibras $\alpha \in \gamma$, com pico de intensidade próximo de 5 na orientação (223)[110], porém é possível notar um leve aumento na intensidade de componentes da fibra θ , com pico de intensidade 4 próximo da orientação (001)[120] para a FDOC dos grãos deformados e intensidade 2 para a mesma orientação na FDOC dos grãos recristalizados.

Também é notável a redução da fibra γ em relação às FDOCs da amostra TT575, onde, para os grãos deformados, a intensidade caiu para 3 próximo da orientação (111)[011] e chegou a 4 na orientação (111)[112] e, para os grãos recristalizados, chegou à 2 e 3, respectivamente para as mesmas orientações. A fibra α também sofreu redução para os grãos deformados na orientação (223)[110], porém teve aumento de intensidade na mesma orientação para os grãos recristalizados, atingindo valores próximos de 5.

Assim como as FDOCs da Figura 23, para a amostra TT575, as FDOCs da amostra TT580 apresentaram grande semelhança entre a microtextura dos grãos deformados e recristalizados, onde as principais alterações observadas foram um aumento em componentes da fibra θ e redução das fibras α e γ , sendo esta última a que sofreu reduções mais consideráveis.

Figura 25 – FDOCs com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$ da amostra tratada termicamente até 580 °C: (a) para os grãos deformados e (b) para os grãos recristalizados.



Fonte: O autor.

Ao verificar o perfil de microdureza da Figura 17, para um aço elétrico com a mesma composição química do material utilizado neste estudo, podemos notar que Ferreira (2018) identificou o processo de recristalização iniciando na temperatura de 585 °C, porém no mapa de orientação da Figura 24 já é possível notar o início da recristalização para a temperatura de 580 °C. Essa é uma diferença bem pequena e mostra que o início da recristalização realmente ocorre nesta faixa de temperatura.

A textura típica dos grãos no processo de nucleação consiste de componentes Goss, Cubo e fibra γ , como (111)[$\overline{112}$] e (111)[$0\overline{11}$] (PARK; SZPUNAR, 2003). Essas texturas de fibra γ foram observadas na Figura 25 e reforçam a afirmação sobre a nucleação de novos grãos na Figura 24.

A partir do mapa de orientação obtido para a amostra tratada termicamente a 585 °C (Figura 26) fica evidente a presença de grãos distribuídos de maneira mais uniforme, de menor tamanho e de formato equiaxial, indicando a fase inicial do processo de recristalização da microestrutura embora ainda seja grande a presença de grãos deformados. Também é possível notar que houve uma redução na quantidade de grãos azuis, indicativos da fibra γ . Nesse estado, a amostra apresenta o surgimento de novas orientações cristalográficas, nos grãos recristalizados, além daquelas encontradas anteriormente para os grãos deformados.

Figura 26 – Mapas de orientação, obtidos por EBSD, para 03 (três) regiões distintas da amostra TT585.



Fonte: O autor.

As FDOCs da amostra TT585, para os grãos deformados e recristalizados podem ser observadas na Figura 27. Para a FDOC dos grãos deformados é possível notar uma nova redução na intensidade da fibra γ , o que está de acordo com o resultado de EBSD mostrado na Figura 26. A fibra γ apresentou pico de intensidade 4 próximo da orientação (111)[231] e a fibra α também sofreu redução em relação à amostra TT580, atingindo pico de intensidade 4 na orientação (223)[110]. Na componente de fibra θ (001)[230], porém, houve um aumento de intensidade, atingindo pico de 11, de acordo com a representação da Figura 7a.

Já para a FDOC dos grãos recristalizados, houve redução da fibra α e da componentes de fibra θ , além do aumento da fibra γ , que atingiu pico de intensidade 7 próximo da orientação (111)[$\overline{112}$].

Diferentemente do que aconteceu nas amostras TT575 e TT580, as FDOCs da amostra TT585 apresentaram diferenças significativas entre os grãos deformados e recristalizados. Os grãos deformados apresentaram grande redução da fibra γ e as maiores intensidades na fibra α e na componente θ , enquanto que os grãos recristalizados passaram a apresentar comportamento inverso, com o fortalecimento da fibra γ e a diminuição da fibra α e da componente θ .

Com isso podemos supor que, para o estágio inicial de recristalização, os grãos deformados de fibra γ recristalizam mais rápido que os demais, formando, principalmente, grãos recristalizados também de fibra γ .

Figura 27 – FDOCs com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$ da amostra tratada termicamente até 585°C: (a) para os grãos deformados e (b) para os grãos recristalizados.



Fonte: O autor.

Para a amostra tratada termicamente a $595 \,^{\circ}$ C (Figura 28) o mapa de orientação mostra uma alta presença de grãos recristalizados e baixa presença de grãos deformação, estrutura característica da recristalização parcial. Também é possível notar uma razoável quantidade de grãos recristalizados com orientações (001), (111) e (101), ou próximas a estas, em meio a pluralidade de orientações formadas nos grãos recristalizados. A orientação (001) é indicativa da presença de textura Cubo, que é considerada benéfica para as propriedades magnéticas do material.

Figura 28 – Mapas de orientação, obtidos por EBSD, para 03 (três) regiões distintas da amostra TT595.



Fonte: O autor.

As FDOCs para a amostra TT595, apresentadas na Figura 29, mostram que para os grãos deformados houve diminuição das componentes das fibras $\alpha \in \theta$, que agora apresentam intensidade irrelevante, enquanto houve um aumento nas orientações da fibra γ , que apresentam pico de intensidade 4 próximo das orientações (111)[$\bar{1}\bar{1}2$] e (111)[$2\bar{3}1$]. Já para os grãos recristalizados, a FDOC apresentou um grande aumento na textura de fibra γ , principalmente na orientação (111)[$1\bar{2}1$], que passou a apresentar pico de intensidade próximo de 7, além de permanecer a forte intensidade da orientação (111)[$1\bar{1}2$] e surgir uma fraca componente Cubo.

Ao compararmos as FDOCs da Figura 27 com as FDOCs da Figura 29 podemos notar que a principal alteração foi em relação à fibra γ , onde podemos supor que o processo de recristalização favoreceu o fortalecimento desta fibra.







Park e Szpunar (2003) observaram a fração de área de grãos deformados durante o processo de recristalização e constataram que a fração de área dos componentes $(111)[\overline{112}]$ e $(111)[0\overline{11}]$ diminuem rapidamente durante a fase inicial da recristalização e depois diminuem mais lentamente durante os estágios de recristalização seguintes, comportamento observado nas Figuras 27 e 29.

Esse processo de redução das orientações (111) nos grãos deformados também pode ser observado quando comparamos os mapas de orientação das Figuras 24 e 26, onde é possível notar a rápida diminuição das áreas de coloração azul, típica da orientação (111), nos grãos deformados, indicando a diminuição da fibra γ com o aumento da temperatura de 580 °C para 585 °C. Os grãos deformados de fibra γ recristalizam mais rápido que os grãos deformados de fibra α , isso ocorre devido a fibra γ possuir uma maior densidade de discordâncias e, consequentemente, uma maior energia armazenada, o que favorece a recristalização nessas regiões (HAWEZY; BIROSCA, 2021). Ao observar a FDOC da Figura 27b podemos notar que o aumento dos grãos recristalizados com textura de fibra γ foi mais representativo que os das fibras $\alpha \in \theta$, com isso podemos supor que os grãos deformados de fibra γ deram origem, principalmente, à grãos recristalizados também de fibra γ .

Ferreira (2018) identificou que a macrotextura de um aço elétrico com 1,28% de Si apresentou diminuição da fibra γ e aumento de componentes da fibra α e θ no início do processo de recristalização, além de ocorrer o fortalecimento da fibra γ à medida que o processo de recristalização avança. Comportamento semelhante também foi observado nas FDOCs de microtextura que foram apresentadas nas Figuras 25 e 29, indicando que os comportamentos observados na macrotextura e na microtextura são semelhantes, conforme era esperado.

Na Figura 30 é possível observar o mapa de orientação da amostra tratada termicamente até atingir a temperatura de 620 °C onde todos os grãos aparentam ter formato equiaxial e tamanho de grão maior que os da amostra TT595, indicando que se encontram em um estado avançado de recristalização com crescimento normal de grão, apresentando orientação cristalográfica principalmente com componentes (001), (111) e (101).



Figura 30 – Mapas de orientação, obtidos por EBSD, para 03 (três) regiões distintas da amostra TT620.

Fonte: O autor.

As FDOCs para os grãos deformados e recristalizados da amostra TT620, pode ser observada na Figura 31. Para os grãos deformados não ocorreram grandes mudanças na intensidade da fibra γ , que permanece com pico 4 na orientação (111)[$\bar{1}\bar{1}2$], porém houve um aumento na intensidade das orientações (001)[$1\bar{1}0$] e (001)[$\bar{1}\bar{1}0$], com pico 4, e o surgimento de textura (110)[001] (Goss), com intensidade 3, que é benéfica para as propriedades magnéticas do aço elétrico. Para os grãos recristalizados destaca-se, principalmente, a presença da fibra γ , porém com diminuição da intensidade de suas componentes em relação a amostra anterior, da Figura 29b, diminuindo a intensidade de 7 para 4 próximo das orientações (111)[$1\bar{2}1$] e (111)[$1\bar{1}2$].

Figura 31 – FDOCs com seção constante $\varphi_2 = 45^{\circ}$ da amostra tratada termicamente até 620 °C: (a) para os grãos deformados e (b) para os grãos recristalizados.



Fonte: O autor.

Os grãos Goss surgem predominantemente das bandas de cisalhamento dentro da matriz (111)[$\overline{112}$] e com menor frequência dos grãos (112)[$1\overline{10}$] e (111)[$0\overline{11}$] (JIAO *et al.*, 2020), onde estas orientações pertencem a fibra γ formada durante a laminação a frio. A FDOC da Figura 31 mostra uma pequena tendência de surgimento da orientação Goss, embora apresente baixa intensidade.

4.3 Evolução da microtextura cristalográfica do aço elétrico GNO na amostra recozida em caixa a 730 °C por 12 horas

O mapa de orientação da amostra recozida em caixa a 730 °C por 12 horas (Figura 32) indica que todos os grãos aparentam ter formato equiaxial, além de uma distribuição de orientações bem semelhante à da amostra TT620, porém apresentando maior crescimento de grão que a anterior quando comparado com relação as escalas indicadas nas suas respectivas figuras.





Fonte: O autor.

O tamanho de grão da amostra após o recozimento final aparenta ser bem menor do que o proposto por Landgraf, Takanohashi e CAMPOS (2001), que falam que o tamanho ideal de grão para os aços elétricos GNO seria entre 100 μ m e 150 μ m. Esse fato pode ser atribuído ao grau de deformação ao qual a amostra foi submetida já que Landgraf, Takanohashi e CAMPOS (2001) também falam que, segundo as leis da recristalização, quanto maior a deformação aplicada na laminação a frio, menor o tamanho de grão após o recozimento final. Isso porque aumentando a energia armazenada na deformação, o número de núcleos de início de recristalização e o número de grãos recristalizados se tornam maiores, enquanto o tamanho de grão final se torna menor. Essa característica também foi observada em Freitas (2011) onde foi realizada uma comparação entre os tamanhos de grão para deformações de 50% e 70% em um aço elétrico GNO laminado industrialmente e constatado que a segunda condição apresentou menor tamanho de grão.

A FDOC dos grãos recristalizados da amostra recozida em caixa a 730 °C por 12 horas, obtida a partir dos mapas de orientação da Figura 32, está representada na Figura 33. A partir dessa FDOC é possível observar que houve o aumento das orientações ao longo da fibra γ com intensidade de pico 5 próxima da orientação (111)[121], enquanto as orientações das fibras $\alpha \in \theta$, encontradas principalmente nos estágios iniciais da recristalização, foram severamente reduzidas. A amostra recozida é dominada pela formação da fibra γ , muito semelhante ao que foi identificado para a temperatura de 620 °C.

Figura 33 – FDOCs com seção de $\varphi_2 = 45^{\circ}$ obtida a partir dos mapas de orientação da amostra RC.



Fonte: O autor.

Ao comparar a Figura 33 que mostra a FDOC para o estado completamente recozido com a Figura 31 que mostra as FDOCs para o estado recristalizado, podemos notar o aumento da fibra γ e a diminuição das fibras α e θ . Isso pode ser atribuído ao processo de crescimento de grão que ocorre após a recristalização. Landgraf, Takanohashi e CAMPOS (2001) fala sobre a evolução das intensidades dos planos {111}, {110} e {100} com a temperatura de recozimento e mostra que o crescimento de grão traz o fortalecimento dos componentes {111} e redução de {110} e {100}.

Resultado similar ao da Figura 33 também foi observado por Mehdi *et al.* (2019) ao analisar um aço elétrico GNO com 3,2% Si laminado a frio e recozido em temperaturas variando de 750 °C a 1150 °C, onde, em comparação com a amostra laminada a frio, a

amostra recozida a 750 °C apresentou o desaparecimento da fibra α enquanto houve o fortalecimento da fibra γ . No mesmo estudo também foi observado que com o aumento da temperatura para condições mais elevadas que 750 °C ocorreu a diminuição da fibra γ , porém também houve a diminuição das orientações benéficas para as propriedades magnéticas, onde foi constatado que mesmo com a diminuição das perdas de núcleo em corrente contínua com o aumento da temperatura, fato ocorrido principalmente devido ao aumento do tamanho de grão, também ocorreu o aumento das perdas de núcleo em corrente alternada e a redução na permeabilidade magnética do material, onde as menores perdas foram observadas nas amostras recozidas nas temperaturas de 750 °C e 850 °C. Isso sugere que o aumento excessivo da temperatura pode ser maléfico para determinadas aplicações.

A utilização de temperaturas de recozimento elevadas enfraquece a fibra γ e fortalece a fibra α (LIN *et al.*, 2020), porém a temperatura de 730 °C, que foi utilizada neste trabalho, não forneceu energia suficiente para que este fenômeno ocorresse, o que pode explicar a grande presença da fibra γ na Figura 33.

Comparando os resultados de EBSD das Figuras 30 e 32 e as FDOCs das Figuras 31b e 33, podemos observar que na temperatura de $620 \,^{\circ}$ C a FDOC apresentou uma menor intensidade de fibra γ do que a temperatura de $730 \,^{\circ}$ C, o que indica que na primeira condição, levando em consideração apenas o resultado das FDOCs, a amostra TT620 apresentaria um melhor desempenho magnético que a amostra RC, pois, como visto anteriormente, a fibra γ é prejudicial para as propriedades magnéticas. Porém se observarmos apenas os resultados de EBSD, a amostra RC apresenta tamanho de grão maior que o da amostra TT620, sugerindo que a amostra recozida em caixa à 730 °C teria melhores propriedades magnéticas que a amostra tratada termicamente a $620 \,^{\circ}$ C.

Neste caso, dependendo dos benefícios do crescimento do tamanho de grão e dos benefícios da redução da fibra γ , a amostra tratada termicamente a 620 °C poderia apresentar propriedades magnéticas tão boas quanto a da amostra recozida em caixa à 730 °C por 12 horas, porém ensaios adicionais seriam necessários para verificar a veracidade desta suposição.

A Figura 34 mostra a evolução das perdas magnéticas por histerese, obtidas por Freitas (2011), em seu estudo sobre o comportamento de um aço elétrico GNO com 1,28% Si que foi laminado 70% a frio. Ao observar este resultado podemos notar que temperaturas inferiores à temperatura de recozimento apresentaram perdas magnéticas semelhantes à condição final. Assim como o que foi identificado neste trabalho, esse resultado mostra indícios de que uma temperatura de recozimento menor poderia ser utilizada sem trazer prejuízos às aplicações do material. Figura 34 – Evolução das perdas magnéticas por histerese, obtidas através do cálculo da área interna à curva de histerese, para um aço elétrico GNO com 1,28% Si laminado 70%.



Um outro trabalho onde uma situação semelhante ocorre é em Mehdi et al. (2019), onde podemos observar que temperaturas menores de tratamento térmico de recozimento resultaram em menores perdas magnéticas em um aço elétrico GNO com 3,2% de Si e redução de espessura de 90%. Esse comportamento está representado na Figura 35 e também nos leva a supor que uma menor temperatura de recozimento final possa ser utilizada no aço elétrico com 1,28% Si laminado a frio com redução de 50% de espessura.

Figura 35 – Variação de perdas magnéticas obtidas para um aço elétrico GNO, com 3,2%Si e redução de espessura de 90%, que foi submetido a diferentes temperaturas de recozimento final.



5 Conclusões

Através dos mapas de orientação e da análise das FDOCs, realizada com base na seção $\varphi_2 = 45^{\circ}$, foi possível identificar e avaliar a evolução microestrutural de um aço elétrico GNO com 1,28% de Si processado por laminação piloto a frio com redução de espessura de 50%.

O material laminado em condição piloto reproduziu o comportamento do material processado em condição industrial, indicando que a laminação piloto é uma forma confiável de avaliar o comportamento de um material antes de submetê-lo à produção em larga escala.

Ao comparar a textura de deformação com a textura de recristalização para o aço elétrico com 1,28% Si laminado a frio, foi possível observar que a fibra α e os componentes de fibra θ são mais frequentes nos grãos deformados, enquanto que os grãos recristalizados são dominados pela presença da fibra γ .

Os ensaios de EBSD e FDOC, das amostras tratada termicamente a 620 °C e recozida em caixa a 730 °C por 12 horas, apresentaram resultados semelhantes, sugerindo que temperaturas menores podem ser utilizadas no processo de recozimento final do aço elétrico com 1,28% Si sem provocar grandes mudanças em sua microtextura cristalográfica. Ensaios adicionais são necessários para comprovar se esse comportamento também se estende às propriedades magnéticas, porém a diminuição da temperatura final de processamento resultaria na diminuição do tempo total de fabricação e na economia energética do processo, reduzindo custos de produção e diminuindo os impactos ambientais provenientes da fabricação do aço elétrico.

6 Recomendações para trabalhos futuros

Realizar uma análise das perdas magnéticas por histerese para os aço elétrico nas condições laminado a frio, parcialmente recristalizados nas temperaturas de 575 °C, 580 °C, 585 °C, 595 °C e 620 °C e recozido em caixa a 730 °C por 12 horas para verificar as condições em que o material apresenta as melhores propriedades magnéticas.

Realizar um estudo em aços elétricos com diferentes composições químicas, avaliando a influência da porcentagem de Si na microtextura cristalográfica do aço elétrico nas condições laminado a frio, parcialmente recristalizados nas temperaturas de 575 °C, 580 °C, 585 °C, 595 °C e 620 °C e recozido em caixa a 730 °C por 12 horas.

Avaliar o comportamento magnético de grãos deformados e grãos recristalizados ao longo do processo de recristalização para as temperaturas de 575 °C, 580 °C, 585 °C, 595 °C e 620 °C e recozido em caixa a 730 °C por 12 horas.

Referências

AN, L.-Z. *et al.* Improving magnetic properties of non-oriented electrical steels by controlling grain size prior to cold rolling. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Elsevier, v. 491, p. 165636, 2019.

BENNETT, T.; KALU, P.; ROLLETT, A. Stored energy driven abnormal grain growth in fe-lsi. **COM-2006 (Montreal), METSOC**, p. 217–227, 2006.

BERKOWITZ, A. E.; KNELLER, E. Magnetism and metallurgy. [S.l.]: Academic Press Inc, 1969. v. 2.

BOHN, F. *et al.* Propriedades magnéticas de aços elétricos de grão não-orientado. In: Anais do XVI Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais. [S.l.: s.n.], 2004.

BUNGE, H.-J. Zur darstellung allgemeiner texturen. **Zeitschrift fur metallkunde**, CARL HANSER VERLAG KOLBERGERSTRASSE 22, POSTFACH 86 04 20, D-81679 MUNICH ..., v. 56, n. 12, p. 872, 1965.

CUNHA, M. Aço silício para máquinas elétricas de alta eficiência. Caderno Técnico, Revista Metalurgia e materiais, n. 566, p. 210, 2006.

FERREIRA, D. C. Influência da Recristalização no Desempenho de um Aço Elétrico GNO Processado por Laminação Piloto em Termos Microestruturais e da Textura Cristalográfica. Dissertação (Mestrado) — Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará, 2018.

FILHO, E. B. *et al.* Conformação plástica dos metais. 4. ed. [S.l.]: Editora da Unicamp, 1991.

FREITAS, F. N. C. Adequabilidade das condições de laminação de um aço baixo carbono à estampagem profunda. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal do Ceará, 2003.

FREITAS, F. N. C. Influência da Recristalização no Comportamento da Textura Cristalográfica e Nas Perdas Magnéticas Por Histerese de um Aço Elétrico de Grão Não Orientado (GNO). Tese (Doutorado) — Universidade Federal do Ceará, 2011.

GROOVER, M. P. Introdução aos processos de fabricação. Rio de Janeiro: LTC, 2016.

HAWEZY, D.; BIROSCA, S. Disparity in recrystallization of α -& γ -fibers and its impact on cube texture formation in non-oriented electrical steel. Acta Materialia, Elsevier, v. 216, p. 117141, 2021.

HUMPHREYS, F. Review grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction. Journal of materials science, Springer, v. 36, n. 16, p. 3833–3854, 2001.

HUMPHREYS, F. Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (ebsd). Scripta materialia, Elsevier, v. 51, n. 8, p. 771–776, 2004.

JAZAERI, H.; HUMPHREYS, F. Quantifying recrystallization by electron backscatter diffraction. Journal of microscopy, Wiley Online Library, v. 213, n. 3, p. 241–246, 2004.

JIAO, H. *et al.* Effect of recrystallization annealing temperature on microstructure, texture and magnetic properties of non-oriented silicon steel produced by strip casting. **Procedia Engineering**, v. 207, p. 2078 – 2082, 2017. ISSN 1877-7058. International Conference on the Technology of Plasticity, ICTP 2017, 17-22 September 2017, Cambridge, United Kingdom. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1877705817359155>.

JIAO, H. *et al.* Influence of hot deformation on texture and magnetic properties of strip cast non–oriented electrical steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Elsevier, v. 462, p. 205–215, 2018.

JIAO, H. *et al.* Texture evolution in twin-roll strip cast non-oriented electrical steel with strong cube and goss texture. Acta Materialia, Elsevier, v. 199, p. 311–325, 2020.

LANDGRAF, F. J.; TAKANOHASHI, R.; CAMPOS, M. d. Tamanho de grão e textura dos aços elétricos de grão não-orientado. In: Workshop sobre textura e relações de Orientação: Deformação Plástica, Recristalização, crescimento de Grão. [S.l.: s.n.], 2001.

LANDGRAF, F. J. G. *et al.* Propriedades magnéticas de aços para fins elétricos. Aços: perspectivas para os próximos, v. 10, p. 109–128, 2002.

LI, H.-Z. *et al.* Microstructure, texture evolution, and magnetic properties of strip-casting nonoriented 6.5 wt.% si electrical steel sheets with different thickness. **IEEE Transactions on Magnetics**, IEEE, v. 51, n. 11, p. 1–4, 2015.

LI, Z.-H. *et al.* Dependence of recrystallization behavior and magnetic properties on grain size prior to cold rolling in high silicon non-oriented electrical steel. Journal of Alloys and Compounds, Elsevier, v. 888, p. 161576, 2021.

LIMA, N. B.; LIMA, L. M. G.; PADILHA, A. F. Texturas de recristalização. in: Textura e relações de orientação: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão. São Paulo, p. 59–75, 2001.

LIN, G. *et al.* Effect of annealing on microstructure, texture and magnetic properties of fe-6.5 wt% si-0.03 wt% nb alloy. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Elsevier, v. 504, p. 166699, 2020.

MEHDI, M. *et al.* Non-oriented electrical steel with core losses comparable to grain-oriented electrical steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Elsevier, v. 491, p. 165597, 2019.

MEHDI, M. *et al.* The evolution of cube ({001}< 100>) texture in non-oriented electrical steel. Acta Materialia, Elsevier, v. 185, p. 540–554, 2020.

OLIVEIRA, J. d. C. P. T. d. Evolução da microestrutura e da textura durante a laminação a frio e a recristalização de alumínio com diferentes níveis de pureza. Tese (Doutorado) — Universidade de São Paulo, 2009.

OUYANG, G. *et al.* Review of fe-6.5 wt% si high silicon steel—a promising soft magnetic material for sub-khz application. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Elsevier, 2019.

PADILHA, A. F.; JUNIOR, F. S. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. 3. ed. São Paulo: ABM, 2005.

PAN, H.; ZHANG, Z.; XIE, J. The effects of recrystallization texture and grain size on magnetic properties of 6.5 wt% si electrical steel. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Elsevier, v. 401, p. 625–632, 2016.

PARK, J.-T.; SZPUNAR, J. A. Evolution of recrystallization texture in nonoriented electrical steels. Acta Materialia, Elsevier, v. 51, n. 11, p. 3037–3051, 2003.

PETROVIC, D. S. Non-oriented electrical steel sheets. Materiali in tehnologije, v. 44, n. 6, p. 317–325, 2010.

RANDLE, V.; ENGLER, O. Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping. Amsterdam: Gordon & Breach, 2000.

SAHOO, G. *et al.* Recrystallization behaviour and texture of non-oriented electrical steels. Materials Science and Engineering: A, Elsevier, v. 734, p. 229–243, 2018.

SALINAS-BELTRÁN, J. *et al.* Effects of processing conditions on the final microstructure and magnetic properties in non-oriented electrical steels. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Elsevier, v. 406, p. 159–165, 2016.

SANJARI, M. *et al.* Texture evolution during skew cold rolling and annealing of a non-oriented electrical steel containing 0.9 wt% silicon. **Journal of materials science**, Springer, v. 52, n. 6, p. 3281–3300, 2017.

SCHWARTZ, A. J. *et al.* Electron backscatter diffraction in materials science. [S.l.]: Springer, 2000.

SONBOLI, A. *et al.* Effect of deformation route and intermediate annealing on magnetic anisotropy and magnetic properties of a 1 wt% si non-oriented electrical steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Elsevier, v. 385, p. 331–338, 2015.

TALAAT, A. *et al.* Review on soft magnetic metal and inorganic oxide nanocomposites for power applications. Journal of Alloys and Compounds, Elsevier, v. 870, p. 159500, 2021.

VIANA, S. Deformação, recristalização textura. Apostila do curso de educação continuada da Associação Brasileira de metalurgia e materiais, p. 16, 2001.

ZHANG, Y.-X. *et al.* Microstructure and texture evolution of thin-gauge non-oriented silicon steel with high permeability produced by twin-roll strip casting. **Materials** Characterization, Elsevier, v. 150, p. 118–127, 2019.