

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

EDUARDO AMORIM MOTTA

**Estudo da cinética de recristalização dos aços CSN 2680, 2710 e 4130 para fabricação de  
embalagens**

Lorena – SP

2007.

EDUARDO AMORIM MOTTA

**Estudo da cinética de recristalização dos aços CSN 2680, 2710 e 4130 para fabricação de embalagens**

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de Mestre em Engenharia dos Materiais.

Área de Concentração: Materiais metálicos, cerâmicos e polímeros.

Orientador: Prof. Dr. Hugo Ricardo Z. Sandim

Lorena – SP

2007

**AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.**

**Ficha Catalográfica**

Elaborada pela Biblioteca Especializada em Engenharia de Materiais  
USP/EEL

Motta, Eduardo Amorim

Estudo da cinética de recristalização dos aços CSN 2680, 2710 e 4130 para fabricação de embalagens ; orientador Hugo Ricardo Z. Sandim.--Lorena, 2007.

119f.: il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais ) – Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo.

1. Aços baixo carbono 2. Laminação 3. Recristalização 4. Modelo JMAK 5. Textura I. Título.

CDU 669.018

## **AGRADECIMENTOS**

A USP-LORENA pela oportunidade de realização do mestrado.

Ao Prof. Dr. Hugo Ricardo Zschommler Sandim pela orientação.

A todos os professores do curso de mestrado pelos conhecimentos transmitidos.

A Companhia Siderúrgica Nacional, pelos recursos disponibilizados, que permitiram a realização deste trabalho.

Aos colegas do Centro de Pesquisas da CSN, em especial a Wilson e Carlos (Laboratório de Matérias - Primas) e Mariana e Priscila (Laboratório de Metalografia), que ajudaram de alguma forma durante a realização do trabalho.

À minha esposa, pela compreensão e apoio em todas as horas.

A todos que, mesmo não sendo citados de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

A Deus, que iluminou toda minha jornada.

## RESUMO

MOTTA, E. A. **Estudo da cinética de recristalização dos aços CSN 2680, 2710 e 4130 para fabricação de embalagens**. 2007. 128 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena, São Paulo, 2007.

No presente trabalho a cinética de recristalização foi determinada em três aços de baixo teor de carbono utilizados na fabricação de folhas metálicas para embalagens. Os materiais utilizados foram os aços especificados pela norma NBR 6665 e possuem teores de carbono distintos: CSN T59 CA LEX, NBR 6665 T61 e NBR 6665 T65. Neste trabalho, estes aços foram denominados como aços 4130, 2710 e 2680, respectivamente. Amostras dos três aços foram retiradas na entrada das linhas de recozimento contínuo (LRCs) no estado encruado, fixando-se o percentual de redução a frio em 90% e mantendo-se a espessura final igual a 0,20 mm. A microestrutura no estado encruado consiste de grãos bastante alongados pertencentes às fibras  $\alpha$  e  $\gamma$ . As amostras foram recozidas no campo ferrítico em fornos de banho de sal em temperaturas entre 550 e 610°C. A caracterização microestrutural das amostras no estado encruado e após o recozimento foi realizada utilizando-se as técnicas de microscopias ótica e eletrônica de varredura. A fração volumétrica recristalizada ( $X_V$ ) foi estimada indiretamente com o auxílio de medidas de microdureza Vickers. As texturas de deformação e de recristalização foram obtidas com um goniômetro de textura via difração de raios X. O modelo JMAK foi utilizado para a determinação dos expoentes de Avrami ( $n$ ) para os três aços a partir das curvas da cinética de recristalização. A recristalização se inicia nos grãos da fibra  $\gamma$  e ao redor das partículas de  $Fe_3C$ . Os valores encontrados nos três casos foram aproximadamente igual a 1. A textura de deformação dos aços possui as componentes cubo girado ( $\{001\}\langle 110 \rangle$ ) e as fibras  $\alpha$  e  $\gamma$ . No estado recozido, a componente cubo girado e a fibra  $\alpha$  enfraquecem enquanto que a fibra  $\gamma$  se fortalece. Pequenas diferenças são observadas dependendo do teor de carbono em cada um dos aços investigados.

**Palavras-chave:** Aços baixo carbono. Recristalização. Textura. Modelo JMAK.

## ABSTRACT

MOTTA, E. A. **Recrystallization kinetics in CSN 2680, 2710 e 4130 steels used for packing.** 2007. 128 f. Dissertation (Master of Science in Materials Engineering) - Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena, São Paulo, 2007.

We compare the recrystallization kinetics of three low-carbon steels used in tin-mill products for packing. The materials used in this investigation were the low carbon steels specified by the NBR 6665 Standard with distinct carbon contents: CSN T59 CA LEX, NBR 6665 T61 and NBR 6665 T65. From now, on these steels are named as steel 4130, 2710 and 2680, respectively. The cold-worked samples with thickness of 0.20 mm were taken at the entry side of continuous annealing lines (CALs) with a reduction of about 90% for the three steels. The microstructure of deformed samples consists of elongated grains from  $\alpha$ - and  $\gamma$ -fibers. The samples were annealed in the ferritic field in a salt bath furnace at temperatures ranging from 550 to 650° C. The microstructural characterization of the samples in the cold-worked state and after annealing has been conducted by using scanning electron microscopy (SEM). Texture has been evaluated by X-ray diffraction in a texture goniometer. The recrystallized volume fraction ( $X_v$ ) has been estimated from Vickers microhardness testing. The JMAK model has been used to determine the Avrami (n) exponents for the three steels. The first recrystallized grains appear in the  $\gamma$ -fiber grains and also around  $Fe_3C$  particles. The values of n are close to 1.0 for the three steels. Rotated cube ( $\{001\}\langle 110\rangle$ ) and  $\alpha$ - and  $\gamma$ -fiber components are found in the as-rolled steels. In the annealed state, both rotated cube and  $\alpha$ -fiber components are weaker whereas  $\gamma$ -fiber is strengthened. Small changes in texture are found in the steels depending on the carbon content.

**Keywords:** Low-carbon steels. Recrystallization. Texture. JMAK model.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Ilustração mostrando uma das linhas de recozimento contínuo (LRC) da CSN.....	19
Figura 2 - Desenho esquemático do forno de uma linha de recozimento contínuo.....	19
Figura 3 - Ciclo característico de uma linha de recozimento contínuo (LRC) para recristalização de um aço com grau de dureza T61.....	20
Figura 4 - Defeito provocado por "restos de encruamento" durante a estampagem.....	22
Figura 5 - Desenho esquemático mostrando uma banda de transição num material deformado...	27
Figura 6 - Representação esquemática da cinética de recuperação de um material encruado.....	30
Figura 7 - Estágios da recuperação de metal deformado a frio: a) emaranhado de discordâncias, b) formação de células, c) aniquilação de discordâncias em paredes de célula, d) formação de subgrãos e e) crescimento de subgrão.....	30
Figura 8 - Variação da fração volumétrica recristalizada em função do tempo.....	36
Figura 9 - Microestrutura do aço 4130 recozido a 575 °C por 10 s apresentando as fibras $\alpha$ e $\gamma$ (MO). Note que os primeiros grãos recristalizados surgem no interior dos grãos da fibra $\gamma$ .....	40
Figura 10 - Textura $\{001\}\langle 110\rangle$ numa chapa laminada.....	43
Figura 11 - Ângulos de Euler ( $\varphi_1$ , $\Phi$ e $\varphi_2$ ) conforme notação de Bunge .....	45
Figura 12 - Seções $\varphi_2 = 0^\circ$ (adaptado) e $\varphi_2 = 45^\circ$ mostrando a posição das fibras $\alpha$ e $\gamma$ em aços baixo carbono.....	46
Figura 13 - Textura de um aço com baixo teor de carbono laminado a frio com grau de redução de 60%; seções $\varphi_2 = 0^\circ$ a $\varphi_2 = 90^\circ$ , em intervalos de $5^\circ$ .....	47
Figura 14 - Curvas tensão-deformação para aços de baixo carbono mostrando envelhecimento..	49
Figura 15 - Variação do valor de dureza HR30T dos três aços em função da temperatura de recozimento.....	59
Figura 16 - Variação do valor de microdureza Vickers dos três aços em função da temperatura de recozimento.....	60
Figura 17 – Curvas da cinética de recristalização do aço 2680.....	63

Figura 18 - Curvas da cinética de recristalização do aço 2710.....	64
Figura 19 - Curvas da cinética de recristalização do aço 4130.....	65
Figura 20 – Microestrutura da seção DL – DN dos aços 2710, 2680 e 4130 no estado encruado após 90% de redução a frio (MO).....	66
Figura 21 - Vista geral de amostras do aço 4130 recozido a 575°C por diversos tempos.....	68
Figura 22 - Vista geral de amostras do aço 4130 recozido a 650°C por diversos tempos.....	69
Figura 23 – Imagem de elétrons secundários do aço 2710 recozido a 575°C por 10 s evidenciando o início da recristalização no interior dos grãos da fibra $\gamma$ .....	70
Figura 24 – Imagem de elétrons secundários do aço 2710 recozido a 575°C por 60 s evidenciando a ocorrência de recristalização parcial.....	71
Figura 25 - Imagem de elétrons secundários do aço 2710 recozido a 575°C por 10 e 60 s.....	71
Figura 26 - Imagem de elétrons secundários do aço 2680 recozido a 575°C por 10 e 60 s.....	72
Figura 27 - Imagem de elétrons secundários do aço 4130 recozido a 575°C por 10 e 60 s.....	72
Figura 28 - Microestrutura do aço 4130 recozido a 575°C por 900 s. Recristalização completa (MEV, IES).....	73
Figura 29 - Evolução microestrutural do aço 2710 por vários tempos recozido a 550°C.....	74
Figura 30 - Evolução microestrutural do aço 2710 por vários tempos recozido a 575°C.....	74
Figura 31 - Evolução microestrutural do aço 2710 por vários tempos recozido a 600°C.....	75
Figura 32 - Evolução microestrutural do aço 2710 por vários tempos recozido a 610°C.....	75
Figura 33 - Evolução microestrutural do aço 2710 por vários tempos recozido a 625°C.....	76
Figura 34 - Evolução microestrutural do aço 2710 por vários tempos recozido a 650°C.....	76
Figura 35 - Evolução microestrutural do aço 2680 por vários tempos recozido a 550°C .....	77
Figura 36 - Evolução microestrutural do aço 2680 por vários tempos recozido a 575°C.....	77
Figura 37 - Evolução microestrutural do aço 2680 por vários tempos recozido a 600°C.....	78
Figura 38 - Evolução microestrutural do aço 2680 por vários tempos recozido a 610°C.....	78
Figura 39 - Evolução microestrutural do aço 2680 por vários tempos recozido a 625°C.....	79

Figura 40 - Evolução microestrutural do aço 2680 por vários tempos recozido a 650°C.....	79
Figura 41 - Evolução microestrutural do aço 4130 por vários tempos recozido a 550°C.....	80
Figura 42 - Evolução microestrutural do aço 4130 por vários tempos recozido a 575°C.....	80
Figura 43 - Evolução microestrutural do aço 4130 por vários tempos recozido a 600°C.....	81
Figura 44 - Evolução microestrutural do aço 4130 por vários tempos recozido a 610°C.....	81
Figura 45 - Evolução microestrutural do aço 4130 por vários tempos recozido a 625°C.....	82
Figura 46 - Evolução microestrutural do aço 4130 por vários tempos recozido a 650°C.....	82
Figura 47 - Curva de amolecimento dos aços 2680, 2710 e 4130 recozidos a 625°C por diversos tempos.....	84
Figura 48 - Curva de amolecimento dos aços 2680, 2710 e 4130 recozidos em 650°C por diversos tempos.....	85
Figura 49 - Evolução do teor de carbono para os aços 2710, 2680 e 4130 na temperatura de 625°C por diversos tempos.....	85
Figura 50 - Evolução do teor de nitrogênio para os aços 2710, 2680 e 4130 na temperatura de 625°C por diversos tempos.....	86
Figura 51 - Profundidade de difusão calculada do nitrogênio na ferrita em função do tempo de recozimento em 625°C.....	87
Figura 52 - Diagrama de fases do sistema Fe – N.....	88
Figura 53 - Cinética de recristalização do aço 2710 de 550 a 610°C.....	90
Figura 54 – Cinética de recristalização do aço 2680, de 550 a 610°C .....	91
Figura 55 - Cinética de recristalização do aço 4130, de 550 a 610°C .....	92
Figura 56 - Determinação dos expoentes de Avrami para o aço 2710.....	93
Figura 57 - Determinação dos expoentes de Avrami para o aço 2680.....	94
Figura 58 - Determinação dos expoentes de Avrami para o aço 4130.....	95
Figura 59 - Energia de ativação aparente de recristalização do aço 2710.....	101
Figura 60 - Energia de ativação aparente de recristalização do aço 2680.....	101

Figura 61 - Energia de ativação aparente de recristalização do aço 4130.....	102
Figura 62 - FDOC do aço 2710 laminado a frio mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de $5^\circ$ e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória .....	105
Figura 63 - FDOC do aço 2710 recozido mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de $5^\circ$ e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória.....	106
Figura 64 - FDOC do aço 2680 laminado a frio mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de $5^\circ$ e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória .....	107
Figura 65 - FDOC do aço 2680 recozido mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de $5^\circ$ e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória.....	108
Figura 66 – FDOC do aço 4130 laminado a frio mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de $5^\circ$ e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória .....	109
Figura 67 – FDOC do aço 4130 recozido mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de $5^\circ$ e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória.....	110
Figura 68 – FDOC na metade da espessura do aço 2680 recozido mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de $5^\circ$ e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória .....	111

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Principais aplicações dos aços CSN-4130, CSN-2710 e CSN-2680.....	15
Tabela 2 - Classificação para produtos folhas metálicas (dureza HR30T).....	16
Tabela 3 - Características dos materiais processados via recozimento contínuo e recozimento em caixa.....	18
Tabela 4 - Parâmetros de aquecimento e resfriamento para os recozimentos em caixa e contínuo.....	18
Tabela 5 - Energia de defeito de empilhamento de alguns metais.....	25
Tabela 6 - Expoentes do modelo JMAK em função do tipo de nucleação e da dimensionalidade do sistema.....	37
Tabela 7 - Composições químicas típicas dos aços CSN 2710, 2680 e 4130 (% em peso).....	52
Tabela 8 - Variação da dureza HR30T para os três aços estudados.....	59
Tabela 9 - Variação da microdureza Vickers para os três aços estudados.....	60
Tabela 10 - Valores médios da microdureza Vickers após recozimento do aço 2680.....	63
Tabela 11 - Valores médios da microdureza Vickers após recozimento do aço 2710.....	64
Tabela 12 - Valores médios da microdureza Vickers após recozimento do aço 4130.....	65
Tabela 13 - Evolução da fração recristalizada no aço 2710.....	90
Tabela 14 - Evolução da fração recristalizada no aço 2680.....	91
Tabela 15 - Evolução da fração recristalizada no aço no 4130.....	92
Tabela 16 - Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço 2710.....	93
Tabela 17 - Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço 2680.....	94
Tabela 18 - Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço 4130.....	95
Tabela 19 - Tabela apresentando os valores calculados de n e B.....	96

Tabela 20 - Tabela apresentando os resultados dos coeficientes de Avrami em função das premissas adotadas. Os índices a, b e c referem-se às três premissas utilizadas no cálculo de <b>n</b> .....	98
Tabela 21 - Cálculo da energia de ativação aparente de recristalização dos aços 2710, 2680 e 4130.....	100
Tabela 22 - Tamanho do grão ferrítico nos três aços estudados.....	103

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	14
1.1	Comparação entre recozimento contínuo e caixa	15
1.2	Objetivos	21
<b>2</b>	<b>REVISÃO DA LITERATURA</b>	23
2.1	O estado encruado	23
2.2	Fatores que afetam a microestrutura do metal deformado	24
2.3	Heterogeneidades de deformação	25
2.4	Recozimento de metais trabalhados a frio	27
2.5	Recuperação, recristalização e crescimento de grão	28
2.6	Textura	42
2.7	Envelhecimento por deformação	48
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b>	52
3.1	Materiais	52
3.2	Métodos	53
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	58
4.1	Amolecimento dos aços	58
4.2	Cinética de recristalização (recuperação e recristalização)	61
4.3	Evolução da microestrutura	66
4.4	Cinética de recristalização	89
4.5	Tratamento Estatístico dos dados	97
4.6	Energia de ativação aparente	100
4.7	Tamanho de grão	103

4.8	Textura	103
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES</b>	<b>112</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>115</b>

## 1 Introdução

O mercado de folhas metálicas para embalagem vem crescendo ano após ano no Brasil e no mundo e atende a uma vasta gama de aplicações em diversos setores industriais. Embalagens de aço concorrem com as embalagens de alumínio, folhas cartonadas e de plástico em vários segmentos, especialmente para o acondicionamento de alimentos e bebidas gaseificadas. As folhas metálicas para embalagens são produzidas como material de simples redução (passe de encruamento de 2% no máximo) ou como dupla redução (passe de encruamento de até 34%). Os materiais de simples redução são especificados pela norma NBR 6665 pela dureza (T50, T52, T55, T57, T59, T61 e T65).

Para o estudo atual, os materiais escolhidos foram os aços de baixo carbono das especificações T59, T61 e T65, respectivamente denominados CSN-4130, CSN-2710 e CSN-2680. De um modo geral, estes aços diferem basicamente entre si pelos teores de carbono e de manganês. A Tabela 1 mostra as aplicações típicas para os três tipos de aço em questão. Em consequência, tanto o encruamento como a recristalização destes materiais sofre influência da variação destes teores. Aços com maiores teores de carbono apresentam maior fração volumétrica de partículas de cementita ( $Fe_3C$ ). A presença de partículas com tamanhos superiores a 1  $\mu m$  favorece a recristalização uma vez que mecanismos como a nucleação assistida por partículas pode ocorrer. O manganês em solução sólida também afeta o encruamento e a mobilidade dos contornos na recristalização.

Antes de se chegar ao produto final, é preciso saber que a folha metálica tem origem na laminação a quente. O processo começa com a laminação de placas no campo austenítico com cerca de 300 mm de espessura para se obter uma bobina com espessura que pode variar de 2,00 a 2,40 mm. Após esse processo, a bobina laminada a quente (BQ) passa por um processo de decapagem onde são retirados os óxidos oriundos da laminação a quente.

Seguindo o fluxo, o material sofre um processo de trabalho a frio. Com o auxílio da laminação a frio, a espessura é reduzida de 2,00-2,40 mm (proveniente da BQ) para espessuras entre 0,18-0,49 mm, dependendo da aplicação e da natureza da embalagem, o que significa algo em torno de 90% de redução.

A energia armazenada pelo cristal deformado deve-se à multiplicação e à interação de discordâncias durante a deformação plástica, resultando no aumento considerável da densidade de discordâncias. Esta energia armazenada no material encruado é a força-motriz para a recuperação e a recristalização do metal.

**Tabela 1** – Principais aplicações dos aços CSN-4130, CSN-2710 e CSN-2680.

<b>TÊMPERA</b>	<b>PRINCIPAIS USOS</b>
<b>T59 (CSN-4130)</b>	Material para latas expandidas com deformação mínima de 16%.
<b>T61 (CSN-2710)</b>	Rolhas metálicas, tampas e fundos em geral, corpos de latas cilíndricas, canecos de sardinha, latas repuxadas redondas, corpos de latas retangulares de grandes dimensões.
<b>T65 (CSN-2680)</b>	Tampas, fundos e corpos cilíndricos.

### **1.1 Comparação entre recozimento contínuo e em caixa**

Sob o termo folha-de-flandres, podemos descrever várias formas de produtos laminados usados como material para embalagem. Esta consiste de uma folha de aço baixo teor de carbono revestida, em ambas as faces, por estanho comercialmente puro, combinando em um único material a resistência mecânica e a capacidade de conformação do aço com a

resistência à corrosão, soldabilidade e boa aparência do estanho. As espessuras finais para o produto folha metálica variam de 0,14 a 0,49 mm.

Embora as propriedades requeridas para o material sejam mais bem descritas pelos limites de escoamento e de resistência, alongamento e expoente de encruamento, as folhas-de-flandres são classificadas pelo grau de dureza (HR30T), conforme a Tabela 2. A principal razão para este sistema de classificação está relacionada com a dificuldade de se obter resultados via ensaio de tração sem a influência das condições de preparação dos corpos-de-prova [JABS, 1996]. A fim de se seguir esta classificação de dureza, deve-se lembrar que a espessura da tira tem grande influência no teste de dureza, por isto, utilizam-se as escalas HR15T (para espessuras abaixo de 0,21 mm) e HR30T (para espessuras acima de 0,21 mm) [ASTM, 2003].

**Tabela 2** – Classificação para produtos folhas metálicas (dureza HR30T) [JABS, 1996].

RECOZIMENTO EM CAIXA				RECOZIMENTO CONTÍNUO			
Qualidade	Dureza (HR 30T)	Limite de escoamento (MPa)	Norma	Qualidade	Dureza (HR 30T)	Limite de escoamento (MPa)	Norma
T50	Máx. 52	~ 550	EN 10203				
T52	52 ± 4		EN 10203				
T57	57 ± 4		EN 10203	T57	57 ± 4		EN 10203
				T61	61 ± 4		EN 10203
				T65	65 ± 4		EN 10203
				T67	67 ± 4		
DR550 (DR8)	73 ± 3		EN 10203	DR550 (DR8)	73 ± 3	~ 550	EN 10103
							DR620 (DR9)
				DR660 (DR 9 M)	77 ± 3	~ 660	EN 10203

Após a laminação a frio, a microestrutura e a ductilidade da folha metálica são bastante afetadas. Para um uso posterior, o material deve ter sua microestrutura adequada para a posterior conformação das chapas. Uma estrutura recristalizada com tamanho de grão e textura adequada é essencial para a produção de embalagens metálicas. A recristalização do material é feita por meio de dois tipos de fornos de recozimento: recozimento em caixa (BA) e recozimento contínuo (CA). O estudo atual será voltado para materiais que tem seu processamento em linhas de recozimento contínuo (LRC).

O recozimento contínuo é uma forma mais moderna de recuperação das propriedades mecânicas do aço laminado a frio e permite que o material apresente uma melhor qualidade em termos de uniformidade, forma e qualidade de superfície do que aços recozidos em caixa. É um processo onde se faz o recozimento através de uma linha contínua composta de uma seção de limpeza eletrolítica para a retirada de óleos e sujidades oriundos da laminação a frio e de um forno com quatro seções. Neste forno o material percorre uma trajetória, sempre na vertical, e que inclui: aquecimento, encharque, resfriamento lento e resfriamento rápido.

A fim de alcançar a qualidade requerida, o recozimento em caixa é usualmente utilizado para a fabricação de materiais para estampagem profunda, enquanto que o recozimento contínuo é utilizado para qualidade de aços mais duros. A Tabela 3 mostra as principais diferenças observadas no material após recozimento contínuo ou em caixa [JABS, 1996].

A grande diferença entre os dois tipos de recozimento está relacionada com o curto período de tempo para o recozimento contínuo. A Tabela 4 mostra uma breve e importante comparação entre os processos [JABS, 1996].

Na Figura 1, pode-se visualizar uma das Linhas de Recozimento Contínuo (LRC) instaladas na Companhia Siderúrgica Nacional - CSN em Volta Redonda - RJ e na Figura 2 um desenho esquemático de um forno de recozimento contínuo apresentando suas seções. Um

ciclo térmico característico de recozimento contínuo para o material na condição T61 pode ser visto esquematicamente na Figura 3. Nela se observa nos patamares, cada uma das seções que compõem a linha de recozimento. Nota-se que a temperatura de recozimento (patamar isotérmico) escolhida foi 671°C. O tempo total de residência, neste exemplo, é igual a 120 s o que demonstra a boa eficiência do processo de recozimento contínuo e que se reflete no aumento da produtividade.

**Tabela 3** – Características dos materiais processados via recozimento contínuo e recozimento em caixa [JABS, 1996].

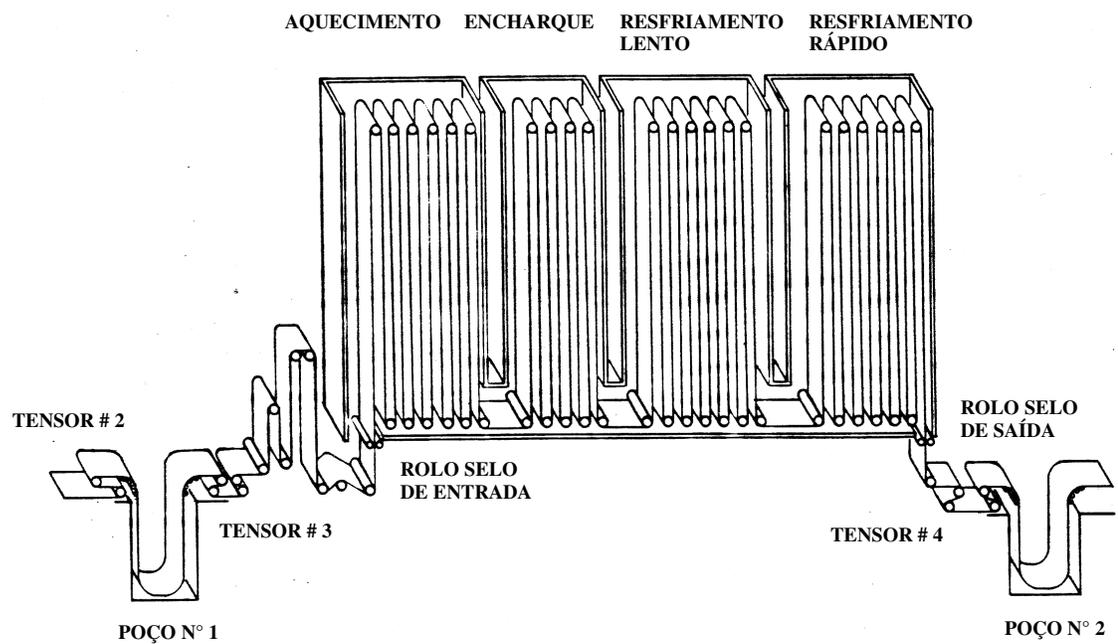
<b>PARÂMETROS</b>	<b>RECOZIMENTO CONTÍNUO</b>	<b>RECOZIMENTO EM CAIXA</b>
<b>Tamanho de grão</b>	10 a 12 ASTM	7 a 9 ASTM
<b>Dureza</b>	Alta	Baixas
<b>Limite de escoamento e de resistência</b>	Alto	Baixo
<b>Alongamento</b>	Baixo	Alto
<b>Estrutura granular</b>	Globular fina	Grãos com estrutura de “panqueca” (alongado)
<b>Envelhecimento</b>	Potencial	Livre
<b>Tempo de recozimento</b>	~ 2 min	Até 60 h

**Tabela 4** – Parâmetros de aquecimento e resfriamento para os recozimentos em caixa e contínuo [JABS, 1996].

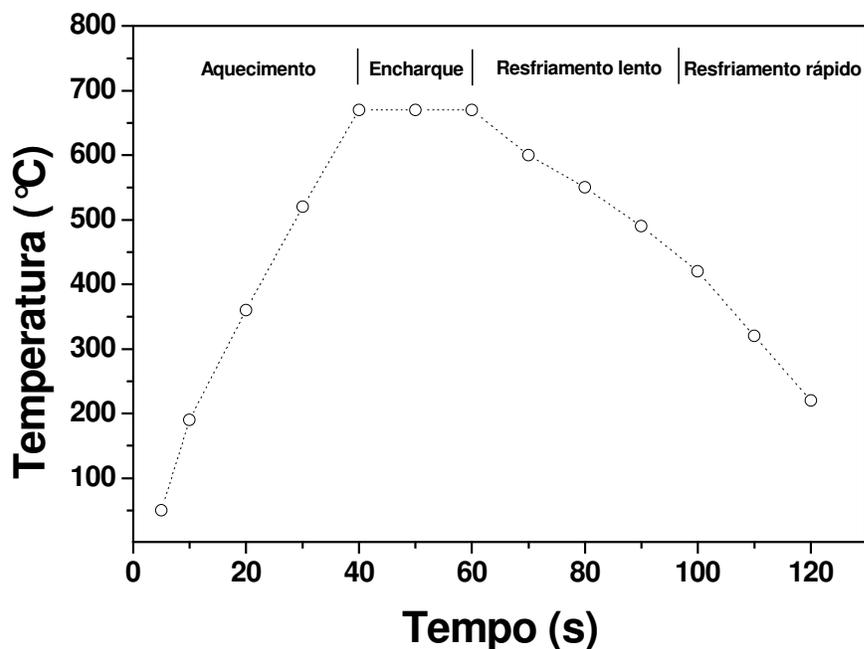
<b>PARÂMETROS DE AQUECIMENTO E RESFRIAMENTO</b>	<b>RECOZIMENTO EM CAIXA</b>	<b>RECOZIMENTO CONTÍNUO</b>
<b>Velocidade de aquecimento (K/s)</b>	$10^{-2}$	$10^1$
<b>Faixa de recristalização (°C)</b>	560 a 620	600 a 660
<b>Temperatura de recozimento</b>	650 a 700	680 a 770
<b>Tempo de encharque (s)</b>	$\sim 10^5$	$3 \times 10^1$
<b>Velocidade de resfriamento (K/s)</b>	$10^{-3}$	$10^1 - 10^3$



**Figura 1** – Ilustração mostrando uma das linhas de recozimento contínuo (LRC) da CSN.



**Figura 2** – Desenho esquemático do forno de uma linha de recozimento contínuo (LRC).



**Figura 3** – Ciclo característico de uma linha de recozimento contínuo (LRC) para a recristalização de um aço com grau de dureza T61.

O desenvolvimento de projetos para fabricação de latas de aço para embalagens requer que as propriedades mecânicas dos materiais estejam dentro de rígidos padrões de qualidade. Neste contexto, a aplicação correta de ciclos térmicos de recozimento tem grande importância. A aplicação de ciclos térmicos inadequados acarreta um defeito denominado “*resto de encruamento*” (recristalização incompleta). Portanto, é de extrema importância o entendimento da cinética de recristalização dos aços para aplicação em embalagens metálicas, uma vez que variáveis importantes como o tamanho de grão e a textura de recristalização afetam as propriedades mecânicas e a conformabilidade destes aços.

## 1.2 Objetivos

As principais variáveis que influenciam a qualidade do produto final recozido são, dentre outras, a composição química do aço, as temperaturas de acabamento e de bobinamento e a porcentagem de redução a frio, bem como as variáveis envolvidas na etapa de recozimento contínuo, tais como a temperatura, o tempo de residência (velocidade da linha) e as dimensões da tira, principalmente a espessura.

O objetivo principal deste trabalho foi avaliar a influência da composição química do aço (variação do teor de carbono) na temperatura e na cinética de recristalização de aços para folhas metálicas, bem como determinar a cinética de recristalização dos três aços para posterior aplicação num modelo matemático que descreva o ciclo de recozimento nas LRCs. A caracterização microestrutural das amostras permitiu determinar a natureza da microestrutura no estado recozido (recuperada, parcialmente recristalizada e totalmente recristalizada) e o tamanho de grão final. Além disso, as texturas de deformação e de recristalização para os três aços foram determinadas, uma variável importante para o posterior comportamento durante a conformação (estampagem). Deve-se ressaltar que existem poucos trabalhos na literatura a respeito da textura e da cinética de recristalização em chapas finas. A redução a frio foi igual para os três aços em questão (90%). Desta forma, pode-se determinar as faixas de temperaturas ideais para o processamento industrial dos aços 2710, 2680 e 4130, evitando desta forma dois dos principais problemas relacionados com materiais processados via recozimento contínuo:

- “Resto de encruamento” – pode provocar o rompimento do material (Figura 4) durante o processo de estampagem, pois as propriedades dos materiais dependem da razão entre a parte recristalizada e a não recristalizada do material, que induz a uma incapacidade de acomodação de deformação [TARASIUK, 2001];

- “Fora de dureza” – defeito que gera o reprocessamento de material nas linhas de recozimento.

Conhecendo as faixas de temperaturas de recozimento para os três aços estudados, pode-se, com o auxílio de simulação computacional, identificar as temperaturas ideais do forno, nas seções de aquecimento e encharque, além da definição dos tempos ideais de residência. Os resultados deste trabalho podem contribuir para o aumento da produtividade das LRCs e da competitividade dos aços como materiais para embalagens metálicas.



**Figura 4** – Defeito provocado pelos chamados “restos de encruamento” durante a estampagem.

## 2 Revisão da literatura

### 2.1 O estado encruado

A maior parte da energia utilizada para deformar um metal é perdida na forma de calor. Na laminação de aços baixo carbono, para elevadas reduções, a temperatura do material atinge aproximadamente 100°C. Apenas cerca de 1% dessa energia utilizada na deformação é armazenada no metal na forma de defeitos cristalinos [HUMPHREYS, 1996].

Os metais encruados apresentam diversos tipos de defeitos cristalinos. Estes defeitos podem ser sumariamente classificados em defeitos de ponto, de linha e de superfície. Em particular, os mais importantes, são os defeitos de linha ou discordâncias que são introduzidas no metal durante a deformação. Defeitos pontuais têm um pequeno efeito nas propriedades mecânicas dos metais quando comparados a outros defeitos. Já as discordâncias, interferem diretamente nas propriedades mecânicas, levando ao aumento na resistência mecânica e diminuição da ductilidade à medida que a densidade de discordâncias aumenta no material [HUMPHREYS, 1996].

Do ponto de vista microestrutural, o material encruado se caracteriza por apresentar grãos alongados na direção de laminação e um aumento expressivo na área de contornos de grão. A grande diferença entre os estados deformado e recozido em metal está na quantidade e forma da distribuição de discordâncias. A densidade de discordâncias em um metal não-deformado (recozido) é da ordem de  $10^6$  a  $10^8$  m<sup>-2</sup> enquanto que em metais bastante deformados este valor é da ordem de  $10^{12}$  m<sup>-2</sup> [DIETER, 1982]. Estas discordâncias tendem a formar configurações de baixa energia (células ou subgrãos), dependendo da EDE do metal, do grau de deformação e da temperatura de trabalho.

Durante a deformação plástica, eventos importantes acontecem como a mudança de forma dos grãos, a orientação dos grãos muda e eles adquirem orientação preferencial, aumenta a densidade de contornos de grão e aumentam sensivelmente a quantidade de defeitos puntiformes e de linha (discordâncias). A forma dos grãos muda continuamente.

## **2.2 Fatores que afetam a microestrutura do metal deformado**

As microestruturas desenvolvidas durante a deformação plástica de um metal dependem de vários fatores: estrutura cristalina, temperatura, deformação aplicada, composição química, modo e taxa de deformação, bem como da energia de defeito de empilhamento (EDE).

### **2.2.1 Energia de defeito de empilhamento (EDE)**

A distribuição de discordâncias em um metal encruado é fortemente dependente da EDE, pois quando um metal com baixa EDE é deformado, suas discordâncias apresentam baixa mobilidade. Isto ocorre, pois as discordâncias parciais estão muito afastadas entre si dificultando o escorregamento. Por outro lado, metais com alta EDE possuem discordâncias separadas em parciais próximas uma das outras (na maioria dos casos não ocorre sequer a dissociação), o que permite ter discordâncias com alta mobilidade. Com isto, dependendo da deformação, um metal com alta EDE apresenta menor densidade de discordâncias que um com baixa EDE, uma vez que nos metais de alta EDE a aniquilação e o rearranjo de discordâncias é mais fácil de ocorrer [PADILHA, 2005]. Metais com alta EDE, como o alumínio, tântalo, nióbio e Fe- $\alpha$ , assim como os aços estudados nesta Dissertação, deformam-se mediante o escorregamento de discordâncias em sistemas mais favoráveis (densamente

empacotados). Com o aumento da deformação, ocorre uma aglomeração das discordâncias e com isso, formam-se os emaranhados e, posteriormente as células de discordâncias. Discordâncias em metais com alta EDE realizam escorregamento com desvio (*cross slip*), desviando-se de obstáculos com facilidade e encruando menos que metais e ligas com baixa EDE, como a prata e o latão. A Tabela 5 apresenta valores aproximados de EDE para alguns materiais.

**Tabela 5** – Energia de defeito de empilhamento de alguns metais [HUMPHREYS, 1996].

METAL	EDE (mJ.m <sup>-2</sup> )
Fe- $\alpha$	300
Zr	240
Al	166
Ni	120
Co	78
Au	45
Ag	22
Cu – 30%Zn	20

### 2.2.2 Solutos

A presença de átomos de soluto num metal puro modifica a sua EDE, influenciando a distribuição de discordâncias após a deformação a frio. A mobilidade das discordâncias é diminuída em função da interação com os átomos de soluto.

### 2.3 Heterogeneidades de deformação

Um metal encruado apresenta uma distribuição de defeitos heterogênea. Variações de quantidades de defeitos cristalinos podem ocorrer dentro de um mesmo grão (componente intragranular) ou entre grãos (componente intergranular). As heterogeneidades principais são

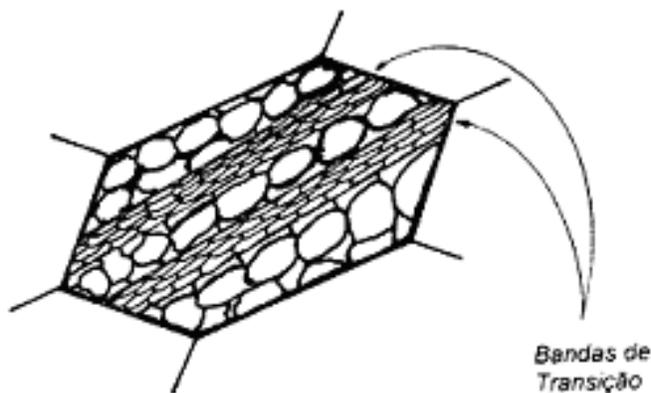
as bandas de transição, de deformação e de cisalhamento e as maclas de deformação. A ocorrência de maclas de deformação é favorecida em estruturas com poucos sistemas de deslizamento (baixa simetria), quando a deformação acontece em baixas temperaturas (criogênicas) e sob altas taxas de deformação.

Algumas características encontradas durante a recristalização podem ser explicadas pela distribuição heterogênea de estruturas de discordâncias dentro do mesmo grão e entre grãos. O aparecimento destas heterogeneidades se dá devido às instabilidades microestruturais que ocorrem durante a deformação plástica e a efeitos de orientação.

As heterogeneidades de deformação são regiões com maior densidade de defeitos cristalinos e que subdividem a microestrutura, geralmente mediante a formação de contornos com caráter de alto ângulo. Estas regiões são locais preferenciais para a nucleação na recristalização [SANDIM, 2003]. As principais heterogeneidades de deformação são:

- a) Bandas de deformação – Encontradas em estruturas deformadas e caracterizadas pela macrofragmentação dos grãos. São formadas por regiões diferentes de mesmo grão que sofreram rotações distintas. As fronteiras entre as bandas de deformação que subdividem um cristal são denominadas bandas de transição. Dependem, dentre outros fatores, da orientação cristalográfica e do tamanho de grão inicial [LEE, 1993; KUHLMAN-WILSDORF, 1999].
- b) Bandas de transição – São estruturas de discordâncias que delimitam uma fronteira entre duas bandas de deformação e caracterizam-se por subdividir regiões dentro de um mesmo grão e que apresentam grande diferença de orientação entre si. As bandas de transição são menos alongadas e estão confinadas dentro do grão, sem ultrapassar seus contornos, como pode ser observado na Figura 5.
- c) Bandas de cisalhamento – São regiões que sofreram grande escorregamento localizado durante a deformação plástica e não apresentam nenhum critério cristalográfico

definido para este escorregamento [HUMPHREYS, 1996]. São heterogeneidades que não se limitam a um determinado grão, atravessando vários grãos. Sua ocorrência está relacionada especialmente com materiais bastante deformados a frio.



**Figura 5** – Desenho esquemático mostrando uma banda de transição num material deformado. [PADILHA, 2005].

#### 2.4 Recozimento de metais trabalhados a frio

A energia livre de um material cristalino é aumentada durante a deformação plástica [HUMPHREYS, 1996]. Embora a estrutura celular de discordâncias do material trabalhado a frio seja mecanicamente estável, ela não o é do ponto de vista termodinâmico. Com o aumento da temperatura, o estado deformado torna-se cada vez mais instável e mudanças microestruturais importantes ocorrem visando diminuir a energia armazenada devido aos defeitos cristalinos, especialmente as discordâncias [DIETER, 1982]. O recozimento tem uma importância comercial muito grande, pois restaura a ductilidade de um metal severamente encruado. As propriedades e estruturas do material podem ser restauradas ao estado anterior ao encruamento e os seguintes processos estão envolvidos:

- recuperação
- recristalização
- crescimento de grão.

Neste contexto, a temperatura de recozimento tem que ser suficientemente alta para permitir que a recristalização ocorra num tempo compatível com a velocidade (tempo de residência) das LRCs.

## **2.5 Recuperação, recristalização e crescimento de grão**

Durante o processamento termomecânico de metais e ligas, microestruturas termodinamicamente instáveis contendo discordâncias, subgrãos ou grãos são produzidas e estas podem diminuir a energia armazenada por meio da recuperação e da recristalização em materiais deformados e do crescimento de grão em estruturas recristalizadas [HUMPHREYS, 1998].

### **2.5.1 Recuperação**

O processo de recuperação durante recozimentos em baixas temperaturas envolve a aniquilação de discordâncias e o arranjo da rede cristalina em configuração de baixa energia, sem a migração de contornos de alto ângulo [DOHERTY, 1997].

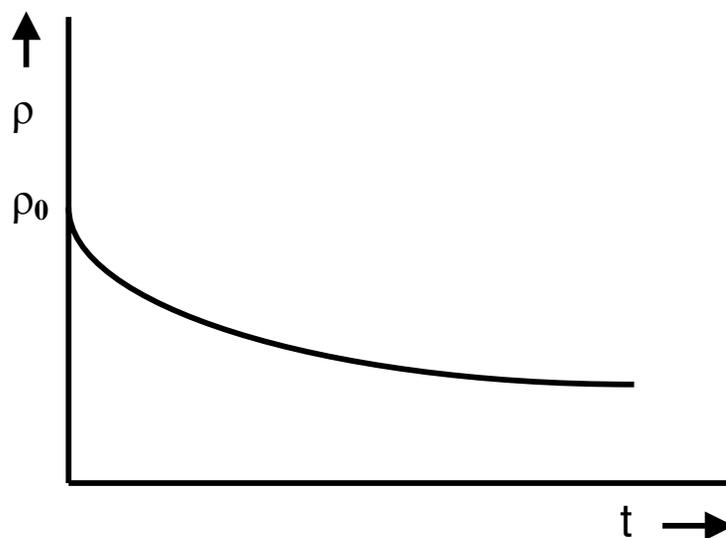
Recuperação é um processo termicamente ativado que se refere às mudanças nas propriedades de um material deformado que ocorrem antes da recristalização. Essas mudanças são tais, que restauram parcialmente as propriedades para valores antes da deformação [NES, 1995]. Isso ocorre devido a uma diminuição da energia armazenada mediante a formação de uma subestrutura onde predominam configurações de menor energia. A aniquilação e o rearranjo dos defeitos pontuais e das discordâncias são os processos responsáveis pela minimização da energia. O termo recuperação inclui os processos de rearranjo e aniquilação de discordâncias, reduzindo a sua energia sem uma sensível mudança na orientação cristalina

[DOHERTY, 1997]. O principal processo durante o recozimento é o crescimento de subgrãos que acontece mediante migração de contornos de baixo ângulo [NES, 1995; HUMPHREYS, 1995]. Em temperaturas maiores que  $0,2T_f$  (onde  $T_f$  é a temperatura absoluta de fusão) ocorrem principalmente a aniquilação de lacunas e a migração de defeitos puntiformes para contornos de grão e discordâncias. Temperaturas na faixa de  $0,2$  a  $0,3T_f$  promovem a aniquilação de discordâncias de sinais opostos assim como o rearranjo das mesmas, delineando os contornos de baixo ângulo [HUMPHREYS, 1996]. Em temperaturas mais elevadas, os contornos de células se aperfeiçoam gerando subgrãos. Estes subgrãos podem crescer mediante a migração de contornos de baixo ângulo. A mobilidade destes contornos depende da diferença de orientação. O crescimento do subgrão promove a redução da densidade de discordâncias no material.

A cinética de recuperação é quantificada em medidas indiretas, através de uma equação geral:

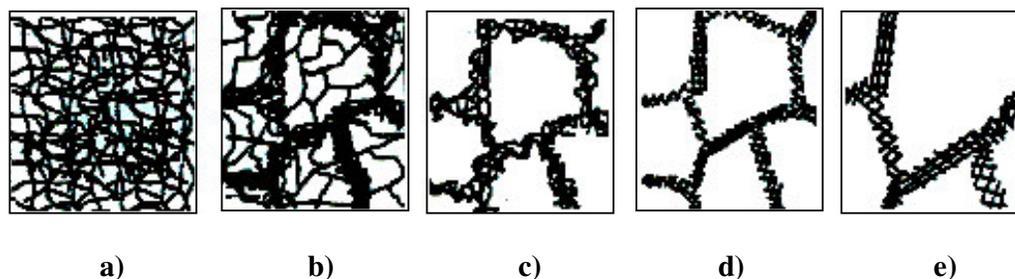
$$\frac{1}{\rho} - \frac{1}{\rho_0} = kt \quad (\text{Equação 1})$$

Onde  $\rho$  é a densidade de discordâncias no instante  $t$ ,  $\rho_0$  é a densidade inicial de discordâncias,  $t$  é o tempo de recozimento e  $k$  é uma constante [STUWE, 2002]. Este fenômeno pode ser descrito esquematicamente na Figura 6.



**Figura 6** – Representação esquemática da cinética de recuperação de um material encruado [PADILHA, 2005].

Durante o aquecimento de um metal com estrutura celular ocorre um aperfeiçoamento das paredes das células (formadas por emaranhados de discordâncias) que se transformam em contornos de subgrãos. A Figura 7 apresenta os vários estágios de recuperação a partir de um emaranhado de discordâncias, até uma estrutura de subgrãos. A diferença entre células de deformação e subgrãos tem como critério para diferenciá-los, a ativação térmica envolvida no processo de formação e o grau de aperfeiçoamento do contorno (subgrãos são formados predominantemente por discordâncias geometricamente necessárias).



**Figura 7** – Estágios da recuperação de metal deformado a frio: a) emaranhado de discordâncias, b) formação de células, c) aniquilação de discordâncias em paredes de célula e d) formação de subgrãos e e) crescimento de subgrãos [HUMPHREYS, 1996].

## 2.5.2 Recristalização

A recristalização é uma reação no estado sólido que promove a eliminação de defeitos cristalinos por meio da migração de contornos de alto ângulo. Para a recristalização, o potencial termodinâmico também é a energia elástica armazenada durante a deformação. Até que a recristalização esteja concluída, a microestrutura será sempre composta de regiões recristalizadas e não recristalizadas (recuperadas).

A recristalização pode ser dividida em duas etapas; a nucleação, que corresponde ao aparecimento de novos grãos na microestrutura deformada e o crescimento, que ocorre por meio da migração de contornos de alto ângulo. Rigorosamente falando, a maior parte dos núcleos de recristalização consiste de regiões pré-existentes no material no estado deformado. Estas regiões (volumes) apresentam baixa densidade de defeitos e estão circundadas por regiões onde a densidade de defeitos microestruturais é muito maior. A quantidade de núcleos para a recristalização depende da deformação e está relacionada com a diferença de orientação entre vizinhos. Por sua vez, o crescimento destas regiões é um processo termicamente ativado (difusional) e compreende a etapa em que os novos grãos migrarão consumindo os defeitos até a substituição completa da estrutura deformada em um material recristalizado.

A fração de núcleos potenciais para recristalização depende da deformação e está relacionada com a orientação destes cristais e de seu comportamento durante a deformação. O maior problema encontrado na determinação da cinética de recristalização reside justamente na etapa de nucleação. A maioria dos estudos na literatura sugere dois modelos: um no qual a taxa de nucleação permanece constante durante a recristalização e outro que admite a existência de um número determinado de sítios que crescem simultaneamente a partir de  $t = 0$  durante o recozimento, a chamada *saturação de sítios*. A segunda hipótese parece ser a mais provável em materiais bastante deformados, como no caso dos aços a serem estudados.

### 2.5.2.1 Nucleação

Nucleação é o fenômeno que indica o início da recristalização. Os mecanismos de formação de cristalitos delimitados por um contorno de alto ângulo móvel (ou mesmo um segmento) capaz de migrar rapidamente sobre uma matriz encruada pode ser definido como nucleação da recristalização [PADILHA, 2005].

Para que ocorra a recristalização, o material tem que apresentar uma elevada densidade de discordâncias que promovem o aumento da energia interna, a chamada deformação crítica. Para material cúbico de corpo centrado (ccc), a estrutura celular de deformação fica bem estabelecida com graus de deformação de 10% ou mais, pois possuem alta EDE. Em materiais de baixa EDE, estruturas celulares não são observadas.

Experimentalmente, pode se observar que as curvas da cinética de recristalização mostram a presença de um tempo de incubação e uma evolução sigmoideal da fração transformada em função do tempo. Estes comportamentos são característicos das transformações que ocorrem por nucleação e crescimento.

Existe claramente preferência por certos locais para a formação de regiões recristalizadas, levando a uma distribuição muito irregular das primeiras regiões transformadas. São elas:

a) Nucleação em contornos de grão: a deformação junto aos contornos de grão é mais complexa que no interior dos grãos devido às restrições impostas pelos grãos vizinhos. Para pequenas deformações, a região do contorno encrua mais que no interior do grão, desta forma, espera-se que a nucleação ocorra preferencialmente junto aos contornos. Para grandes deformações, os contornos são locais preferenciais de nucleação, porém com a concorrência de regiões internas dos grãos.

b) Nucleação em bandas de transição: as bandas de transição são locais de nucleação preferenciais de recristalização, como demonstrado em trabalhos clássicos em monocristais [HU, 1963; WALTER, 1963]. Caracterizam-se por apresentarem grandes diferenças de orientação entre as regiões fragmentadas no interior de um mesmo grão.

c) Nucleação em bandas de cisalhamento: também são locais preferenciais para o início da recristalização, pois armazenam muita energia e possuem elevada fração de contornos lamelares com caráter de alto ângulo.

d) Nucleação estimulada por partículas: partículas grandes ou arranjos formados por várias partículas com um dado espaçamento crítico podem atuar como sítios de nucleação para a recristalização. Dependendo de seu tamanho, podem atrasar a recristalização (partículas menores que 1  $\mu\text{m}$ ) ou acelerá-la (partículas maiores que 1  $\mu\text{m}$ ) [HUMPHREYS, 1996]. Humphreys e colaboradores mostraram que ligas com partículas grosseiras e mais duras que a matriz possuem regiões com elevada densidade de discordâncias ao redor das partículas, causando grandes curvaturas na subestrutura e provendo elevada energia armazenada para sustentar a migração destes contornos de alto ângulo.

### 2.5.2.2 Cinética de recristalização

A cinética de recristalização primária, durante o recozimento em condições isotérmicas, pode ser determinada mediante a quantificação da variação da fração volumétrica recristalizada em função do tempo,  $X_v(t)$ . Atualmente existem diversas técnicas para a determinação da fração volumétrica recristalizada ( $X_v$ ). Estes resultados podem ser obtidos diretamente ou por meio de técnicas indiretas. Dentre elas, destacam-se as medidas de metalografia quantitativa (direta) [ORSETTI ROSSI, 1997], medidas de microdureza (indireta) [PETITGAND, 2004] e a distribuição do índice de qualidade em mapeamentos de

EBSD (direta) [TARASIUK, 2001]. Estas técnicas diferem entre si quanto ao grau de sofisticação, entretanto, de um modo geral, não existem grandes discrepâncias nos resultados finais. Neste trabalho, utilizaram-se as medidas de microdureza Vickers para estimar  $X_v$ . Este tipo de abordagem foi utilizado com sucesso em outro trabalho num aço IF-Ti em função da dificuldade em se quantificar a amostra usando microscopia ótica [CARVALHO, 2004].

A recristalização é uma reação no estado sólido, mas que pode ser tratada como uma transformação de fase clássica envolvendo uma etapa de nucleação e de crescimento destes núcleos. Embora esses fenômenos ocorram em vários grãos ao mesmo tempo, ambos, nucleação e crescimento podem ocorrer a qualquer tempo no material. É importante entender e determinar a taxa de nucleação  $\dot{N}$  e a velocidade de crescimento do núcleo de recristalização  $\dot{G}$ .

- Taxa de nucleação  $\dot{N}$ : corresponde ao número de núcleos formados por unidade de tempo, por unidade de volume
- Velocidade de crescimento  $\dot{G}$ : é definida como a derivada do espaço que a interface percorre na direção normal a ela mesma em relação ao tempo.

Experimentalmente, o método mais empregado para a quantificação da velocidade de migração dos contornos é o de Cahn-Hagel [VANDERMEER, 2001], onde a área interfacial entre as regiões recristalizada e não-recristalizada por unidade de volume é medida em função do tempo. Deve-se ressaltar que tanto  $\dot{N}$  como  $\dot{G}$  são de difícil quantificação experimental.

A recristalização progride com o tempo durante recozimentos isotérmicos e é representada construindo-se uma curva de  $X_v$  em função do  $\ln(t)$ . Esta curva pode ser bem descrita teoricamente pelo modelo JMAK (Johnson – Mell – Avrami – Kolmogorov). O modelo é simples e considera a formação de um núcleo esférico, crescendo em condições

isotrópicas a uma velocidade  $G$  para um tempo  $t$  qualquer, como pode ser verificado na Equação 2.

$$r = G \times t \quad (\text{Equação 2})$$

Com o passar do tempo, a fração volumétrica recristalizada pode ser expressa por:

$$\frac{dX}{dt} = \frac{4\pi r^3}{3} \dot{N}(1 - X_v) \quad (\text{Equação 3})$$

Com o desenvolvimento da Equação 3, surgiu a necessidade de se adicionar o termo  $(1 - X_v)$ , para compensar o surgimento de vários núcleos ao mesmo tempo e próximos [PADILHA, 2005]. O desenvolvimento então se processa, fazendo as substituições de  $r$  por  $G \times t$  e integrando seus termos:

$$\int \frac{dX}{(1 - X_v)} = \int \frac{4}{3} \pi G^3 t^3 \dot{N} dt \quad (\text{Equação 4})$$

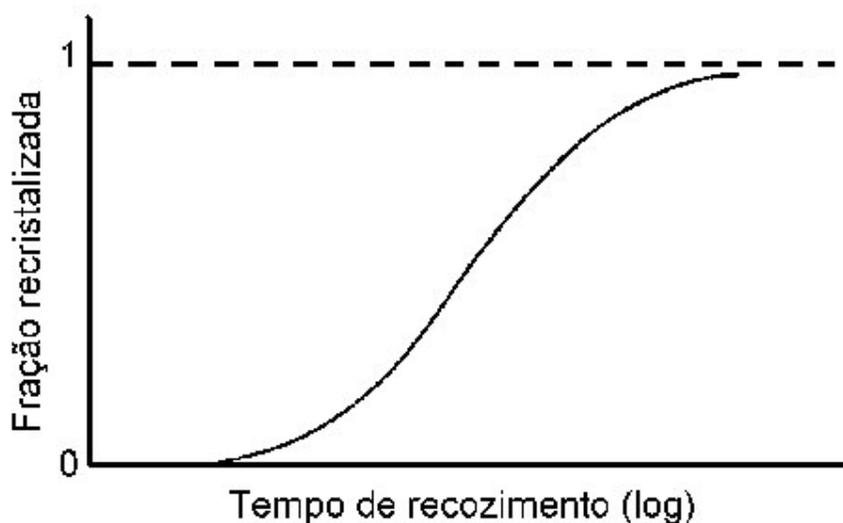
Obtém-se então a Equação 5, conforme abaixo:

$$-\ln(1 - X_v) = \left( -\frac{\pi}{3} G^3 t^4 \dot{N} \right) \quad (\text{Equação 5})$$

A Equação 5 é conhecida sob a forma de:

$$X_v = 1 - \exp(-Bt^n) \quad (\text{Equação 6})$$

A Equação 6 é conhecida como equação JMAK. A constante B do modelo está relacionada com a velocidade e é diretamente dependente da temperatura e  $n$  é o expoente de Avrami. As curvas geradas a partir do modelo JMAK são caracterizadas pelo formato sigmoidal. Nela percebe-se o aparecimento de uma etapa de incubação antes da recristalização (na Figura 8). O modelo cinético apresentado acima trata da recristalização em condições isotérmicas. Um tratamento mais sofisticado para os casos em que a recristalização ocorre em condições não-isotérmicas e admitindo taxa de nucleação constante pode ser encontrada na referência [RUITENBERG, 2001].



**Figura 8** - Variação da fração volumétrica recristalizada em função do tempo [PADILHA, 2005].

O modelo JMAK assume que o crescimento se dá de modo isotrópico nas três dimensões. Deste modo, o expoente  $n$  na Equação 6 deveria ter o valor igual a 4, assumindo que as taxas de nucleação e crescimento são constantes durante o processo de recozimento e que não há restrições à expansão do grão devido ao contato com outros grãos. Pode-se considerar também que a taxa de nucleação não permanece constante, diminuindo com o tempo. Neste caso  $n$  se situaria entre os valores de 3 e 4. Para  $n = 3$ , considera-se que a

nucleação ocorre com saturação de sítios, ou seja, todos os núcleos já se encontram presentes no início da recristalização. Se os grãos são limitados pela geometria da amostra ou por alguma limitação microestrutural interna, o crescimento depende da dimensionalidade do sistema (ocorre em uma ou duas dimensões). Desta forma, o expoente JMAK é menor como mostra a Tabela 6.

**Tabela 6** – Expoentes do modelo JMAK em função do tipo de nucleação e da dimensionalidade do sistema [HUMPHREYS, 1996].

<b>Dimensão de crescimento</b>	<b>Saturação de sítios</b>	<b>Taxa constante de nucleação</b>
1-D	1	2
2-D	2	3
3-D	3	4

### 2.5.2.3 Cinética de recristalização em materiais reais

A cinética de recristalização proposta pelo modelo JMAK fornece os valores do expoente de Avrami ( $n$ ), que depende do tipo de nucleação e crescimento, e B que é a constante cinética.

O desvio da linearidade em relação ao modelo JMAK ocorre preferencialmente para tempos de recozimentos longos. Os modelos que tentam descrever  $X_V(t)$  mais realisticamente levam em consideração dois aspectos importantes:

- a) Competição entre recristalização e recuperação,
- b) Distribuição não-aleatória dos núcleos de recristalização.

Estes aspectos devem ser levados em conta no momento em que os dados de recristalização são analisados. As principais críticas em relação à equação de Avrami são:

a)  $B$  e  $n$  não permanecem constantes, pois a cinética de recristalização tende a diminuir com o tempo, desviando-se da linearidade. Neste caso  $n$  diminui à medida que a recristalização ocorre.

b) A segunda crítica se refere à magnitude da constante  $n$ . Entretanto o modelo JMAK prevê que  $n$  pode ser maior ou igual a 3, dependendo do modelo de nucleação adotado. Valores experimentais mostram que mesmo em materiais altamente deformados os valores de  $n$  são muito menores que 2 [VANDERMEER, 2001]. Estudos recentes mostram que os erros associados à determinação de  $n$  tendem a ser maior no início e no final da transformação. Os maiores desvios da linearidade ocorrem próximos a estes dois extremos [VALENCIA MORALES, 2005], [MURALEEDHARAN, 1999]. Segundo os autores, os valores mais precisos de  $n$  são aqueles associados às frações intermediárias (próximas a  $X_v = 0,6$ ).

#### **2.5.2.4 Influência da recuperação**

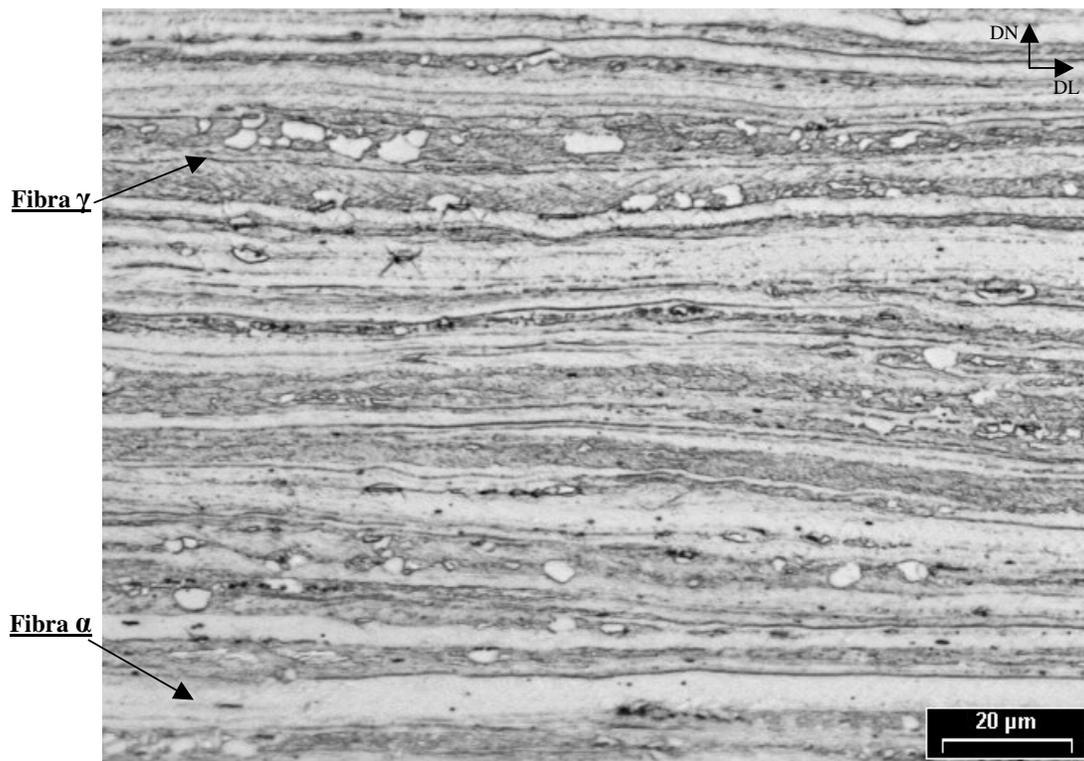
Por muito tempo atribuiu-se à recuperação o desvio (redução da taxa de recristalização) das curvas JMAK, especialmente para longos tempos de recozimento. Estes desvios podem ser significativos para metais com elevada EDE, porém, é pouco provável que influenciem a cinética de recristalização em metais com média EDE como o cobre.

#### **2.5.2.5 Distribuição não-aleatória dos núcleos de recristalização**

Sabe-se que a distribuição dos núcleos num metal deformado não é uniforme. Em metais bastante deformados, bandas de transição, de cisalhamento e contornos de grão atuam

como regiões preferenciais para recristalização. Isto é pouco significativo em metais pouco deformados. No caso dos contornos de grão, espera-se que a recristalização ocorra de modo mais uniforme em amostras com grãos finos em comparação a amostras contendo grãos grosseiros. Mesmo em monocristais, a nucleação da recristalização não ocorre de modo uniforme no cristal, ou seja, os novos grãos não se encontram aleatoriamente distribuídos. Não se pode esquecer também que a recristalização ocorre de modo diferente de um grão para outro (efeitos de orientação), conforme discutido anteriormente. No caso de aços com microestrutura ferrítica, é importante salientar a presença de efeitos de orientação importantes. Este comportamento é discutido por Reglé [REGLÉ, 2001]. Segundo a autora, a microestrutura no estado deformado em aços IF consiste de grãos com duas morfologias típicas. O primeiro tipo consiste nos chamados “*elongated grains*”, também chamados de grãos “suaves”. Esses grãos são bastante alongados na direção de laminação e apresentam pequena espessura. Mesmo quando observados no microscópio eletrônico de varredura no modo de elétrons retroespalhados apresentam pouco contraste interno, indicando que a subdivisão é pouco intensa no interior destes grãos (possuem células grandes e com pequena diferença de orientação). Estes grãos possuem orientações geralmente pertencentes à chamada fibra  $\alpha$ . O segundo tipo consiste nos chamados “*fragmented grains*”. Estes grãos possuem um elevado grau de subdivisão interna, geralmente evidenciando a presença de bandas de transição. Estes grãos possuem grandes diferenças de orientação internamente, o que favorece a posterior nucleação durante o recozimento. De um modo geral, estes grãos possuem orientações pertencentes à chamada fibra  $\gamma$ . A Figura 9 mostra a microestrutura por microscopia ótica de aço baixo carbono, apresentando as fibras  $\alpha$  e  $\gamma$ . As fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  são encontradas em metais e ligas com estrutura cúbica de corpo centrado, em especial os aços IF e os aços baixo e ultrabaixo carbono. Elas são associadas às texturas de deformação e de recristalização destes materiais. A chamada fibra  $\alpha$  engloba orientações com as direções

$\langle 110 \rangle$  paralelas à DL. Ela se estende de  $\{001\} \langle 110 \rangle$  até  $\{111\} \langle 110 \rangle$ . A segunda é a chamada fibra  $\gamma$  e engloba cristalitos com orientações cujos planos  $\{111\}$  encontram-se paralelos à DN. Ela se estende de  $\{111\} \langle 110 \rangle$  até  $\{111\} \langle 112 \rangle$ . Uma terceira fibra também é reportada, a chamada fibra  $\eta$ . Ela engloba orientações do tipo  $\langle 001 \rangle$  paralelos à DL. Ela se estende de  $\{100\} \langle 001 \rangle$  até  $\{110\} \langle 001 \rangle$  [HÖLSCHER, 1991].



**Figura 9** – Microestrutura do aço 4130 recozido a 575 °C por 10 s apresentando as fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  (MO). Note que os primeiros grãos recristalizados surgem no interior dos grãos da fibra  $\gamma$ .

No caso de metais contendo partículas grosseiras ( $d_p > 1 \mu\text{m}$ , por exemplo), como no presente caso, a nucleação estimulada por partículas de cementita também é significativa. Em geral, as orientações destes grãos nucleados junto às partículas apresentam orientações aleatórias.

### 2.5.2.6 O papel das heterogeneidades microestruturais

As heterogeneidades microestruturais não só são responsáveis pela distribuição heterogênea dos núcleos de recristalização, mas também contribuem para as grandes variações na energia armazenada responsáveis pelas diferenças nos valores de  $\dot{G}$ .

Os desvios da idealidade das curvas JMAK, em última instância da própria equação de Avrami, e os baixos valores de  $n$  encontrados em alguns experimentos devem-se à heterogeneidade da microestrutura. Esta heterogeneidade microestrutural leva à:

- distribuição não-aleatória de sítios para nucleação,
- distribuição heterogênea da energia armazenada no material,
- variação de  $\dot{G}$  com o tempo ( $\dot{G}$  decresce com o tempo).

### 2.5.3 Crescimento de grão

O crescimento de grão geralmente ocorre ao final da recristalização. A força-motriz para a ocorrência do crescimento de grão é a redução da energia total associada aos contornos de alto ângulo. À medida que os grãos aumentam de tamanho, a área total de contornos diminui, produzindo uma conseqüente redução na energia total. O crescimento ocorre pela migração de contornos de grão (processo difusional). Nem todos os grãos podem aumentar de tamanho, porém há um crescimento seletivo de grãos maiores à custa dos menores. Desta forma, há um aumento no tamanho médio dos grãos em função do tempo. O movimento dos contornos está baseado na difusão dos átomos de um lado do contorno de um grão para o outro. Este tópico não foi abordado na presente Dissertação.

## 2.6 Textura

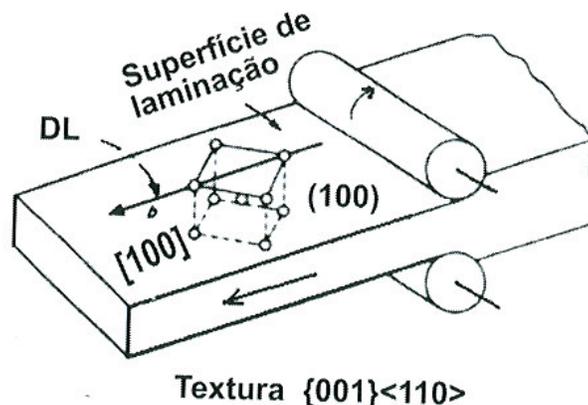
As propriedades de um policristal dependem da forma, do tamanho e da orientação dos grãos. As orientações de todos os grãos podem estar centradas em torno de algumas orientações particulares; desta forma o agregado policristalino apresenta orientação preferencial ou textura cristalográfica. A textura pode ser definida como uma condição na qual a distribuição de orientações dos grãos num policristal não é aleatória. Materiais com textura fraca ou aleatória são aqueles onde se observa ausência de orientação preferencial.

Agregados policristalinos isentos de orientação preferencial (textura fraca) são raramente encontrados na natureza e entre os materiais processados industrialmente. A textura pode se desenvolver em um metal ou liga durante uma ou mais operações de processamento (recristalização e/ou crescimento de grão, por exemplo). A textura não se refere ao formato dos grãos, mas sim à distribuição de orientações desses grãos no espaço. A presença ou ausência de textura não pode ser deduzida simplesmente a partir da observação da forma dos grãos [VIANA, 2003].

A deformação plástica ocorre principalmente pelo escorregamento das discordâncias em sistemas mais densamente empacotados. Durante a deformação, há uma rotação progressiva do reticulado cristalino para orientações mais favoráveis, estabelecendo assim a denominada textura de deformação [STUWE, 1969]. De modo similar, as novas orientações geradas a partir da recristalização promovem o surgimento de uma textura de recristalização. As propriedades dos materiais que dependem da orientação cristalográfica são os limites de escoamento e de resistência e a resiliência, por exemplo.

Em geral, a textura é formada por componentes. Estas componentes são representadas por uma orientação cristalina ideal nas quais diversas orientações semelhantes se agrupam no material. Em se tratando de uma chapa laminada, a componente é representada pelo plano

cristalino  $\{hkl\}$ , que é paralelo ao plano da chapa, e pela direção  $\langle uvw \rangle$ , pertencente ao plano  $\{hkl\}$ , que é paralela à direção de laminação (DL). Isto fixa a posição do cristal em relação aos eixos DL, DT (direção transversal) e DN (direção normal) da chapa. Na Figura 10, por exemplo, a componente ali representada é a de cubo girado,  $\{001\}\langle 110 \rangle$  [VIANA, 2003].



**Figura 10** – Textura  $\{001\}\langle 110 \rangle$  numa chapa laminada [VIANA, 2003].

### 2.6.1 Representação da textura cristalográfica

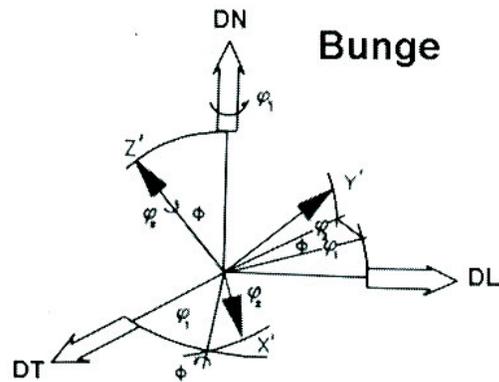
Existem vários métodos para se representar a textura de um material. Para todos eles, é necessário determinar as orientações cristalinas presentes. A forma mais tradicional de determinação da textura cristalográfica de materiais é a utilização de difração de raios X. Num policristal, milhares de grãos são analisados simultaneamente, proporcionando uma medida volumétrica e estatisticamente representativa. Uma das maneiras de se representar a distribuição das orientações é a figura de pólos inversa, onde se faz o registro da densidade dos pólos dos planos  $\{hkl\}$  paralelos a determinada superfície da amostra, sobre um triângulo estereográfico característico do sistema cristalino do material. Esta densidade de pólos pode ser obtida por difração de raios X ou por EBSD (*Electron Backscatter Diffraction*). Esta

técnica é realizada com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura para a determinação de orientações individuais de grãos.

Uma outra maneira de representação é a figura de pólos direta, onde é registrada a densidade dos pólos de um plano  $\{hkl\}$  específico sobre uma projeção estereográfica que apresenta como referência as direções dos eixos macroscópicos do material. A distribuição da densidade de probabilidade é normalizada pelas densidades do mesmo plano  $\{hkl\}$  de uma amostra sem textura, em unidades vezes o padrão aleatório [PINTO, 2003].

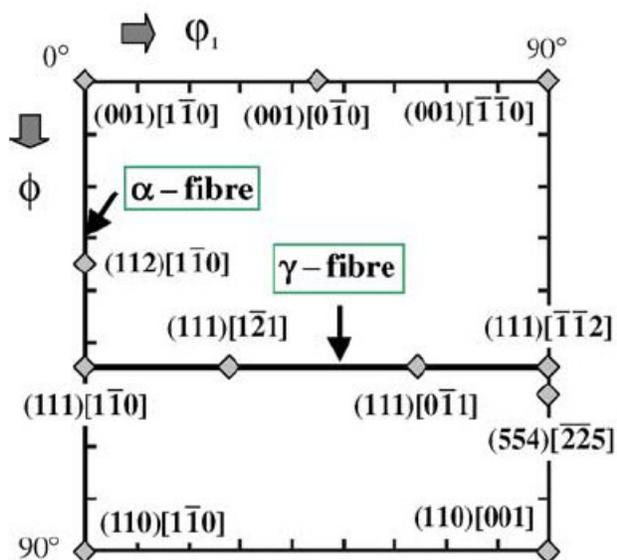
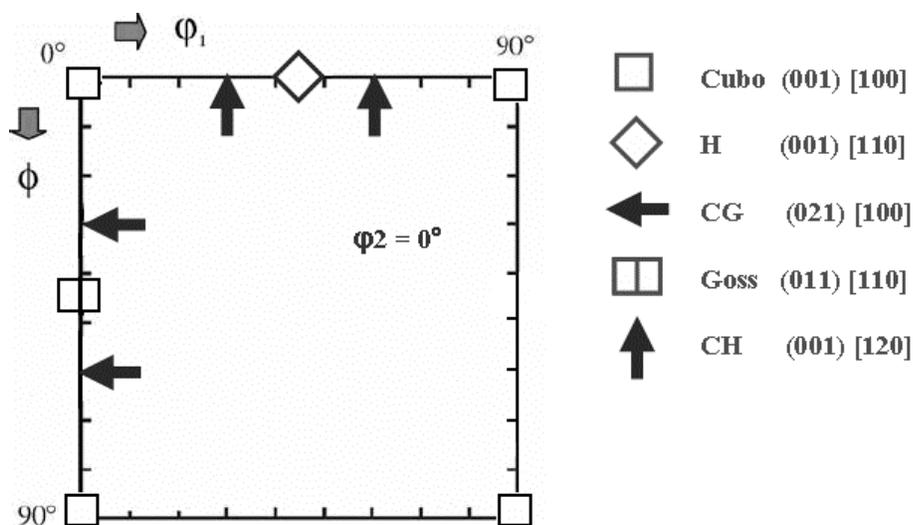
A maneira mais adequada de se representar a textura de policristais de modo quantitativo é com auxílio da chamada “*Função de Distribuição de Orientações Cristalinas*” (FDOC) [VIANA, 2003]. A FDOC especifica a frequência de ocorrência ou a probabilidade de encontrar determinadas orientações  $\{hkl\}\langle uvw \rangle$  no material. Esta probabilidade, numa amostra sem textura, é igual a 1. A orientação de um cristal pode ser definida por três ângulos de Euler, que constituem três rotações consecutivas que quando, aplicadas aos eixos  $[100]$ ,  $[010]$  e  $[001]$  de uma célula cristalina do cristal, torna-os coincidentes com os eixos DL, DT e DN, respectivamente, da amostra do determinado material. A notação mais utilizada nos dias atuais, para os ângulos de Euler foi a proposta por Bunge, que utiliza os ângulos de translação  $\varphi_1$ ,  $\Phi$  e  $\varphi_2$  como indicado na Figura 11.

A intensidade da textura na FDOC é normalmente expressa em valores que representam a razão entre a quantidade que certa orientação estaria presente no material com textura em relação ao material com distribuição aleatória (*times random*).

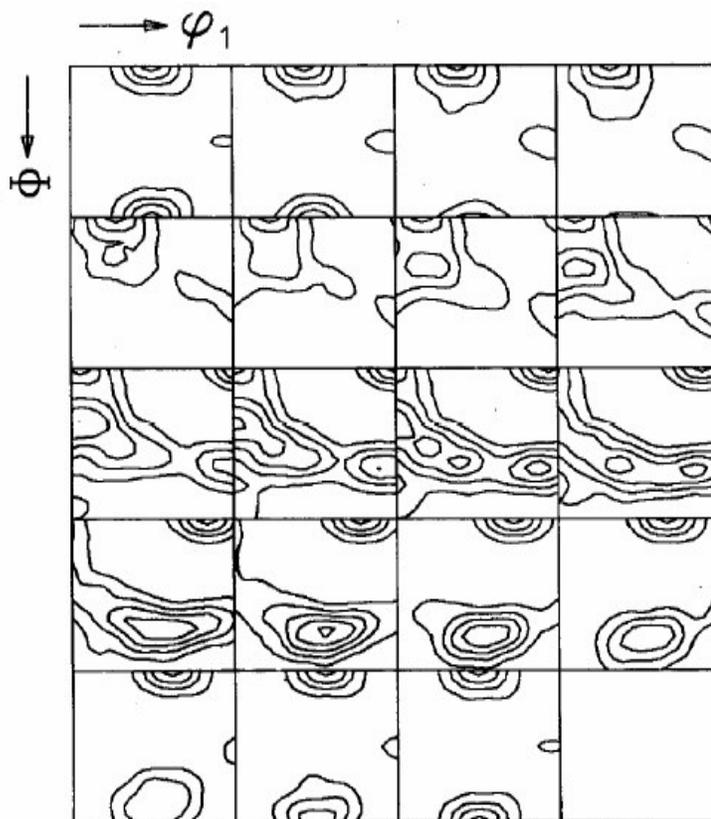


**Figura 11** – Ângulos de Euler ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$  e  $\varphi_2$ ) conforme notação de Bunge [VIANA, 2003].

No caso dos aços baixo carbono e ultrabaixo carbono, as principais texturas de laminação e de recristalização são encontradas nas seções  $\varphi_2 = 0^\circ$  e  $\varphi_2 = 45^\circ$  da FDOC. A Figura 12 mostra esta seção e a localização das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  [CHOI, 2005]. Este tipo de ábaco facilita a pronta identificação das componentes de textura cristalográfica nos aços e nos metais com estrutura cúbica de corpo centrado. A título de exemplificação, a Figura 13 mostra a FDOC de um aço com baixo teor de carbono laminado a frio [VIANA, 2003]. As componentes cubo girado e as fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  estão presentes.



**Figura 12** – Seções  $\phi_2 = 0^\circ$  (adaptado) e  $\phi_2 = 45^\circ$  mostrando a posição das fibras  $\alpha$  e  $\gamma$  em aços baixo carbono [CHOI, 2005].



**Figura 13** – Textura de um aço com baixo teor de carbono laminado a frio com grau de redução de 60%; seções  $\varphi_2= 0^\circ$  a  $\varphi_2= 90^\circ$ , em intervalos de  $5^\circ$  [VIANA, 2003].

O uso da técnica de difração de elétrons retroespalhados EBSD permite a determinação da orientação individual de cada grão de modo bastante rápido. A técnica EBSD faz com que a amostra seja posicionada em ângulos entre  $70^\circ$  e  $80^\circ$  com relação a um feixe de elétrons para maximizar a intensidade das linhas de Kikuchi (resultantes da difração dos elétrons). As imagens captadas são processadas e enviadas a um sistema que identifica os padrões captados de um modo automático [PINTO, 2003].

Após a realização da varredura por EBSD, a primeira forma de análise de dados é a representação da textura obtida em uma região, onde os gráficos podem ser obtidos através da utilização do MEV. Esta é uma técnica de medida pontual de orientação, enquanto que por difração de raios X ocorre uma estimativa da média das orientações sobre um volume

apreciável do material. Outra informação importante obtida a partir da técnica de EBSD é a mesotextura, ou seja, quantificar os contornos numa dada região em função de sua natureza (baixo ou alto ângulos).

### **2.6.2 Controle da textura em aços com baixo teor de carbono para estampagem**

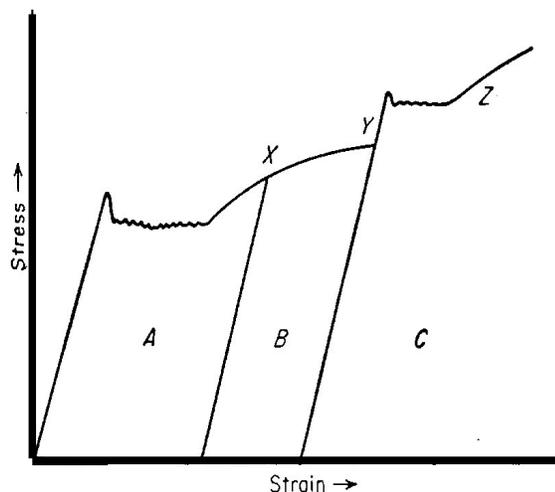
Nos aços baixo carbono, a elevada estampabilidade está associada sempre à presença de grande quantidade de planos  $\{111\}$  paralelos à superfície da chapa enquanto que a baixa estampabilidade está associada à grande incidência de planos  $\{100\}$  paralelos à superfície da chapa [FERREIRA FILHO, 2003].

A textura de recristalização depende fortemente do percentual de deformação a frio que o material sofre antes do tratamento de recozimento. Em materiais trabalhados a frio com baixas reduções surge junto com a fibra  $\gamma \{111\} // DN$ , a textura Goss  $(011)\langle 100 \rangle$ . Com o aumento do grau de redução, ocorre um enfraquecimento da textura Goss (componente típica de cisalhamento em metais ccc) e há um fortalecimento da textura  $\{111\} // DN$  [RAY, 1994]. Para elevadas reduções surgem as componentes  $\langle 100 \rangle$  que são consideradas indesejáveis. Provavelmente existe um grau de redução a frio ótimo para cada tipo de aço.

## **2.7 Envelhecimento por deformação**

Um corpo-de-prova submetido a uma deformação prévia, acima do limite de escoamento, se for descarregado e logo após ser ensaiado novamente, evidencia o retorno da curva tensão-deformação exatamente para onde o ensaio havia sido parado (curva entre X – Y). Entretanto, se o corpo-de-prova for submetido a um tratamento de envelhecimento e logo

após reensaiado, o limite superior de escoamento ressurge no material (curva Z). Este fenômeno depende do tempo ou da temperatura. A Figura 14 mostra este efeito.



**Figura 14** – Curvas tensão-deformação para aços de baixo carbono mostrando envelhecimento [DIETER, 1982].

### 2.7.1 Mecanismo de envelhecimento

O fenômeno de envelhecimento pode ser entendido como podendo ocorrer em quatro etapas, quais sejam:

- Formação de atmosfera de soluto ao longo das discordâncias;
- Formação de grupos de soluto em locais preferenciais ao longo das discordâncias;
- Nucleação de precipitados finos nas discordâncias;
- Crescimento dos precipitados nucleados nas discordâncias.

A difusão do carbono no ferro afeta as propriedades mecânicas de três maneiras: aparecimento de tensões induzidas por átomos de carbono entre os possíveis sítios intersticiais, a segregação de carbono para as discordâncias para formar as atmosferas de Cottrell e a precipitação de carbonetos. Cada um destes tipos de redistribuição de soluto pode provocar o envelhecimento do aço [ZHAO, 2000].

Cottrell e Bilby foram os primeiros que sugeriram que os átomos intersticiais, como nitrogênio e carbono, poderiam atuar fortemente com os campos de tensão das discordâncias. Átomos intersticiais originam deformações ao seu redor. Quando estão no interior dos campos de tensão de uma discordância, espera-se que haja uma diminuição na energia total da deformação [HONEYCOMBE, 1982]. Com isto, surgem excessos de intersticiais nas vizinhanças das discordâncias. Uma pequena quantidade de átomos intersticiais é o suficiente para que haja uma ancoragem das discordâncias em ferro recozido. A formação de atmosferas de átomos intersticiais ancorando discordâncias mostra que existe uma difusão do soluto. Carbono e nitrogênio conseguem se difundir muito rapidamente se comparados com átomos substitucionais, desta forma o envelhecimento após a deformação pode ocorrer no intervalo de temperatura entre 20 e 150°C [HONEYCOMBE, 1982].

### **2.7.2 Efeito do carbono e do nitrogênio no envelhecimento**

Carbono e nitrogênio possuem tamanhos próximos, provocando assim distorções similares no reticulado da ferrita. Portanto, é de se esperar, em decorrência dessas características, que os dois elementos produzam efeitos equivalentes no envelhecimento quando presentes em quantidade iguais na ferrita.

Intersticiais como o nitrogênio e o carbono interagem com as discordâncias tornando-se barreiras e impedindo sua movimentação. Carbono e nitrogênio, mesmo em baixas concentrações no ferro, originam uma transição nítida entre as deformações elástica e plástica em um ensaio de tração. O desaparecimento do escoamento descontínuo, provocado pela decarbonetação do ferro, mostra que de alguma maneira os átomos de soluto são responsáveis por este comportamento [DIETER, 1982; HONEYCOMBE, 1982].

Observa-se que o envelhecimento após deformação pode ocorrer mesmo para teores de carbono perto de 0,002%-p ou de nitrogênio entre 0,001 – 0,002 %-p. O nitrogênio é mais eficaz do que o carbono porque a sua solubilidade, próxima da temperatura ambiente, é consideravelmente maior do que a do carbono [**HONEYCOMBE, 1982**].

### 3 Materiais e Métodos

#### 3.1 Materiais

Três tipos de aços de baixo carbono para uso em embalagem foram utilizados nesta Dissertação. O aço 4130 apresenta um teor de carbono de aproximadamente 200 ppm-p; o aço 2710, em uma posição intermediária, apresenta cerca de 500 ppm-p de carbono e o aço 2680, com percentual maior, possui cerca de 700 ppm-p. Todos os aços foram acalmados com alumínio. A composição química nominal para cada aço é apresentada na Tabela 7 e sumariza os principais aços de baixo teor de carbono destinados à fabricação de folhas metálicas na CSN.

As amostras dos materiais foram retiradas das bobinas na seção de entrada das Linhas de Recozimento Contínuo da CSN (LRCs). Os três aços tiveram a mesma redução a frio (cerca de 90% -  $e_0 = 2,25$  mm e  $e_f = 0,20$  mm).

O material encruado é proveniente dos laminadores de tiras a frio da CSN (LTFs), composto por um laminador quádruplo de cinco cadeiras (Hitachi) e que atinge velocidades de laminação da ordem de 1500 m/min.

**Tabela 7** – Composições químicas típicas dos aços CSN 2710, 2680 e 4130 (% em peso).

AÇO	ELEMENTOS (%-PESO)						
	C	Mn	P	S	Si	Al	N
<b>2680</b>	0,072	0,295	0,012	0,009	0,007	0,005	0,0039
<b>2710</b>	0,05	0,294	0,013	0,017	0,01	0,038	0,002
<b>4130</b>	0,021	0,161	0,012	0,01	0,008	0,049	0,0035

## **3.2 Métodos**

### **3.2.1 Preparação das amostras**

Das amostras retiradas das bobinas na LRC, foram cortados corpos-de-prova (CPs), com as dimensões de 10 mm de comprimento x 5 mm de largura, para os tratamentos de recozimento isotérmico.

### **3.2.2 Recozimento isotérmico em banho de sal**

As amostras foram recozidas em banho de sal em temperaturas compreendidas no intervalo entre 500 e 700°C dentro do campo ferrítico (abaixo de  $A_1$ ) para evitar a dissolução das partículas de cementita. Curvas de amolecimento levantadas a partir da variação das durezas Vickers e Rockwell (HR30T) em função da temperatura (condições isócronas, 10 min) foram necessárias para determinar o perfil de amolecimento dos três aços e identificar as respectivas temperaturas de início da recristalização [HUMPHREYS, 1996]. A partir daí foi possível determinar o melhor intervalo de temperatura para a determinação das curvas da cinética de recristalização dos três aços. O tempo máximo de recozimento foi de 5 min. Tempos de residência inferiores a este são normalmente utilizados em LRCs. O intervalo de tempo ideal será determinado à medida que os resultados forem sendo analisados.

### **3.2.3 Tratamentos térmicos**

Os tratamentos térmicos de recozimento foram realizados em dois tipos de fornos, o primeiro em banho de sal, num forno denominado Tamman, utilizando-se os seguintes sais:

50% de nitrato de potássio ( $\text{KNO}_3$ ) e 50% de nitrito de sódio ( $\text{NaNO}_2$ ). O segundo foi um forno tubular resistivo Lindberg/Blue M com temperatura máxima de  $1700^\circ\text{C}$ .

Em todos os ensaios, tanto para o forno Tamman, como para o forno Lindberg, os corpos-de-prova das três amostras (aços 2710, 2680 e 4130), foram tratados em cada temperatura, simultaneamente, para se evitar desta forma uma diferença, pela variação de temperatura. Para o forno Tamman, foi confeccionado um dispositivo para fixar as três amostras e propiciar a colocação do mesmo com as amostras dentro do cadinho com o sal fundido. Um termopar tipo B (13%Pt), foi posicionado imerso no banho de sal, junto aos corpos-de-prova, para um monitoramento completo do tratamento térmico. Para o forno Lindberg, as amostras foram encapsuladas em tubos de quartzo em atmosfera de argônio.

O primeiro conjunto de experimentos consistiu na determinação das curvas de amolecimento, utilizando o forno Lindberg, nas temperaturas de 300, 350, 400, 450, 500, 550, 600, 650 e  $700^\circ\text{C}$ , com um tempo de 10 min, para que se definissem as temperaturas adequadas para o estudo da cinética de recristalização dos aços.

A partir daí, baseado nas curvas de amolecimento (através de dureza HR30T), definiu-se que as temperaturas iniciais para o estudo da cinética seriam: 550, 575, 600, e  $650^\circ\text{C}$ , com tempos de 1 s, 3 s, 5 s, 10 s, 15 s, 30 s, 45 s, 60 s, 1 min e 3 min. Numa etapa posterior do trabalho, mostrou-se necessário a realização de tratamentos térmicos adicionais, nas temperaturas de 610 e  $625^\circ\text{C}$ , com a mesma variação de tempo. Ao final de cada tratamento térmico, as amostras foram resfriadas imediatamente em água.

### **3.2.4 Caracterização microestrutural**

Os três tipos de aço foram caracterizados com o auxílio das técnicas de microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) nas condições encruada e recozida.

As amostras foram embutidas a quente em baquelite. O lixamento, feito com lixas à base de SiC, na seqüência de 220, 320, 400, 500 e 1000 mesh. Para o polimento utilizou-se primeiramente uma suspensão de alumina e depois pastas de diamante com 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  e 1  $\mu\text{m}$ . O ataque foi realizado com reativo de Nital a 3% ( $\text{HNO}_3$ ).

As microestruturas das amostras foram fotografadas com aumentos de 200 e 500 vezes. Para a aquisição de imagens das micrografias, foi utilizado um microscópio ótico com analisador de imagens Analysis 3.0. A observação das microestruturas foi realizada utilizando um microscópio da marca Axio Phot – Zeiss.

### **3.2.5 Medidas de microdureza Vickers**

As medidas de microdureza Vickers foram realizadas nos três tipos de aço, nas condições de totalmente encruado e recristalizado para a construção das curvas de amolecimento. Em média, 10 medidas por região em cada amostra foram feitas após preparação metalográfica. Os ensaios de microdureza foram realizados em um microdurômetro Micromet da Buehler com carga de 100 gf. As medições foram feitas na região central da amostra, para se evitar efeitos de recristalização devido a deformações provenientes de outros meios que não a deformação por laminação a frio, conforme norma ASTM E 92 – 82.

### **3.2.6 Medidas de dureza Rockwell**

Foram feitas medidas de dureza Rockwell 15T, convertidas para Rockwell 30T, para os três aços, desde o estado totalmente encruado até totalmente recristalizado. Para tanto foi utilizado um equipamento Rockwell modelo C503S, de acordo com a norma ASTM E 18 – 3.

Procurou-se realizar as medições de dureza, conforme feito atualmente nas amostras industriais, nas regiões de borda e centro das amostras.

### 3.2.7 Medidas da textura cristalográfica

Amostras dos três aços, nas dimensões de 20 mm x 20 mm, foram utilizadas para as medidas de textura. Duas condições foram investigadas: laminado a frio (90% de redução) e recozido (700°C por 1 min em banho de sais fundidos). O recozimento foi suficiente para garantir a completa recristalização das amostras. As medidas de textura foram feitas na superfície das amostras, sendo que na amostra do aço 2680, em especial, a medida também foi feita na metade da espessura após lixamento da amostra.

As amostras foram analisadas no Laboratório de Metalurgia e Materiais Cerâmicos do IPT (São Paulo-SP). As figuras de pólo foram obtidas utilizando-se um goniômetro de textura Shimadzu modelo DRX-6000, com radiação de cobalto ( $\lambda = 1,78897 \text{ \AA}$ ) e sistema de lentes policapilares operando a 30 kV e 30 mA. Foram avaliados os seguintes planos cristalográficos específicos: (110), (200) e (211). A partir destas figuras de pólo foi possível determinar a *Função Distribuição de Orientações* (FDOC) com o auxílio do *software* Standard ODF v. 1.20 fornecido pela própria Shimadzu.

### 3.2.8 Cinética de amolecimento

A cinética de amolecimento foi determinada para os três aços estudados. Foram utilizadas medidas de microdureza para determinação da fração amolecida [REGLÉ, 2001], desde a situação de totalmente encruada até a totalmente recristalizada. Para cada condição, foi ajustada uma curva do tipo sigmoidal. A razão para tal deu-se em função da dificuldade de

se identificar os primeiros grãos numa estrutura tão refinada usando apenas o microscópio ótico.

Admitindo-se que a fração amolecida varia linearmente com a fração recristalizada ( $A \propto X_v$ ), a seguinte expressão permite obter os valores de  $X_v(t)$ :

$$A = \frac{H_e - H_i}{H_e - H_r} \quad (\text{Equação 7})$$

onde  $A$  é a fração amolecida (que varia de 0 a 1) e os subíndices  $H_e$ ,  $H_i$  e  $H_r$  referem-se, respectivamente, aos valores de microdureza na condição encruada ( $t = 0$ ), valores de microdureza num instante qualquer e valores de microdureza na condição totalmente recristalizada.

Os valores de  $A$  encontrados, a partir da Equação 7, foram plotados em gráficos em função do tempo em escala logarítmica. Eventualmente, devido a imprecisões nas medidas de microdureza, podem ocorrer valores negativos para  $A$  (fração amolecida). A escala logarítmica não aceita o valor de “zero”, portanto, utilizou-se para efeito de cálculo o valor de  $t = 0,5$  s, como sendo representativo para a condição de totalmente encruada [CARVALHO, 2004].

### 3.2.9 Cálculo do expoente de Avrami ( $n$ )

O expoente de Avrami ( $n$ ) foi calculado, utilizando o modelo JMAK, plotando-se os valores do  $\ln [\ln (1/1 - X_v)]$  versus  $\ln (t)$ . Os gráficos que são obtidos aproximam-se de uma reta, sendo o coeficiente angular da reta, o valor de  $n$  e a determinação da constante cinética ( $B$ ) foi feita a partir dos mesmos gráficos. A fração volumétrica recristalizada  $X_v$ , foi obtida a partir dos valores médios de microdureza.

#### 4) Resultados e Discussão

Nesta etapa, estudou-se o amolecimento dos três aços por meio de medições de dureza HR 30 T e microdureza Vickers (100 gf).

##### 4.1 Amolecimento dos aços

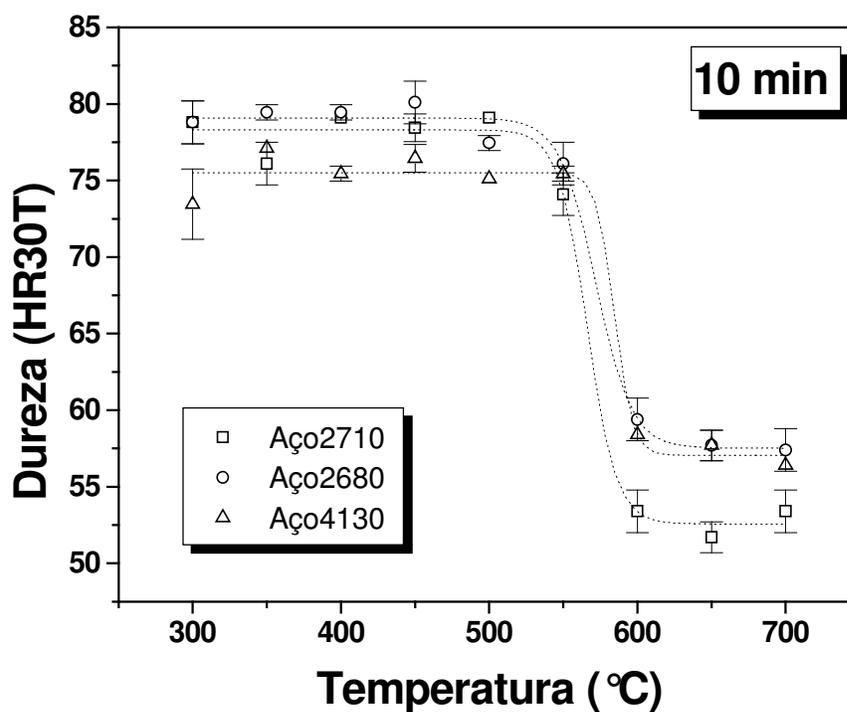
Este primeiro experimento teve como objetivo definir as temperaturas para a construção das curvas de amolecimento e da cinética de recristalização dos três aços em questão. As amostras foram encapsuladas em quartzo em atmosfera de argônio e recozidas. As Tabelas 8 e 9 e as Figuras 15 e 16 apresentam as variações de dureza (HR30T) e de microdureza Vickers (HV). O tempo de patamar para o recozimento isócrono foi de 10 min e as temperaturas utilizadas foram 300, 350, 400, 450, 500, 550, 600, 650 e 700°C.

As duas curvas obtidas mostram comportamentos semelhantes para os três aços, apesar das escalas, como se observa nas Figuras 15 e 16, indicando a ocorrência de pronunciado amolecimento com o aumento da temperatura. As Tabelas 8 e 9 foram incluídas para facilitar o acesso aos dados indicados nos gráficos. Até cerca de 500-550°C, os três aços amolecem por recuperação, uma vez que a queda nos valores de dureza e microdureza é bastante discreta. Acima desta faixa de temperaturas, o amolecimento torna-se pronunciado indicando a ocorrência da recristalização. Acima de 650°C os valores não se alteram mais indicando o final da recristalização para o tempo de 10 min. Aços baixo carbono recozidos em temperaturas próximos a 500°C, mesmo após longos encharques de até 13,6 h, mostram pouca tendência a amolecer [MARTÍNES-DE-GUERENU, 2004a].

**Tabela 8** – Variação da dureza HR30T para os três aços estudados.

Temperatura (°C)	Dureza (HR 30T)					
	Aço 2710	$\sigma$	Aço 2680	$\Sigma$	Aço 4130	$\sigma$
300	79	1	79	1	73	2
350	76	1	79	0	77	0
400	79	0	79	0	75	0
450	78	1	80	1	76	1
500	79	0	77	0	75	0
550	74	1	76	1	75	0
600	53	1	59	1	58	0
650	52	1	58	1	58	1
700	53	1	57	1	56	0

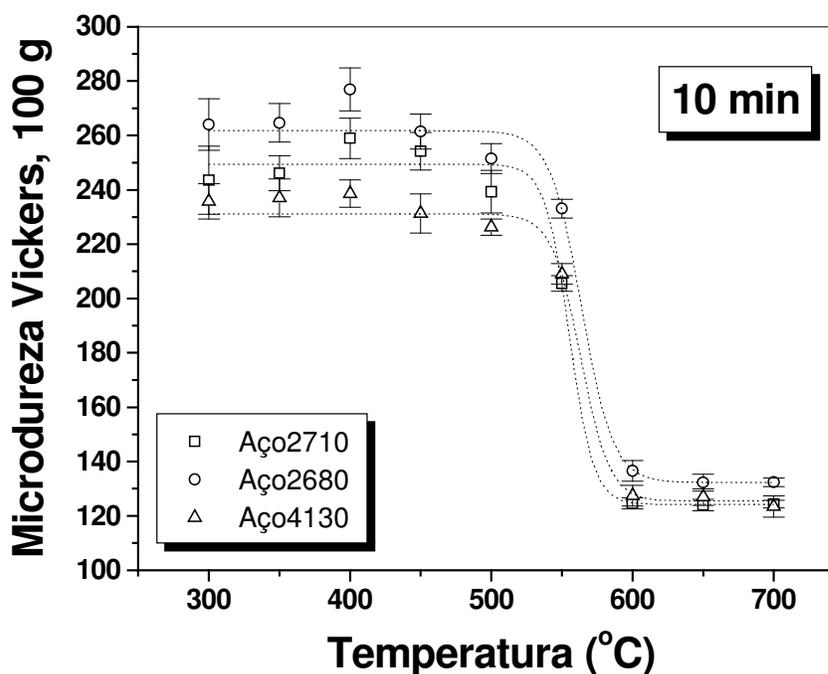
$\sigma$  - desvio-padrão

**Figura 15** – Variação do valor de dureza HR30T dos três aços em função da temperatura de recozimento.

**Tabela 9** – Variação da microdureza Vickers para os três aços estudados.

Temperatura (°C)	Microdureza Vickers					
	Aço 2710	$\sigma$	Aço 2680	$\Sigma$	Aço 4130	$\sigma$
300	243,5	13	266,3	10	239,7	6
350	246,1	6	270,0	7	244,1	7
400	259,0	7	284,7	8	248,7	5
450	254,2	7	273,2	6	244,9	7
500	239,3	8	267,0	6	243,4	3
550	205,5	3	252,9	3	230,3	4
600	124,6	2	165,5	4	157,0	4
650	124,0	2	164,6	3	159,6	3
700	124,4	1	167,8	2	159,5	4

$\sigma$  - desvio-padrão



**Figura 16** – Variação do valor de microdureza Vickers dos três aços em função da temperatura de recozimento.

Para os três aços o amolecimento é semelhante, reduzindo de 79 para 57 HR30T (aço 2680), 79 para 53 HR30T (aço 2710) e 73 para 56 HR30T (aço 4130). Não há uma diferença marcante com relação aos três aços, caracterizando o início da recristalização próximo de 550°C. O aço 2680 apresentou a maior dureza de partida, devido ao seu mais alto teor de carbono, que atua como elemento endurecedor [HONEYCOMBE, 1982]. Tanto para os resultados de dureza, quanto os de microdureza, o aço 2680 é o que se apresenta com as maiores durezas finais, ao passo que o aço 2710, foi o que obteve o menor valor de dureza final.

As maiores dispersões no desvio-padrão ocorrem em temperaturas mais baixas e tempos mais curtos, devidos principalmente às heterogeneidades da microestrutura (efeitos de orientação e variação local da energia armazenada), bem como a possíveis imprecisões do processo de medição de microdureza.

#### **4.2 Cinética de recristalização (recuperação e recristalização)**

Em uma segunda etapa, as temperaturas de tratamento utilizadas foram 550, 575, 600, 610, 625 e 650°C, com os tempos variando de 1 a 300 s. Uma vez que os tempos adotados são bastante curtos, optou-se por realizar os recozimentos em banho de sal fundido para assegurar rápida transferência de calor às finas chapas investigadas. Para os três aços, nos tempos inferiores a 5 s, não se observou, através de análise metalográfica o surgimento de novos grãos, o que passa a ocorrer nos três casos a partir de 10 s de recozimento.

No caso das amostras tratadas a 625°C e 650°C observou-se um pronunciado endurecimento para tempos superiores a 180 s. Este assunto será abordado em detalhes no item 4.3.3. desta Dissertação.

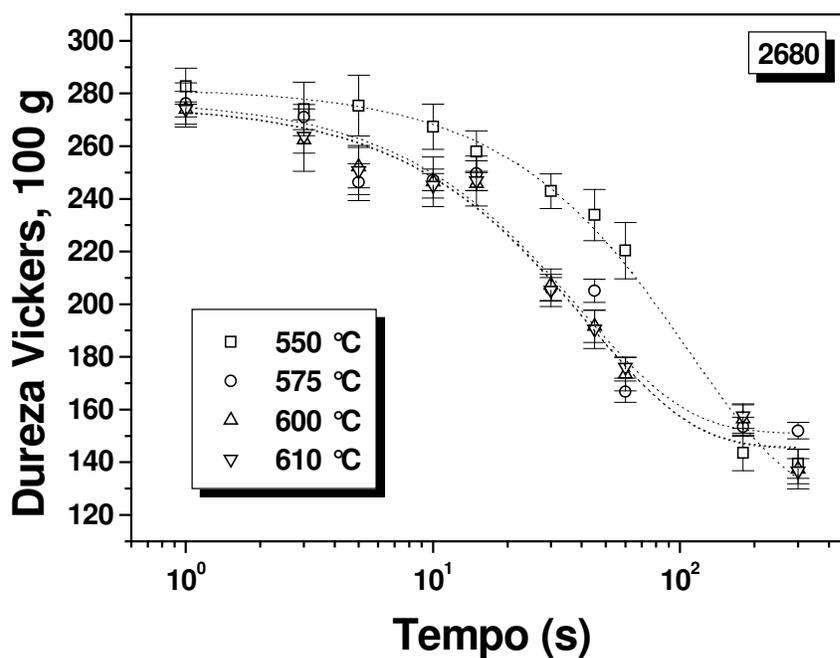
As Tabelas 10 a 12 mostram os resultados de microdureza Vickers para as temperaturas variando de 550 a 610°C e com os tempos de 1 a 300 s. As Figuras 17 a 19 apresentam os gráficos referentes à cinética de amolecimento em banho de sal. A faixa de temperaturas adotada é aquela onde a recristalização ocorre nos três aços.

O amolecimento ocorre de forma semelhante nos três aços, sendo que os tempos para a completa recristalização do material aumentam na temperatura de 550°C. Nesta temperatura, isto ocorre em tempos maiores que 300 s. Ao atingir 650°C, a resposta à recristalização é mais intensa, levando a uma redução da dureza de forma mais rápida (aproximadamente 30 s).

**Tabela 10** – Valores médios da microdureza Vickers após recozimento do aço 2680.

Tempo (s)	Temperatura (°C)							
	550		575		600		610	
	(HV)	$\sigma$	(HV)	$\sigma$	(HV)	$\sigma$	(HV)	$\sigma$
0	283	7	283	7	283	7	283	7
1	283	7	276	8	274	7	274	3
3	274	10	271	5	262	12	264	6
5	275	12	246	7	252	8	251	9
10	267	9	247	4	246	9	245	5
15	258	8	250	7	246	9	247	4
30	243	7	206	4	207	6	205	6
45	234	10	205	4	192	6	190	7
60	220	11	167	4	173	6	176	4
180	144	7	153	4	156	5	158	5
300	139	6	152	3	137	7	137	5

HV - Dureza Vickers (média);  $\sigma$  - Desvio Padrão

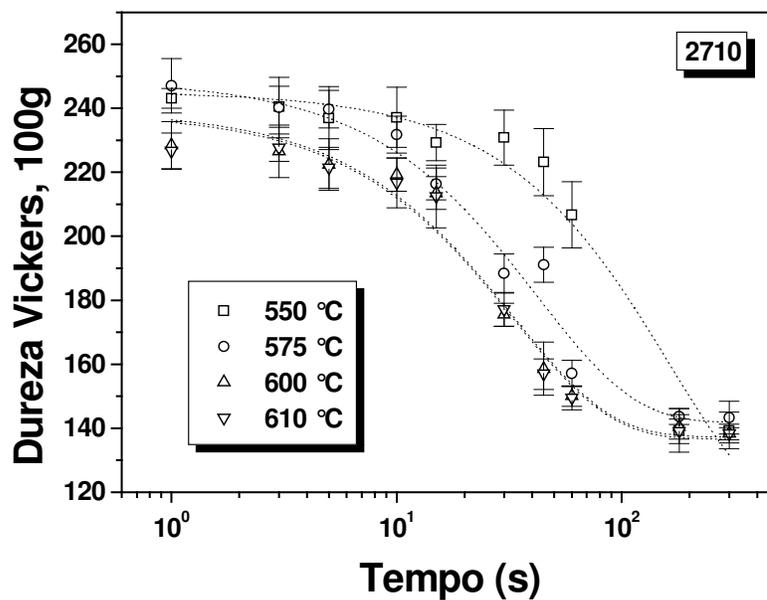


**Figura 17** – Curvas da cinética de recristalização do aço 2680.

**Tabela 11** – Valores médios da microdureza Vickers após recozimento do aço 2710.

Tempo (s)	Temperatura (°C)							
	550		575		600		610	
	(HV)	$\sigma$	(HV)	$\sigma$	(HV)	$\sigma$	(HV)	$\sigma$
0	244	4	244	4	244	4	244	4
1	243	3	247	9	229	7	227	6
3	241	6	240	9	227	8	228	4
5	237	10	240	6	222	8	221	6
10	237	9	232	6	219	5	217	8
15	229	6	216	5	214	5	212	10
30	231	9	188	6	176	4	177	5
45	223	11	191	5	159	8	157	5
60	207	10	157	4	150	3	149	4
180	139	7	144	3	140	4	139	4
300	139	6	143	5	138	3	138	2

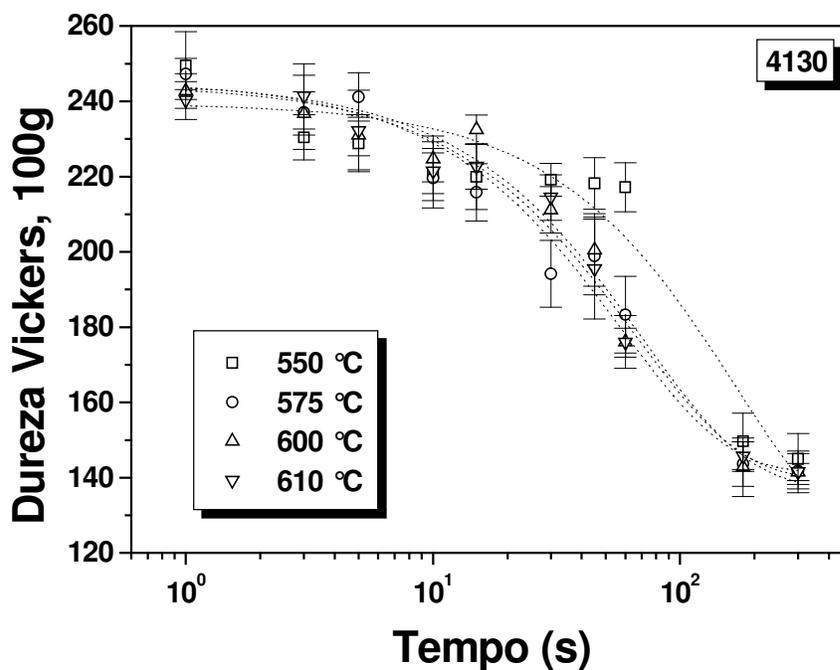
HV - Dureza Vickers (média);  $\sigma$  - Desvio Padrão

**Figura 18** – Curvas da cinética de recristalização do aço 2710.

**Tabela 12** – Valores médios da microdureza Vickers após recozimento do aço 4130.

Tempo (s)	Temperatura (°C)							
	550		575		600		610	
	(HV)	$\sigma$	(HV)	$\sigma$	(HV)	$\sigma$	(HV)	$\sigma$
0	252	5	252	5	252	5	252	5
1	249	9	247	4	243	5	240	5
3	230	6	237	10	237	6	241	9
5	229	7	241	6	231	5	232	11
10	221	5	220	8	225	6	221	8
15	220	9	216	8	232	4	223	6
30	219	4	194	9	211	6	214	6
45	218	7	199	10	201	10	195	13
60	217	6	183	10	176	7	176	4
180	150	8	144	6	143	8	146	4
300	145	7	142	5	142	6	142	2

HV - Dureza Vickers (média);  $\sigma$  - Desvio Padrão

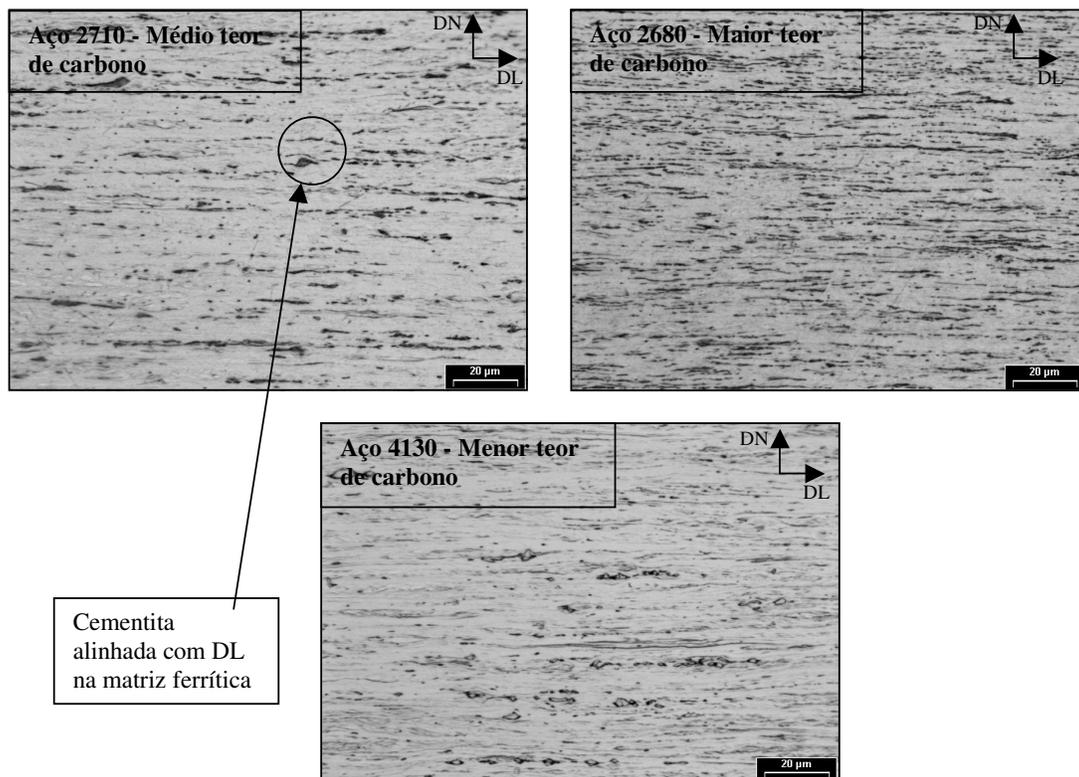


**Figura 19** – Curvas da cinética de recristalização do aço 4130.

### 4.3 Evolução da microestrutura

#### 4.3.1 Estado encruado

A Figura 20 apresenta os materiais de partida para os três aços no estado encruado. Observa-se que a microestrutura é formada por grãos bastante alongados no sentido da laminação, além de partículas de cementita ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) alinhadas na matriz ferrítica. Note que a fração volumétrica de cementita varia com o teor de carbono. O aço 2680 é o que apresenta maior quantidade de partículas de cementita.

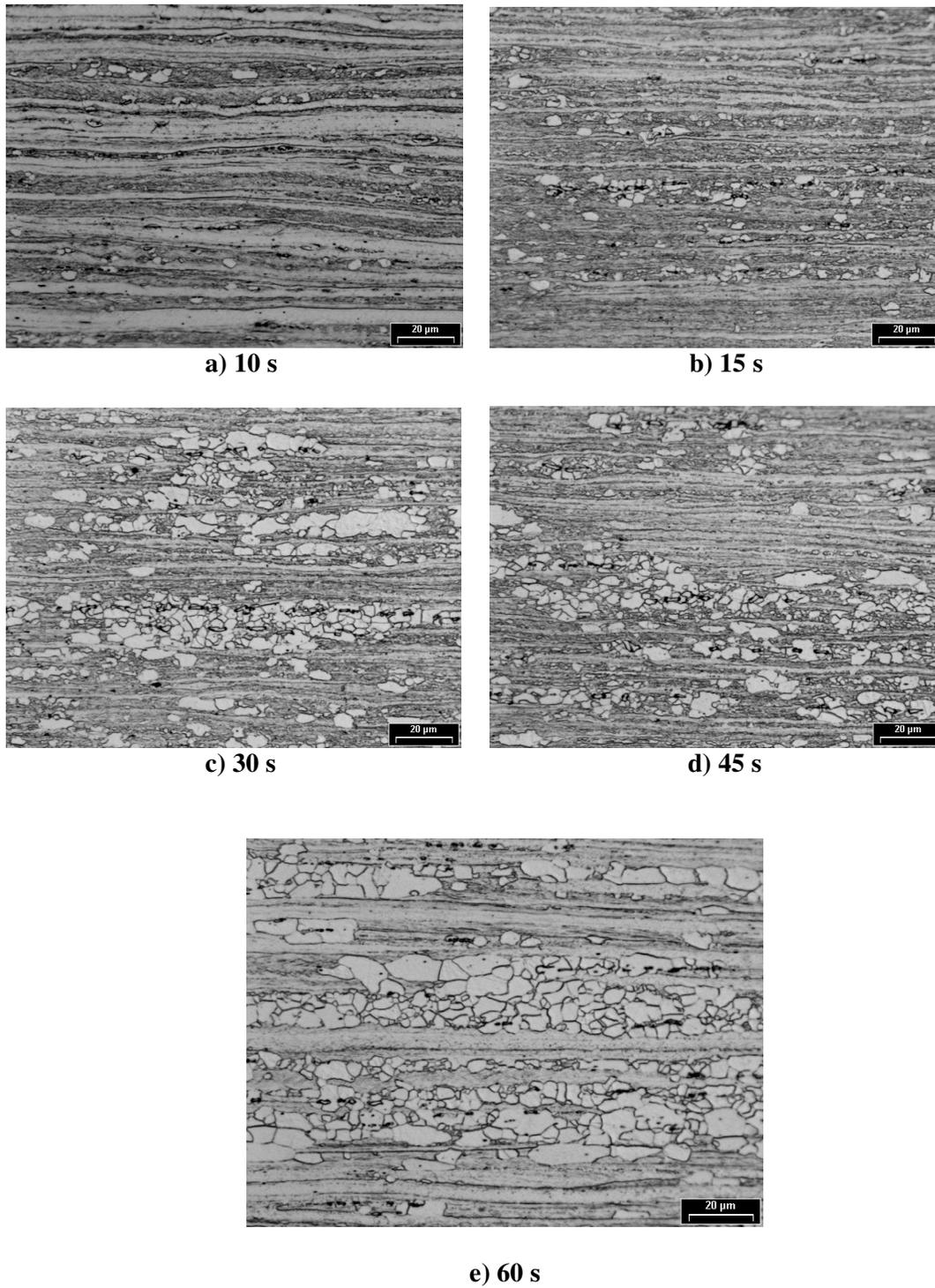


**Figura 20** – Microestrutura da seção DL – DN dos aços 2710, 2680 e 4130 no estado encruado após 90% de redução a frio (MO).

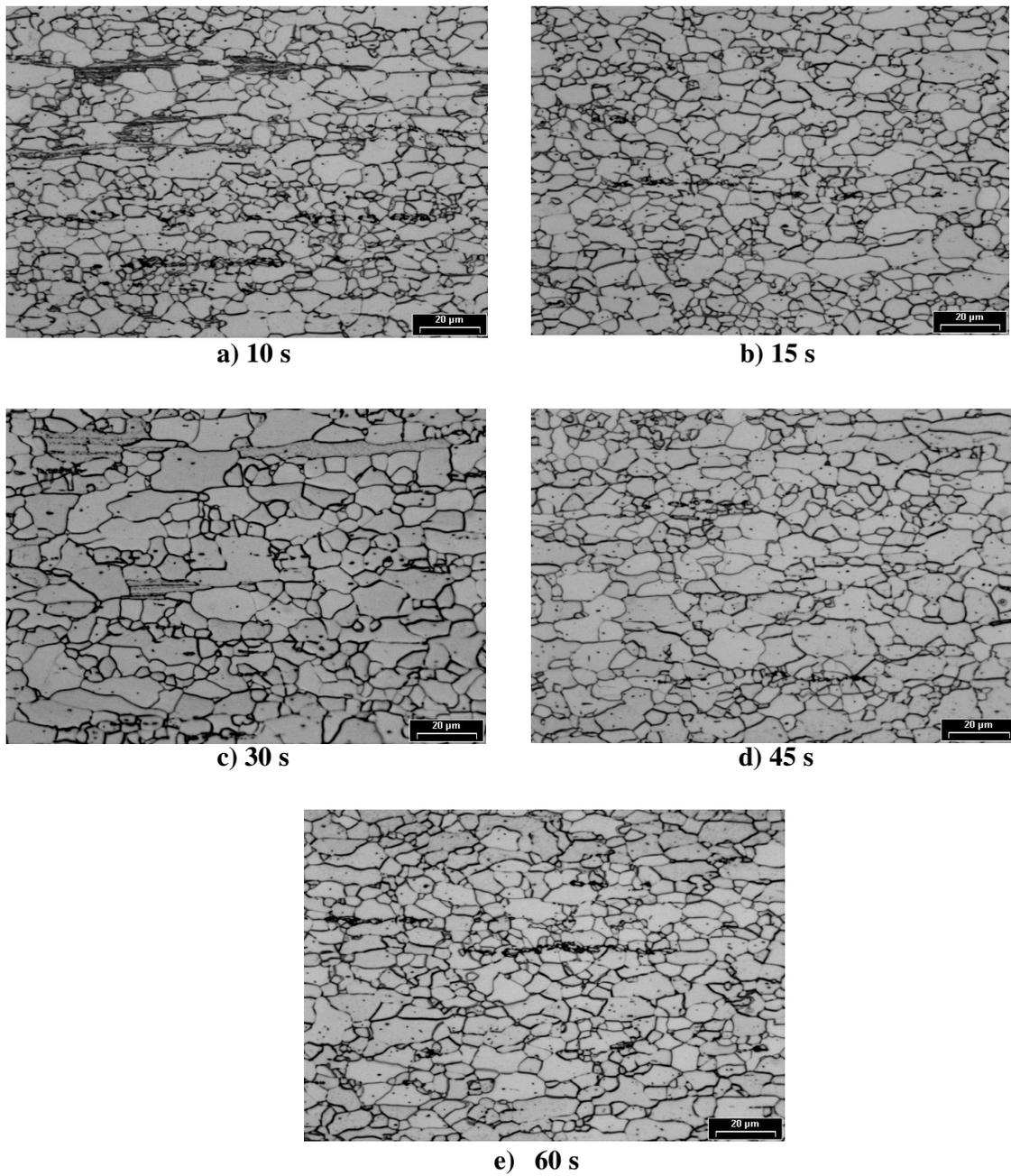
### 4.3.2 Estado recozido

As Figuras 21 e 22 mostram algumas micrografias representativas da microestrutura do aço 4130 recozido nas temperaturas de 575°C e 650 °C e com tempos variando de 10 a 60 s. Comportamentos semelhantes são observados nos outros dois aços. As microestruturas exibem diferentes características, dependendo do tempo e da temperatura de recozimento. As fotomicrografias mostram heterogeneidades no estado deformado, principalmente as fibras  $\alpha$  e  $\gamma$ , sendo que a última é freqüentemente associada ao início da recristalização [VANDERSCHUEREN, 1996], [YOSHINAGA, 1998], [ASENSIO, 2001] [HUTCHINSON, 2001], [RÉGLE, 2001].

Para a temperatura de 575°C (Figuras 21a a 21e), observa-se o início da recristalização aproximadamente com 10 s. Após 60 s, a amostra ainda apresenta regiões que não estão totalmente recristalizadas. Isso seria prejudicial no caso de uma LRC industrial, pois o tempo total de residência numa linha de recozimento contínuo, incluindo as etapas de aquecimento e encharque, ocorre, dependendo da velocidade da linha, em apenas 54 s. Fica bem clara, a recristalização ocorrendo preferencialmente nos grãos da fibra  $\gamma$ , enquanto que os grãos da fibra  $\alpha$  continuam apenas recuperados, sem evidência de recristalização no interior destes grãos. O material recozido em 650°C (Figuras 22a a 22e), apresentou-se totalmente recristalizado com o tempo de 45 s. As diferenças entre o material recozido a 575°C e 650°C estão relacionadas ao grau de ativação térmica e ao caráter difusional da transformação. Quanto maior a temperatura, mais rapidamente o processo ocorrerá e em temperaturas mais baixas, tempos mais longos são necessários para a total recristalização do material.



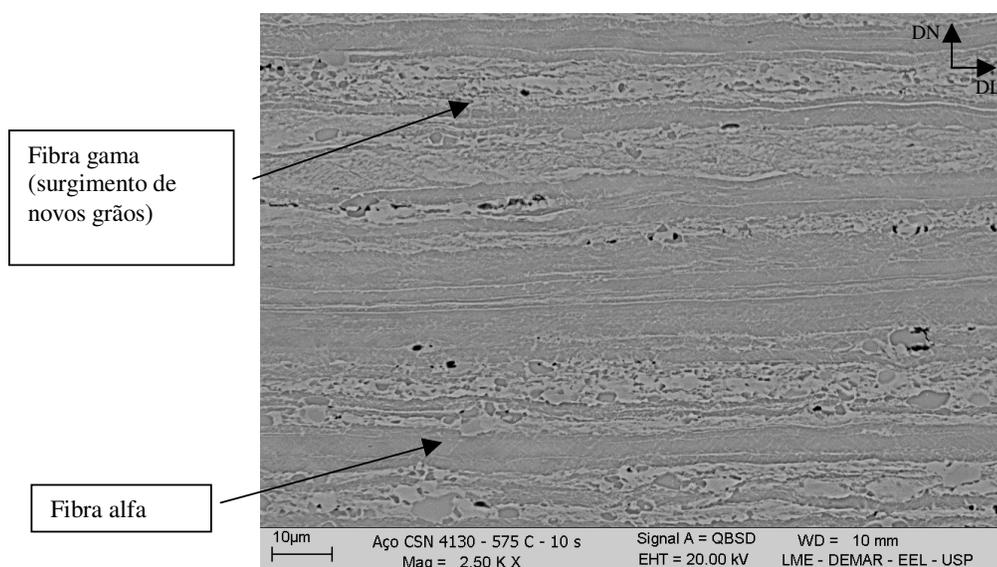
**Figura 21** – Vista geral da microestrutura do aço 4130 recozido a 575°C por diversos tempos (MO).



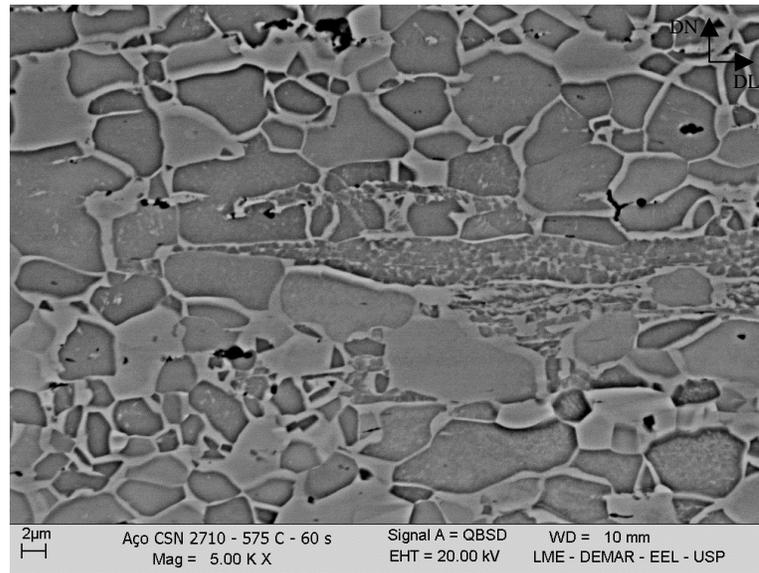
**Figura 22** – Vista geral da microestrutura do aço 4130 recozido a 650°C por diversos tempos (MO).

As Figuras 23 a 26 foram obtidas através de microscopia eletrônica de varredura e complementam a análise microestrutural dos materiais. Pode-se notar que a recristalização não ocorre de modo uniforme em todo o material (variação local).

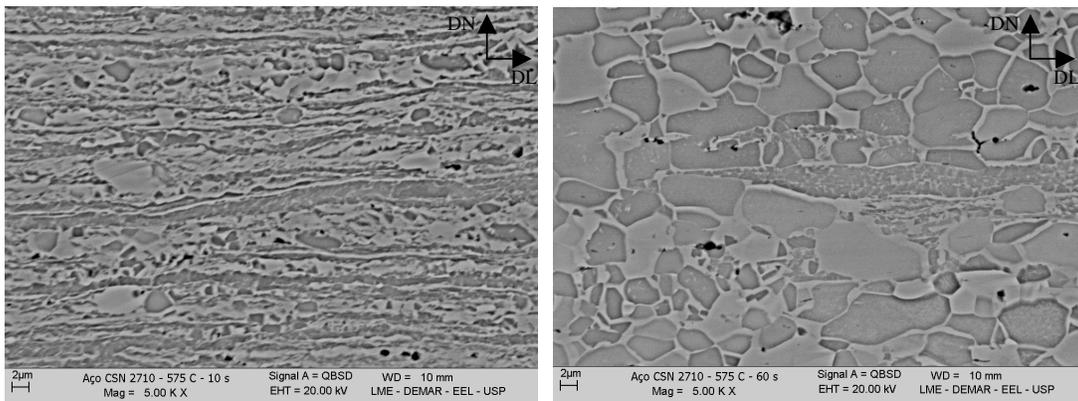
A Figura 23 apresenta o aço 4130 recozido a 575°C por 10 s, no início da recristalização, mostrando uma matriz deformada com grãos surgindo preferencialmente em fibra  $\gamma$ . A Figura 24 apresenta uma amostra do aço 2710 exibindo recristalização parcial após recozimento em 575°C por 60 s. As Figuras 25 a 27 apresentam as micrografias dos aços CSN 2710, 2680 e 4130 na temperatura de 575°C, com os tempos de 10 e 60 s. Observa-se que para os três aços a recristalização ainda está incompleta. A menor fração volumétrica de grãos recristalizados é encontrada na amostra do aço 4130, o que possui menor teor de carbono dentre os aços estudados. A Figura 28 apresenta uma micrografia de aço 4130 numa condição totalmente recristalizada (575°C por 900 s).



**Figura 23** – Imagem de elétrons secundários do aço 2710 recozido a 575°C por 10 s evidenciando o início da recristalização no interior dos grãos da fibra  $\gamma$ .

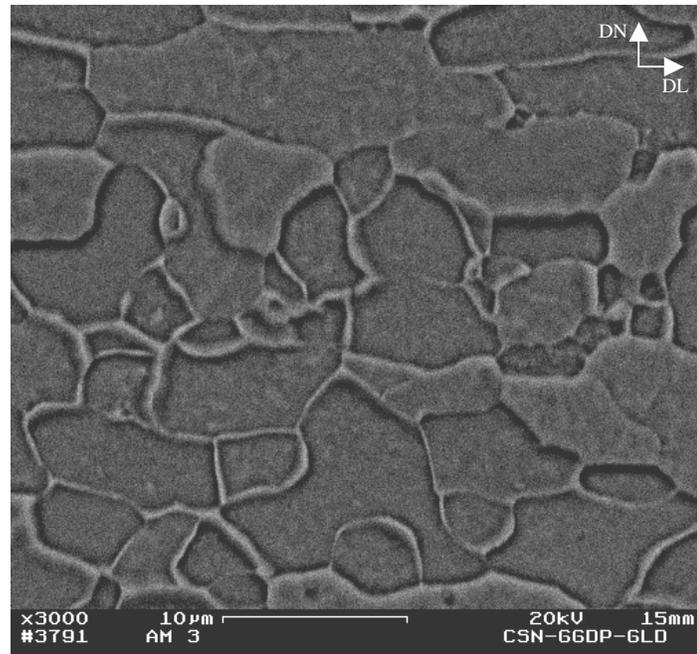


**Figura 24** – Imagem de elétrons secundários do aço 2710 recozido a 575°C por 60 s evidenciando a ocorrência de recristalização parcial.



**Figura 25** – Imagem de elétrons secundários do aço 2710 recozido a 575°C por 10 e 60 s.



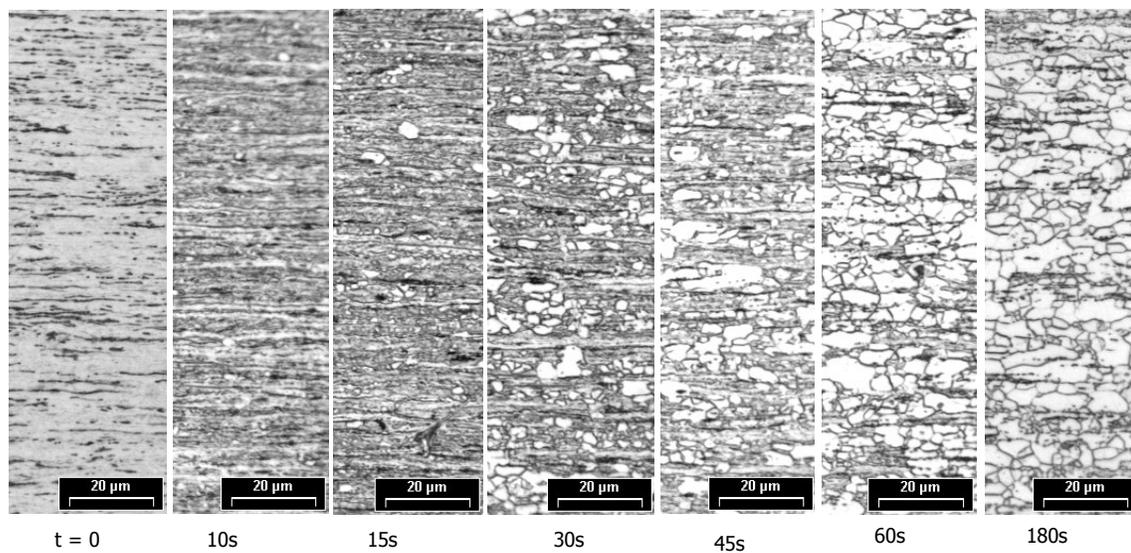


**Figura 28** – Microestrutura do aço 4130 recozido a 575°C por 900 s. Recristalização completa (MEV, IES).

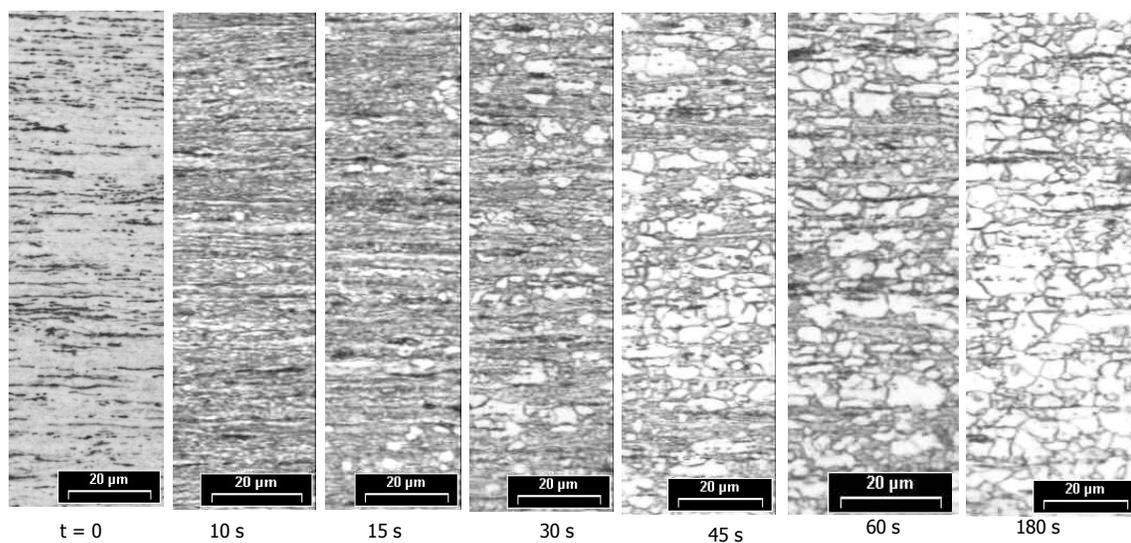
As Figuras 29 a 46 mostram a evolução microestrutural dos aços 2710, 2680 e 4130 desde 550 °C a 650°C. Não se trata da mesma região do material, porém mostra com clareza como os materiais se comportam em termos da evolução da recristalização. Quando se fixa a comparação, por exemplo, apenas nas amostras recozidas a 600°C e tempo de 30 s, notam-se diferenças significativas entre os três aços em termos da fração recristalizada:

$$X_v 2710 > X_v 2680 > X_v 4130$$

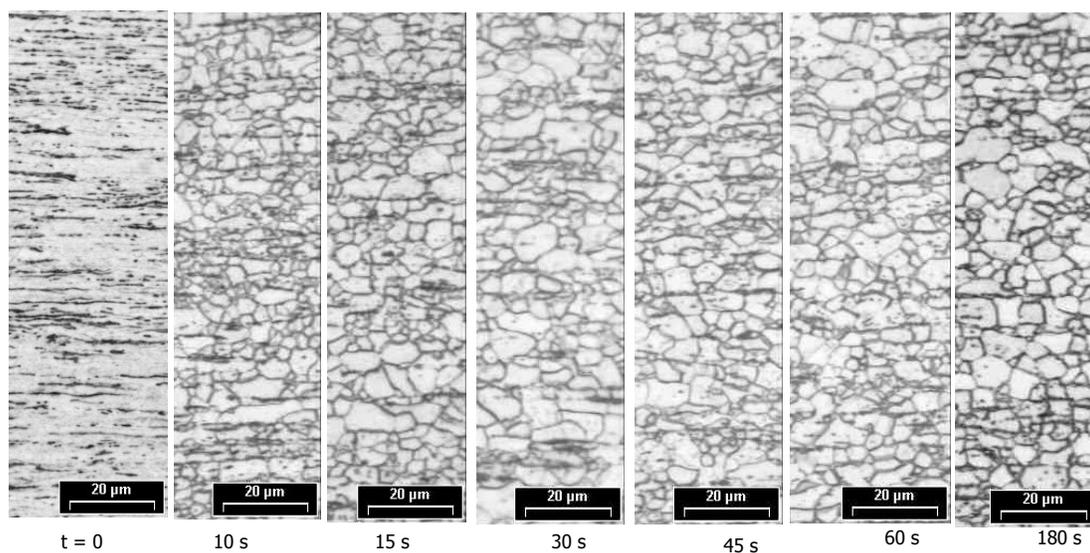
Vale ressaltar que as micrografias são meramente ilustrativas, pois foram retiradas de locais diferentes nas amostras.



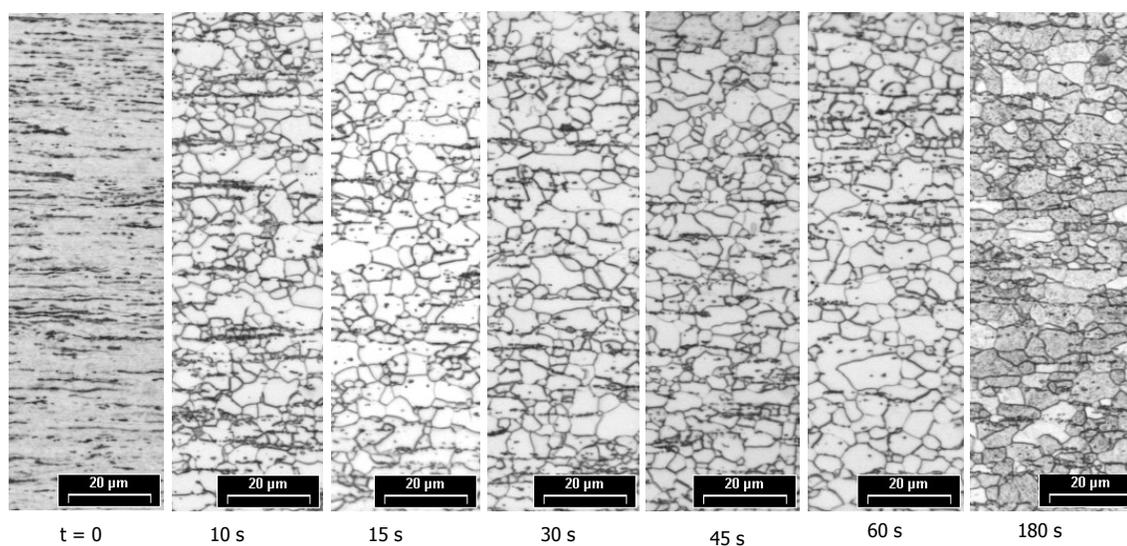
**Figura – 37** – Evolução microestrutural do aço 2680 por vários tempos recozido a 600°C.



**Figura – 38** – Evolução microestrutural do aço 2680 por vários tempos recozido a 610°C.

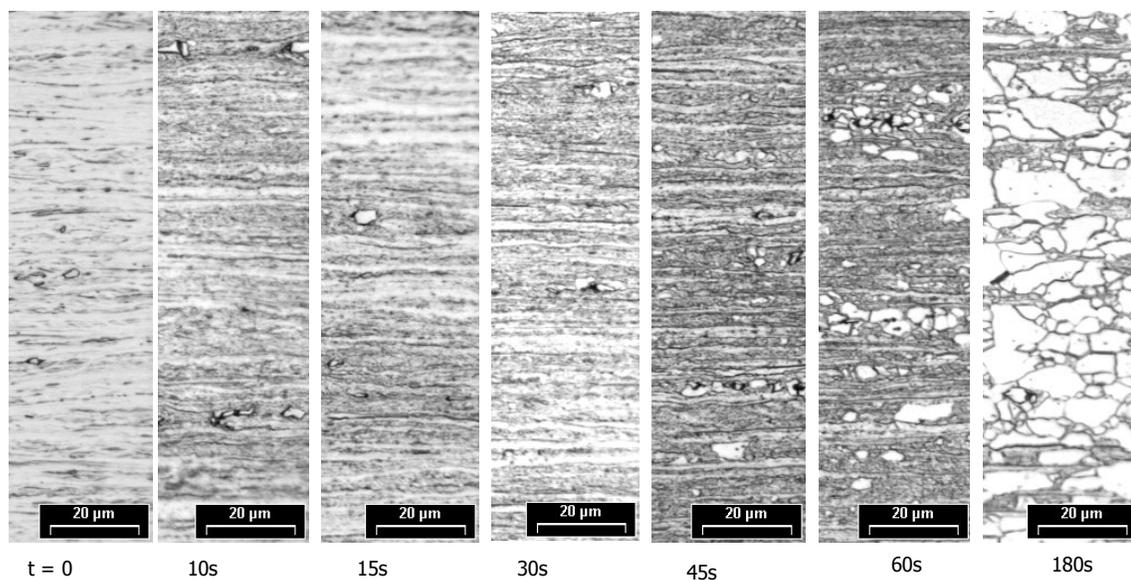


**Figura – 39**– Evolução microestrutural do aço 2680 por vários tempos recozido a 625°C.

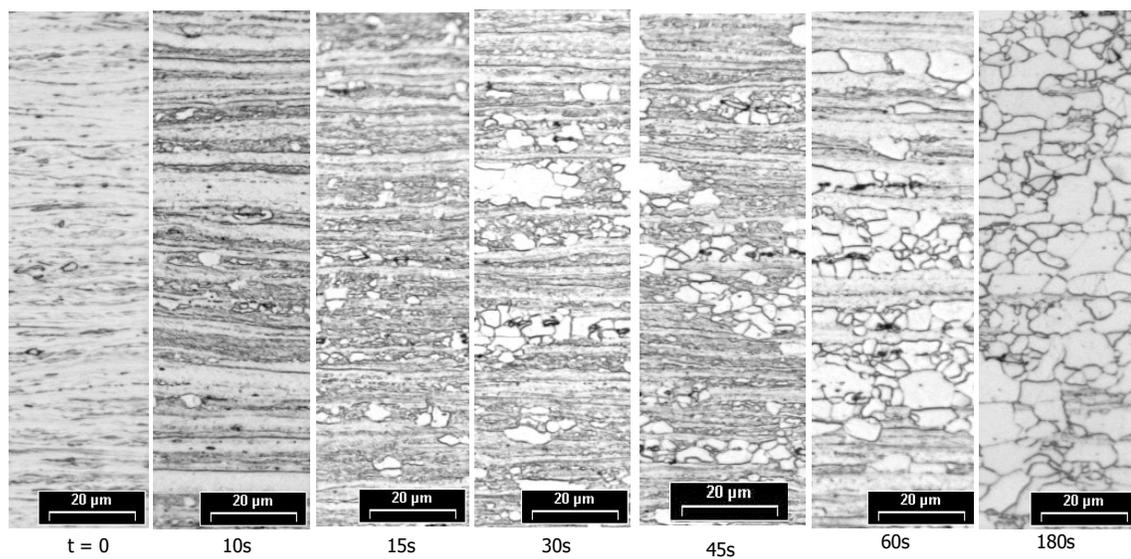


**Figura – 40** – Evolução microestrutural do aço 2680 por vários tempos recozido a 650°C.

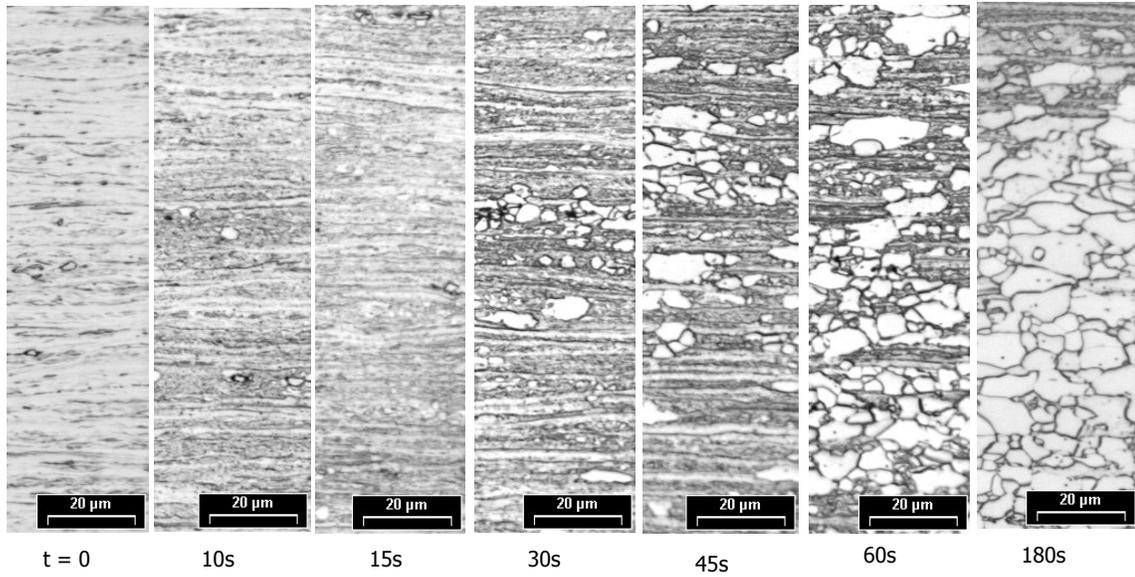




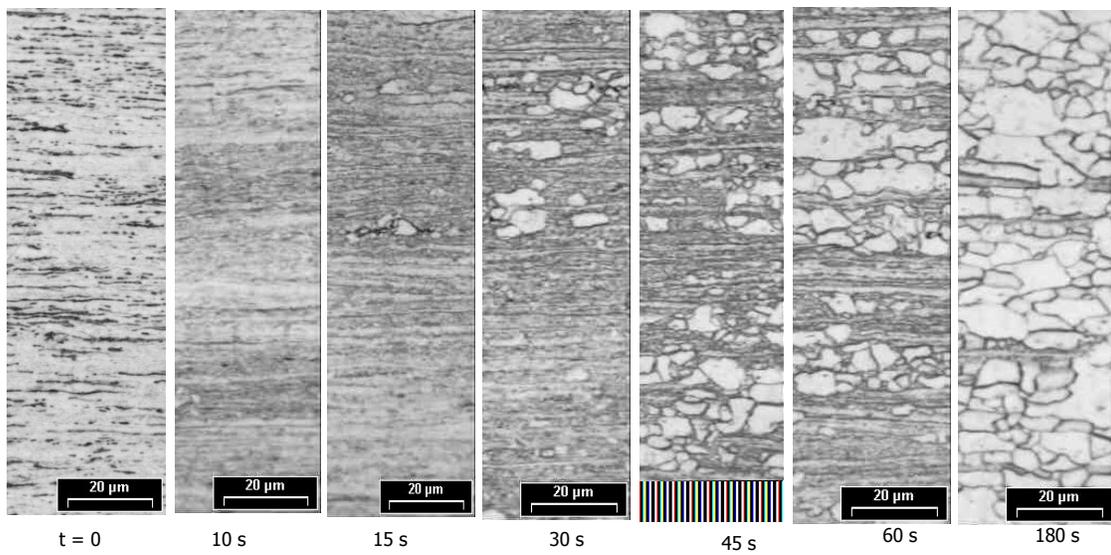
**Figura – 41** – Evolução microestrutural do aço 4130 por vários tempos recozido a 550°C.



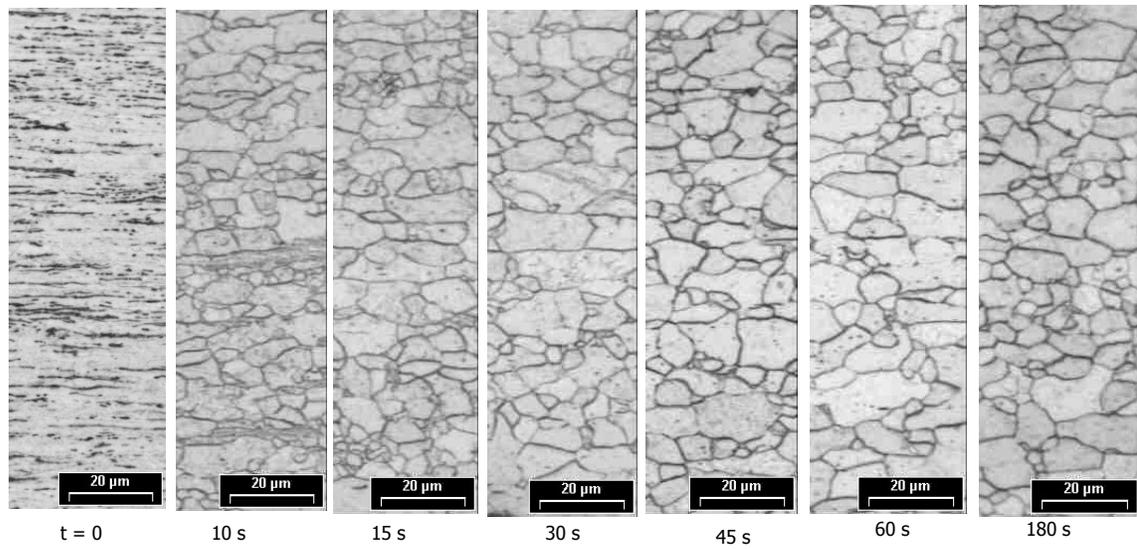
**Figura – 42** – Evolução microestrutural do aço 4130 por vários tempos recozido a 575°C.



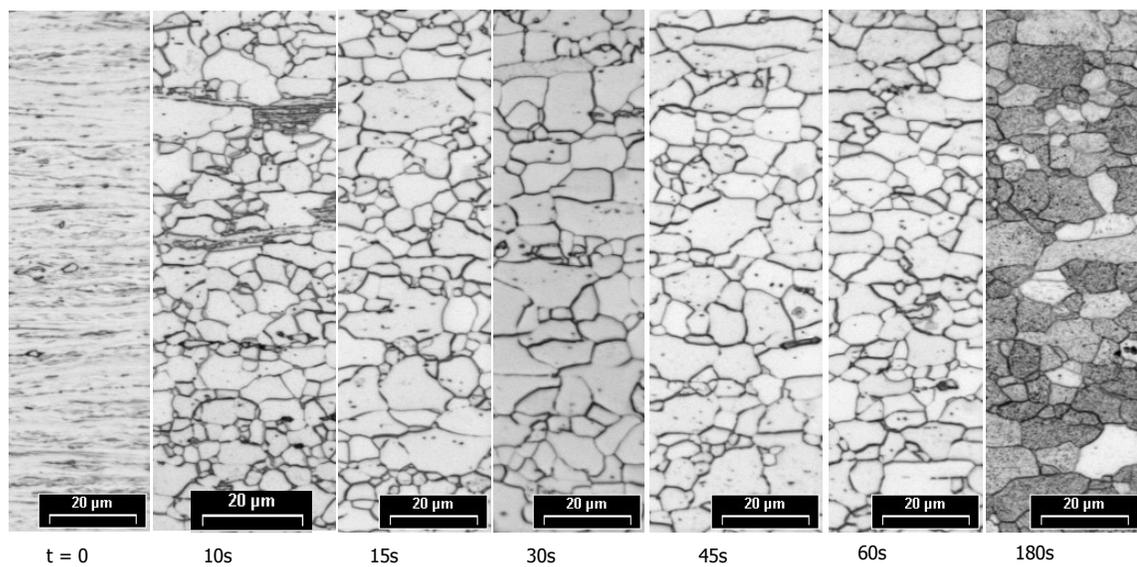
**Figura – 43** – Evolução microestrutural do aço 4130 por vários tempos recozido a 600°C.



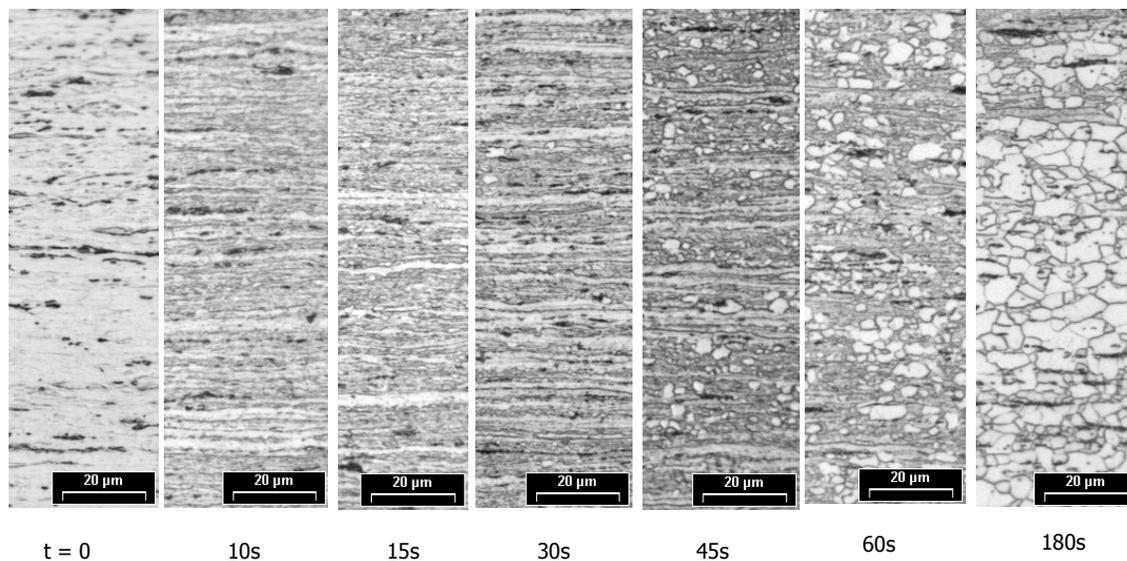
**Figura – 44** – Evolução microestrutural do aço 4130 por vários tempos recozido a 610°C.



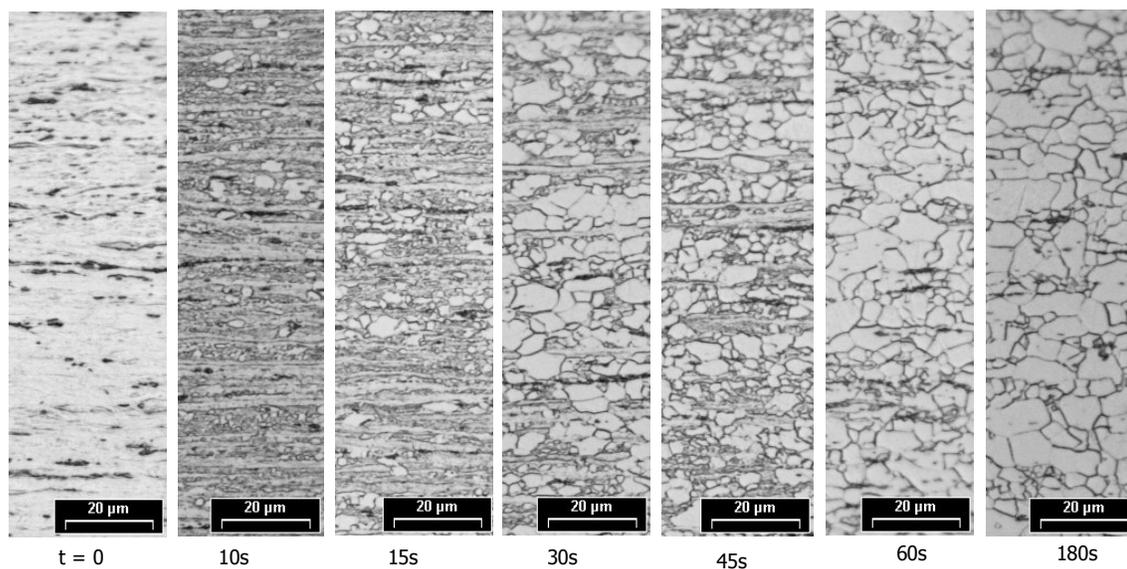
**Figura – 45** – Evolução microestrutural do aço 4130 por vários tempos recozido a 625°C.



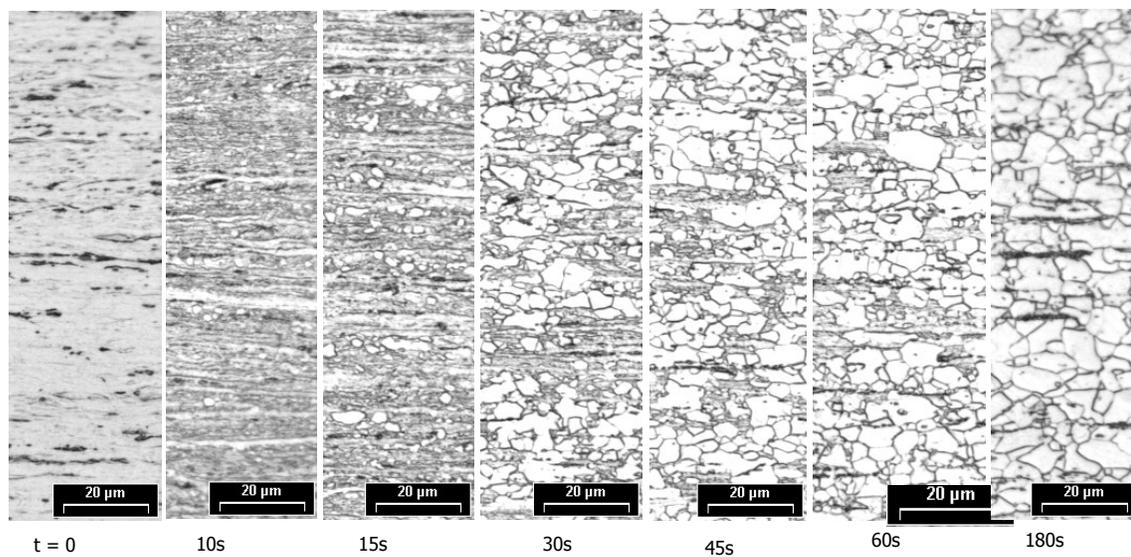
**Figura – 46** – Evolução microestrutural do aço 4130 por vários tempos recozido a 650°C.



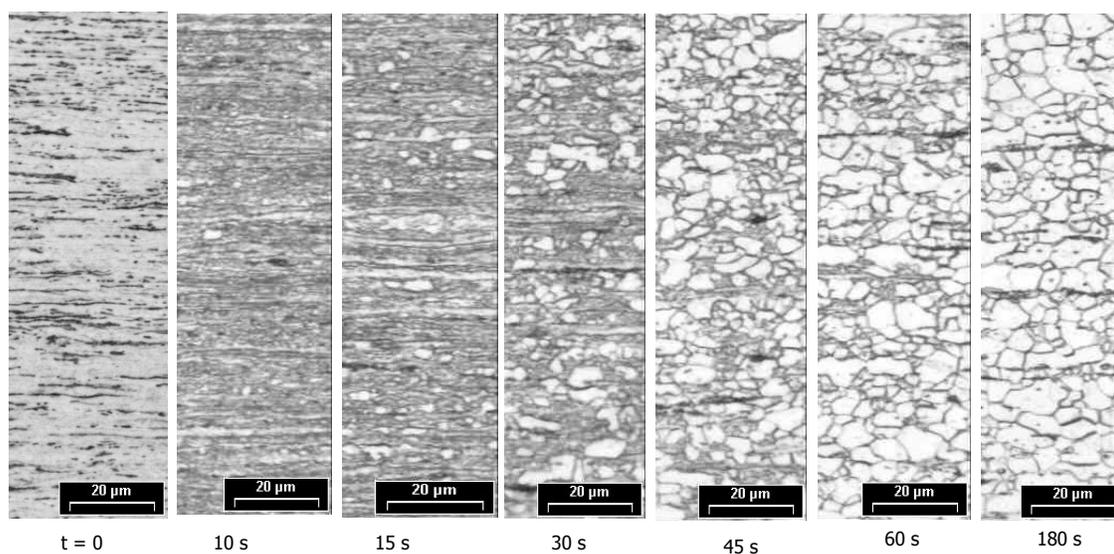
**Figura – 29** – Evolução microestrutural do aço 2710 por vários tempos recozido a 550°C.



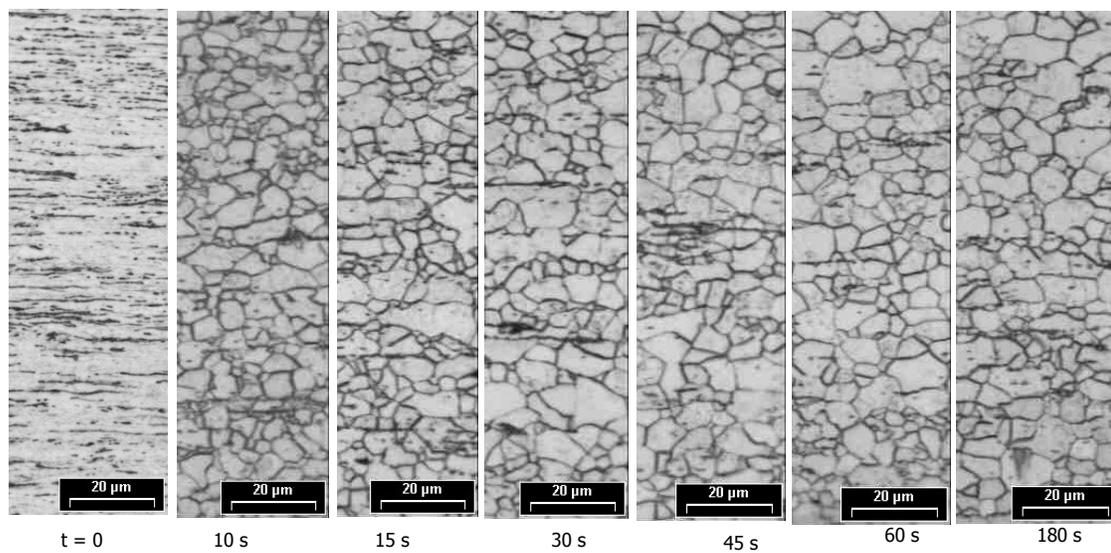
**Figura – 30** – Evolução microestrutural do aço 2710 por vários tempos recozido a 575°C.



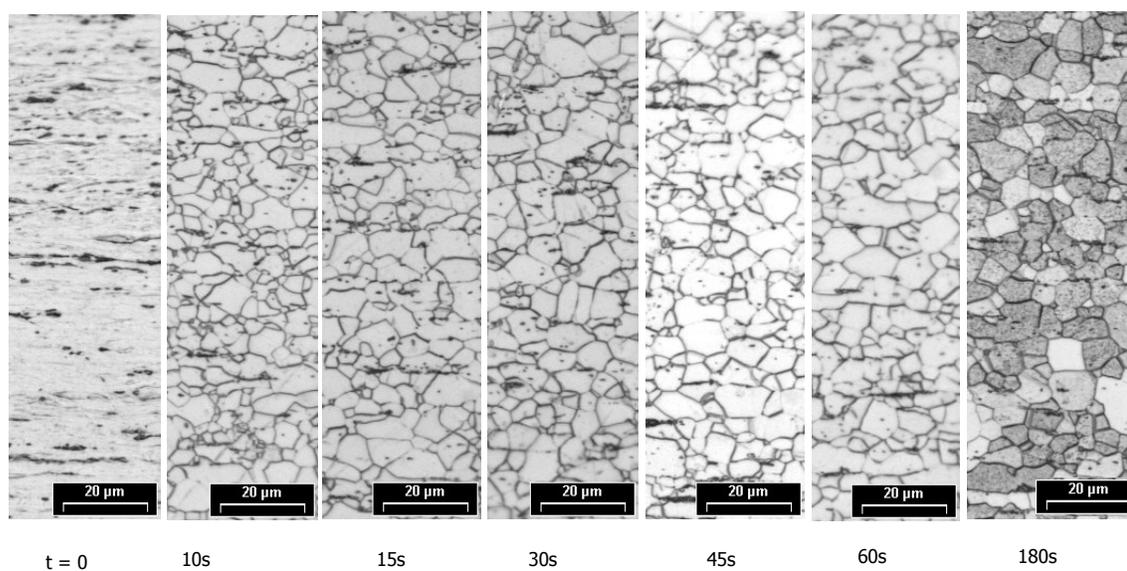
**Figura – 31** – Evolução microestrutural do aço 2710 por vários tempos recozido a 600°C.



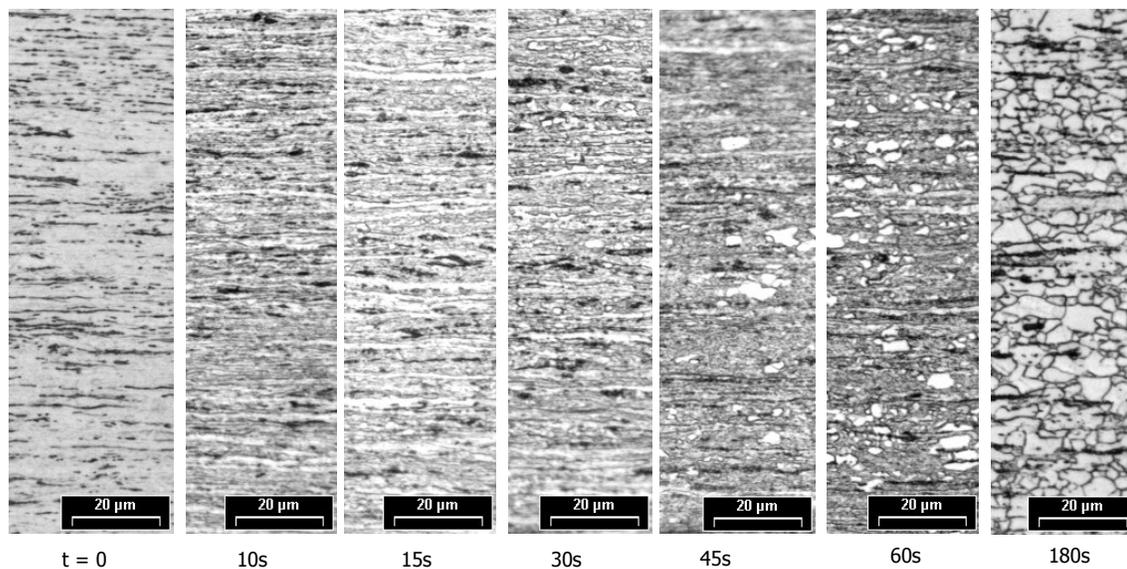
**Figura – 32** – Evolução microestrutural do aço 2710 por vários tempos recozido a 610°C.



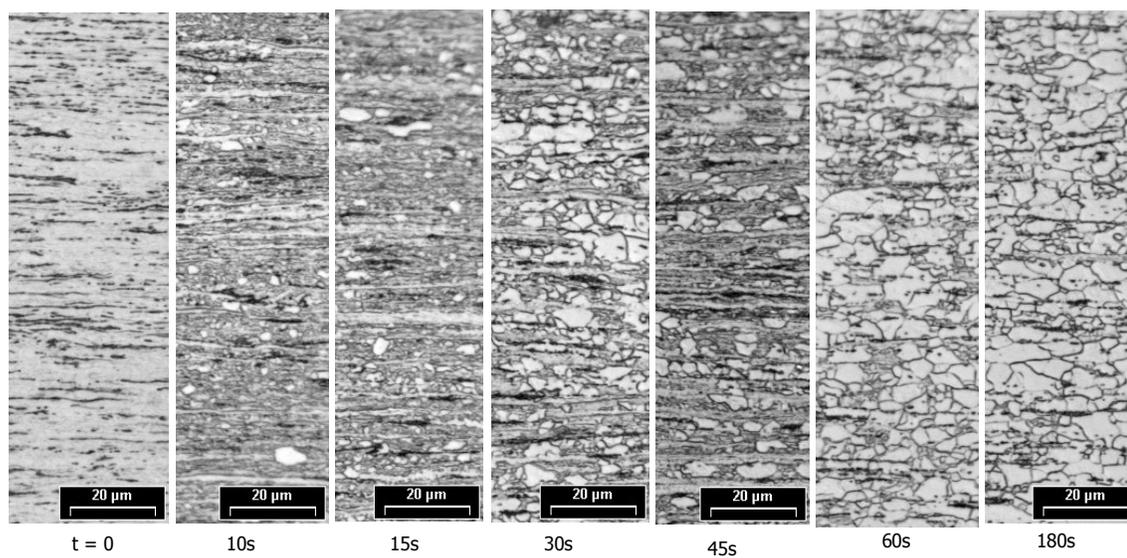
**Figura – 33** – Evolução microestrutural do aço 2710 por vários tempos recozido a 625°C.



**Figura – 34** – Evolução microestrutural do aço 2710 por vários tempos recozido a 650°C.



**Figura – 35** – Evolução microestrutural do aço 2680 por vários tempos recozido a 550°C.



**Figura – 36** – Evolução microestrutural do aço 2680 por vários tempos recozido a 575°C.

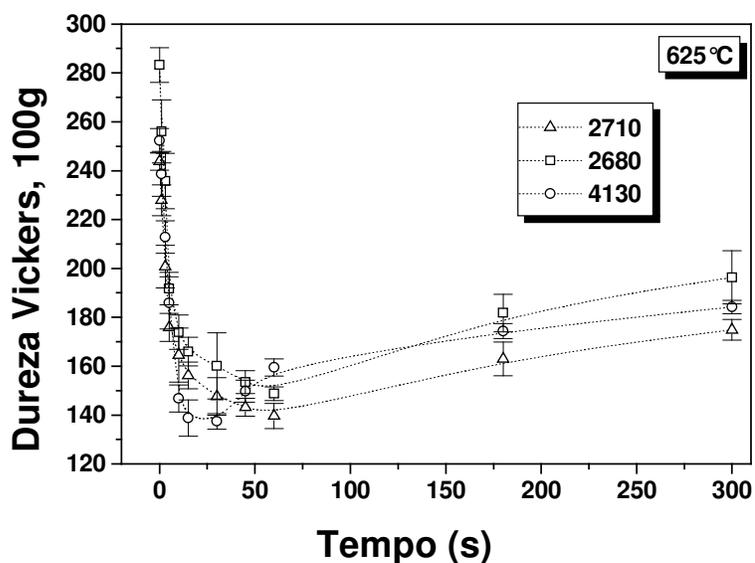
### 4.3.3 Endurecimento secundário dos aços

As curvas das Figuras 47 e 48 mostram o comportamento dos três aços quando se eleva a temperatura de recozimento, ou seja, uma queda acentuada nos valores de dureza a partir da dureza do material no estado encruado. A partir de 30 s, entretanto, o endurecimento secundário do material torna-se bastante significativo para longos tempos de recozimento. O efeito endurecedor do nitrogênio passa quase despercebido até 30 s, pois a recristalização amolece o material muito mais intensamente. Neste caso, as temperaturas de recozimento onde o fenômeno foi observado foram 625 e 650°C. Numa primeira hipótese, este endurecimento poderia estar relacionado com o aumento dos teores de carbono ou nitrogênio, elementos químicos endurecedores do aço [HONEYCOMBE, 1982]. Portanto, para entender este fenômeno, análises químicas foram realizadas para verificar a evolução dos teores de carbono e nitrogênio nas amostras tratadas na temperatura de 625°C em função do tempo de recozimento. As amostras, foram decapadas com uma solução de HCl a 10% a 80°C para remover a camada de óxido formada na superfície.

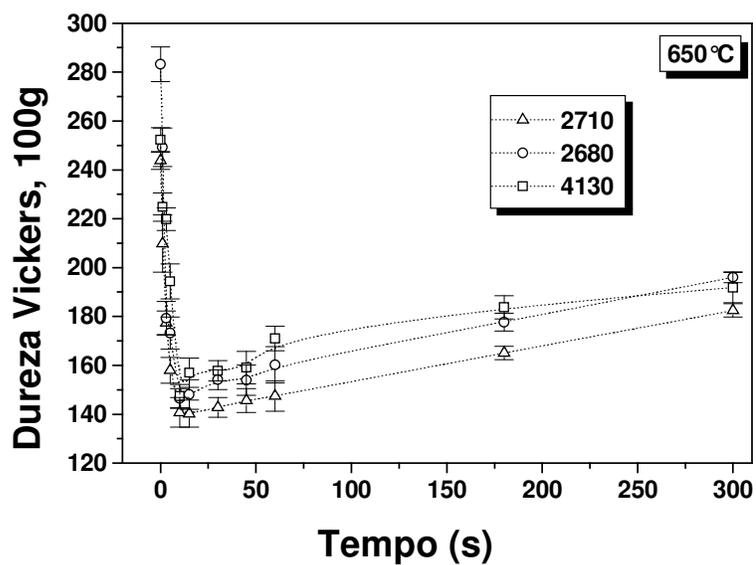
Com relação ao carbono, não se verificou um resultado que possa relacionar o efeito endurecedor deste elemento, já que com a variação do tempo, o mesmo manteve-se praticamente constante, sofrendo uma pequena descarbonetação com o tempo de 300 s. A Figura 49 mostra a evolução do teor de carbono a 625°C, com a variação do tempo. Com relação ao nitrogênio, o efeito foi surpreendente, já que o resultado da análise química mostrou um aumento de até 23 vezes para o aço 2710, 16 vezes para o aço 2680 e 14 vezes para o aço 4130, no teor de nitrogênio, para tempos mais longos. O principal fator da ocorrência deste fenômeno pode estar associado com o tipo de sal utilizado (mistura de nitrito e nitrato), contendo as seguintes composições: 50% de nitrato de potássio ( $KNO_3$ ) e 50% de

nitrito de sódio ( $\text{NaNO}_2$ ). Em função desta composição, durante o tratamento térmico, por difusão [HONEYCOMBE, 1982], ocorreu uma nitrogação dos aços.

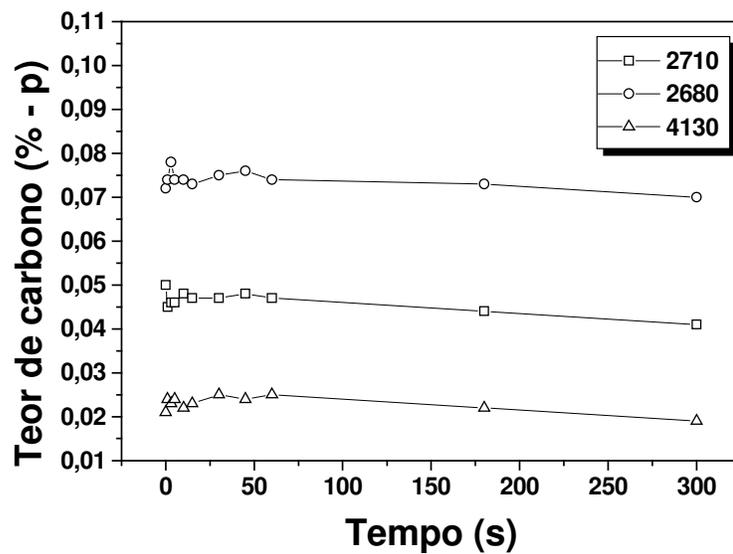
A Figura 50 mostra a evolução do teor de nitrogênio a  $625^\circ\text{C}$ , com a variação do tempo. Num estudo recente sobre tratamentos térmicos em aços IF, Shen e colaboradores [SHEN, 2006] utilizaram um banho de sal à base de nitrato de potássio para recozer as amostras. Verificou-se que o sal se decompunha gerando nitrogênio e oxigênio. O oxigênio reagia na superfície do metal formando uma camada de óxido, enquanto que o nitrogênio se difundia para o interior da amostra aumentando tanto o limite de resistência como a dureza Vickers [SHEN, 2006]. Portanto, como o sal utilizado nesta Dissertação é semelhante ao reportado por Shen [SHEN, 2006], observou-se também um endurecimento significativo nos aços 2710, 2680 e 4130, quando recozidos acima de  $625^\circ\text{C}$ . Em função desta constatação, o estudo da cinética de recristalização deste trabalho foi limitado às temperaturas de 550, 575, 600 e  $610^\circ\text{C}$ .



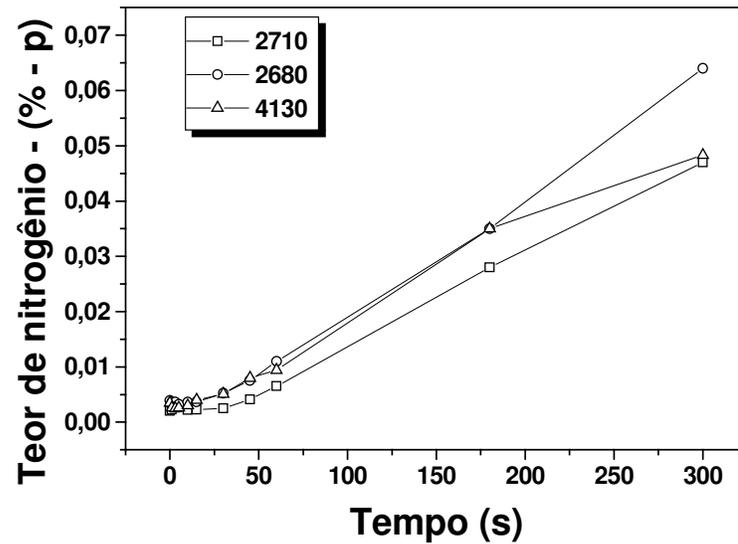
**Figura 47** – Curva de amolecimento dos aços 2680, 2710 e 4130 recozidos em  $625^\circ\text{C}$  por diversos tempos.



**Figura 48** – Curva de amolecimento dos aços 2680, 2710 e 4130 recozidos em 650°C por diversos tempos.



**Figura 49** – Evolução do teor de carbono para os aços 2710, 2680 e 4130 na temperatura de 625°C por diversos tempos.



**Figura 50** – Evolução do teor de nitrogênio para os aços 2710, 2680 e 4130 na temperatura de 625°C por diversos tempos.

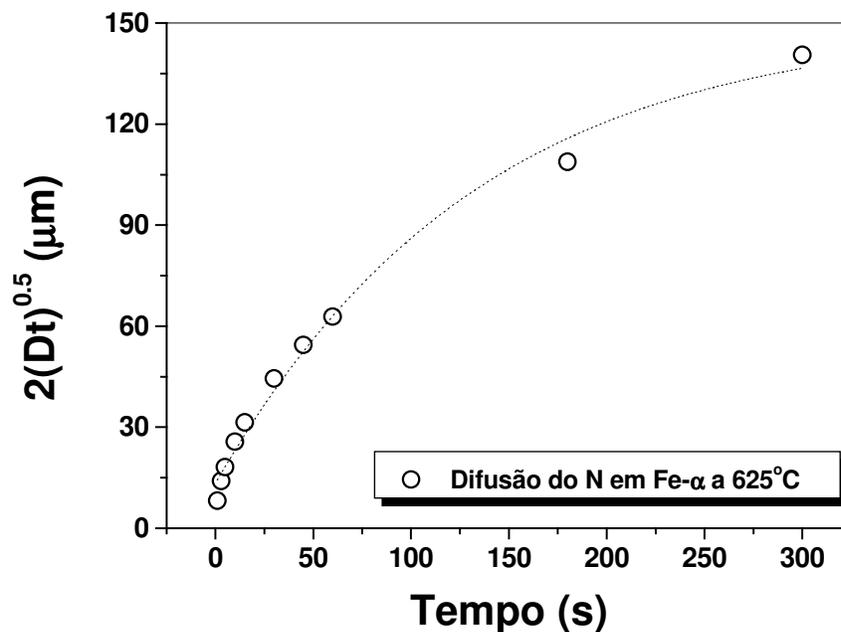
Com o auxílio dos valores disponíveis na literatura sobre a energia de ativação e a constante pré-exponencial [HONEYCOMBE, 1982, CALLISTER, 2002], pode-se estimar a profundidade de difusão do nitrogênio em Fe- $\alpha$  com o auxílio das Equações 8 e 9.

$$x \approx 2\sqrt{Dt} \quad \text{Equação 8}$$

$$x \approx 2\sqrt{D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)t} \quad \text{Equação 9}$$

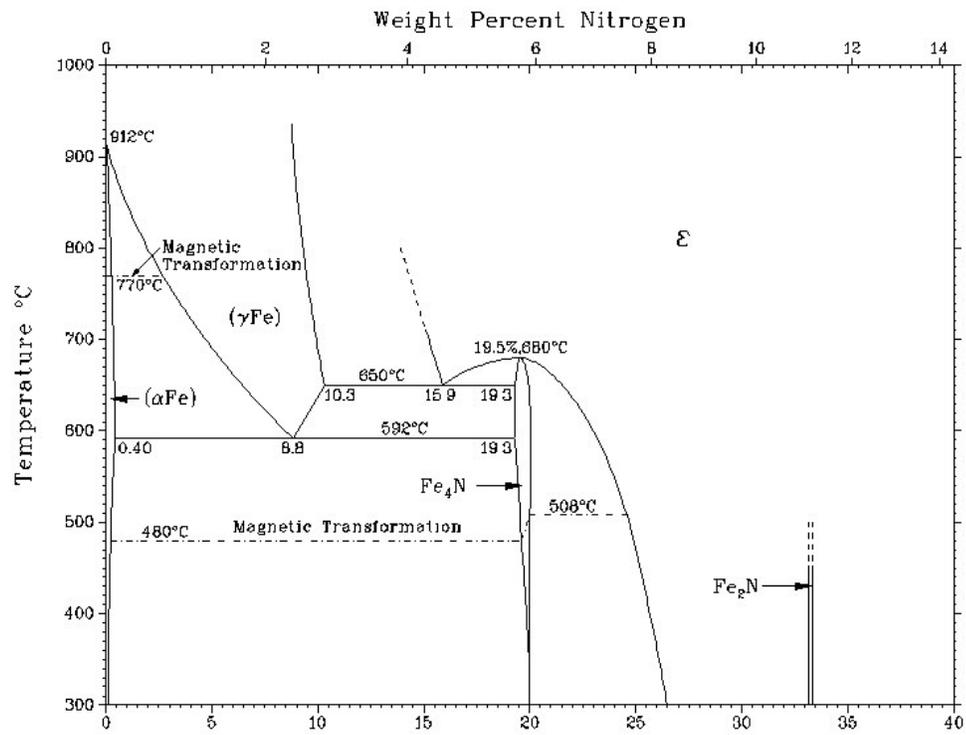
onde  $x$  é a profundidade de penetração (mm),  $D_0$  é a constante pré-exponencial e que independe da temperatura ( $\text{m}^2/\text{s}$ ),  $Q$  é a energia de ativação para difusão (kJ/mol),  $R$  é a constante universal dos gases ( $8,314 \text{ J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ),  $T$  é a temperatura absoluta (K) e  $D$  é o coeficiente de difusão.

A Figura 51 mostra a profundidade de difusão estimada em função do tempo de tratamento térmico no ferro puro a 625 °C. Os valores de  $Q$  e  $D_0$  são respectivamente 76 kJ/mol e  $3,0 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$  [HONEYCOMBE, 1982]. Observa-se que a profundidade de penetração do nitrogênio no ferro Fe- $\alpha$  aumenta com a temperatura e com o tempo de recozimento. Note que para tempos superiores a 300 s a profundidade difundida é da ordem da própria espessura das chapas, inviabilizando o estudo nestas temperaturas.



**Figura 51** – Profundidade de difusão calculada do nitrogênio na ferrita em função do tempo de recozimento em 625°C.

Com o aumento da temperatura, como se observa na Figura 52 a solubilidade do nitrogênio no Fe- $\alpha$  aumenta de 0,0001 % p em temperatura ambiente para cerca de 0,10 % p para uma temperatura de 590°C. Com isso, há o surgimento de uma nova fase  $\text{Fe}_4\text{N}$ , que promove o endurecimento da matriz ferrítica. Desta forma, conclui-se que o endurecimento observado acima de 625°C foi causado pelo nitrogênio proveniente do sal utilizado para o recozimento.



**Figura 52** – Diagrama de fases do sistema Fe – N [MASSALSKI, 1996].

#### 4.4 Cinética de recristalização

A partir dos resultados obtidos no segundo conjunto de experimentos, as Tabelas 13 a 15 apresentam os resultados da microdureza Vickers em função do tempo de recozimento. Os valores da fração recristalizada de cada material nas temperaturas de 550, 575, 600 e 610 °C e tempos de recozimento entre 1 e 300 s também são apresentados.

O amolecimento do material tem correlação com a fração volumétrica recristalizada, de tal modo que é possível associar a fração recristalizada ( $X_v$ ) à fração amolecida (A) [PETITGAND, 2004]. As curvas da cinética de recristalização são apresentadas nas Figuras 53, 54 e 55. A partir disto, foram feitas curvas para representar a cinética de recristalização dos três materiais, através do modelo JMAK (Johnson – Mehl – Avrami – Kolmogorov), determinado os valores do expoente de Avrami, bem como o valor da constante B. Isto pode ser obtido a partir da linearização dos dados da cinética de recristalização, plotando-se  $\ln(t)$  contra  $\ln[\ln(1/(1-X_v))]$ . Os resultados são apresentados nas Tabelas 16, 17 e 18 e nos gráficos das Figuras 56, 57 e 58.

Tabela 13 – Evolução da fração recristalizada no aço 2710.

Tempo (s)	Temperatura (°C)							
	550		575		600		610	
	(HV)	A ou Xv	(HV)	A ou Xv	(HV)	A ou Xv	(HV)	A ou Xv
0	244	0	244	0	244	0	244	0
1	243	0,01	247	-0,03	229	0,15	227	0,16
3	241	0,03	240	0,03	227	0,16	228	0,15
5	237	0,07	240	0,04	222	0,20	221	0,21
10	237	0,06	232	0,11	219	0,23	217	0,26
15	229	0,14	216	0,26	214	0,29	212	0,30
30	231	0,12	188	0,53	176	0,65	177	0,63
45	223	0,20	191	0,50	159	0,81	157	0,82
60	207	0,35	157	0,82	150	0,89	149	0,89
180	139	0,99	144	0,95	140	0,98	139	0,99
300	139	0,99	143	0,95	138	1,00	138	1

HV - Dureza Vickers (média); A = Fração amolecida; Xv = Fração volumétrica recristalizada.

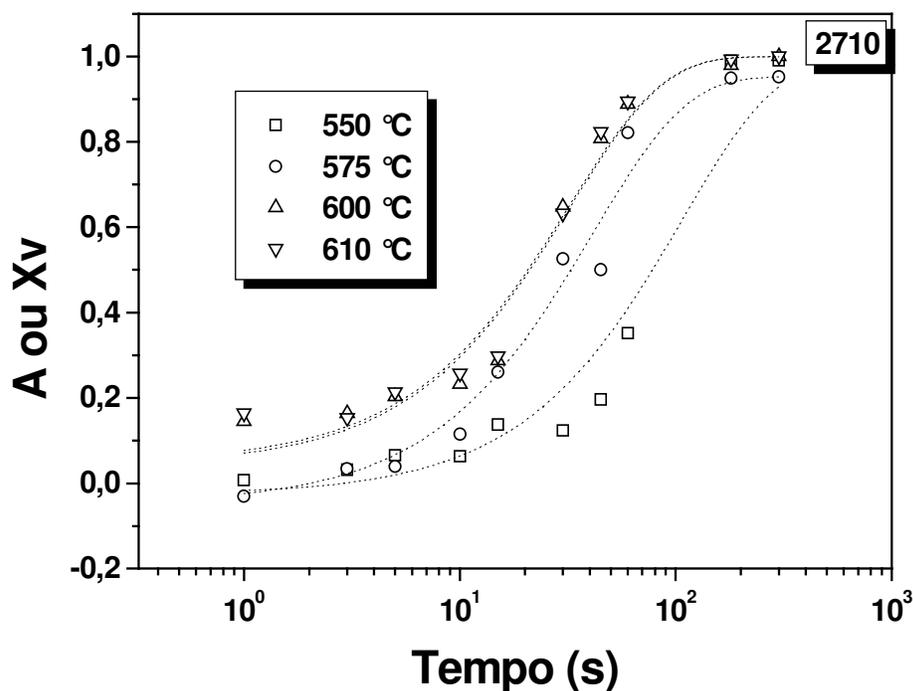


Figura 53 – Cinética de recristalização do aço 2710 de 550 a 610°C.

Tabela 14 – Evolução da fração recristalizada no aço 2680.

Tempo (s)	Temperatura (°C)							
	550		575		600		610	
	(HV)	A ou Xv	(HV)	A ou Xv	(HV)	A ou Xv	(HV)	A ou Xv
0	283	0	283	0	283	0	283	0
1	283	0,00	276	0,05	274	0,06	274	0,06
3	274	0,06	271	0,08	262	0,14	264	0,13
5	275	0,05	246	0,25	252	0,21	251	0,22
10	267	0,11	247	0,25	246	0,25	245	0,26
15	258	0,17	250	0,23	246	0,25	247	0,25
30	243	0,27	206	0,53	207	0,52	205	0,53
45	234	0,34	205	0,53	192	0,62	190	0,63
60	220	0,43	167	0,79	173	0,75	176	0,73
180	144	0,95	153	0,88	156	0,86	158	0,86
300	139	0,98	152	0,90	137	0,99	137	1,00

HV - Dureza Vickers (média); A = Fração amolecida; Xv = Fração volumétrica recristalizada

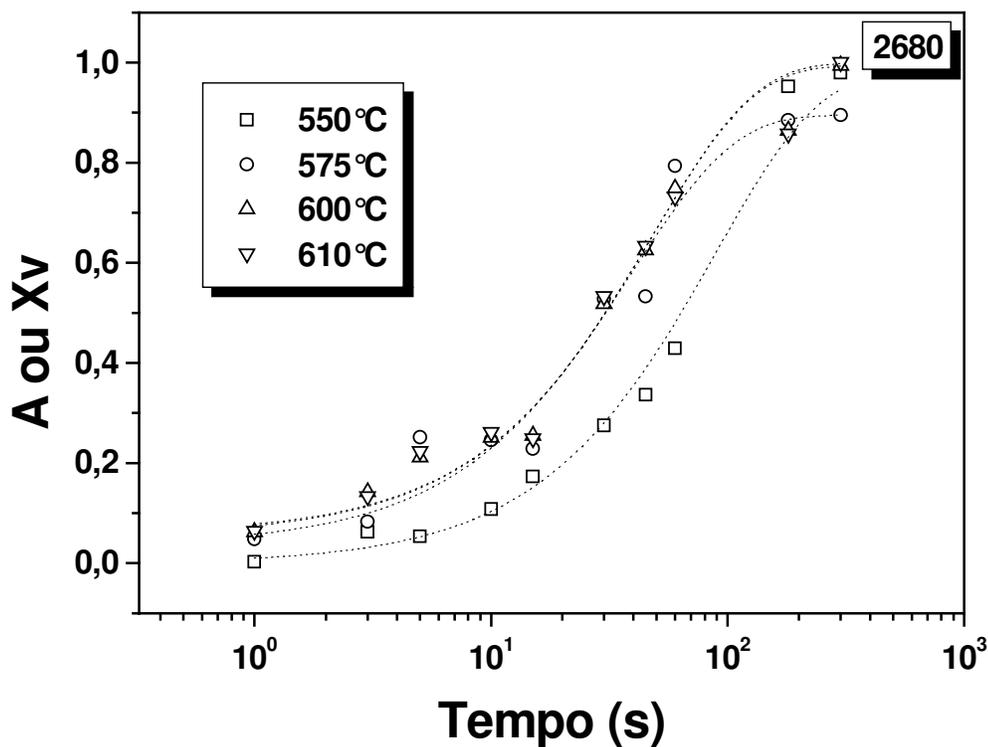


Figura 54 – Cinética de recristalização do aço 2680, de 550 a 610°C.

Tabela 15 – Evolução da fração recristalizada no aço 4130.

Tempo (s)	Temperatura (°C)							
	550		575		600		610	
	(HV)	A ou Xv	(HV)	A ou Xv	(HV)	A ou Xv	(HV)	A ou Xv
0	252	0	252	0	252	0	252	0
1	249	0,03	247	0,05	243	0,09	240	0,11
3	230	0,20	237	0,14	237	0,14	241	0,10
5	229	0,21	241	0,10	231	0,19	232	0,182
10	221	0,28	220	0,30	225	0,25	221	0,28
15	220	0,29	216	0,33	232	0,18	223	0,27
30	219	0,30	194	0,52	211	0,37	214	0,342
45	218	0,31	199	0,48	201	0,45	195	0,5128
60	217	0,32	183	0,62	176	0,69	176	0,69
180	150	0,93	144	0,98	143	0,99	146	0,96
300	145	0,97	142	0,99	142	1	142	1

HV - Dureza Vickers (média); A = Fração amolecida; Xv = Fração volumétrica recristalizada

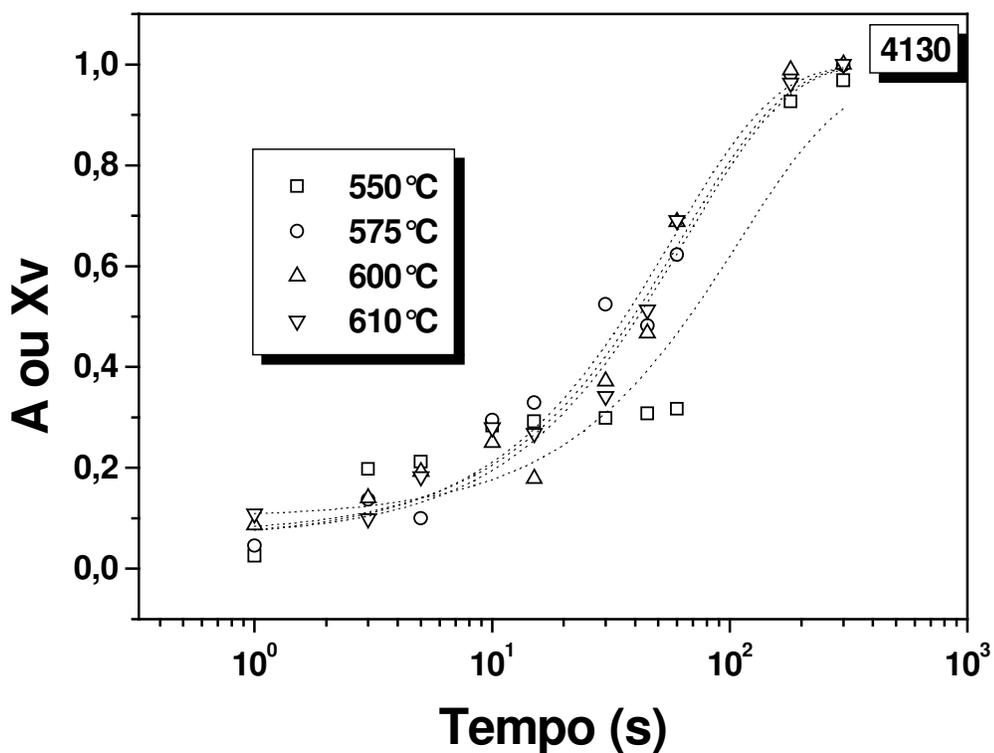
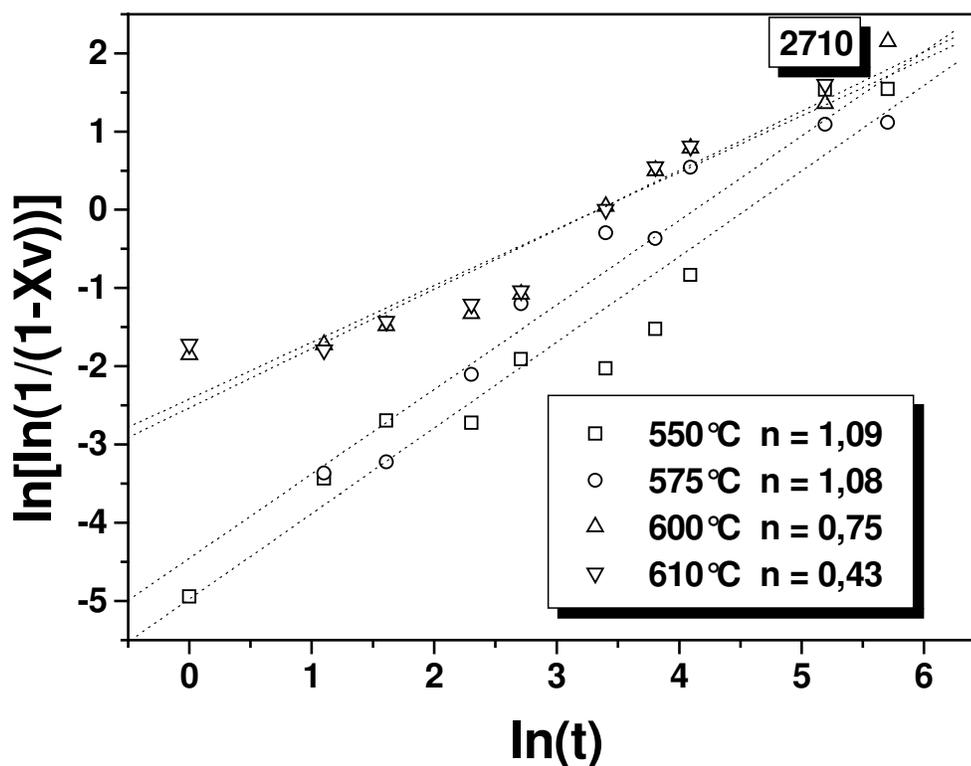


Figura 55 – Cinética de recristalização do aço 4130, de 550 a 610°C.

**Tabela 16** – Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço 2710.

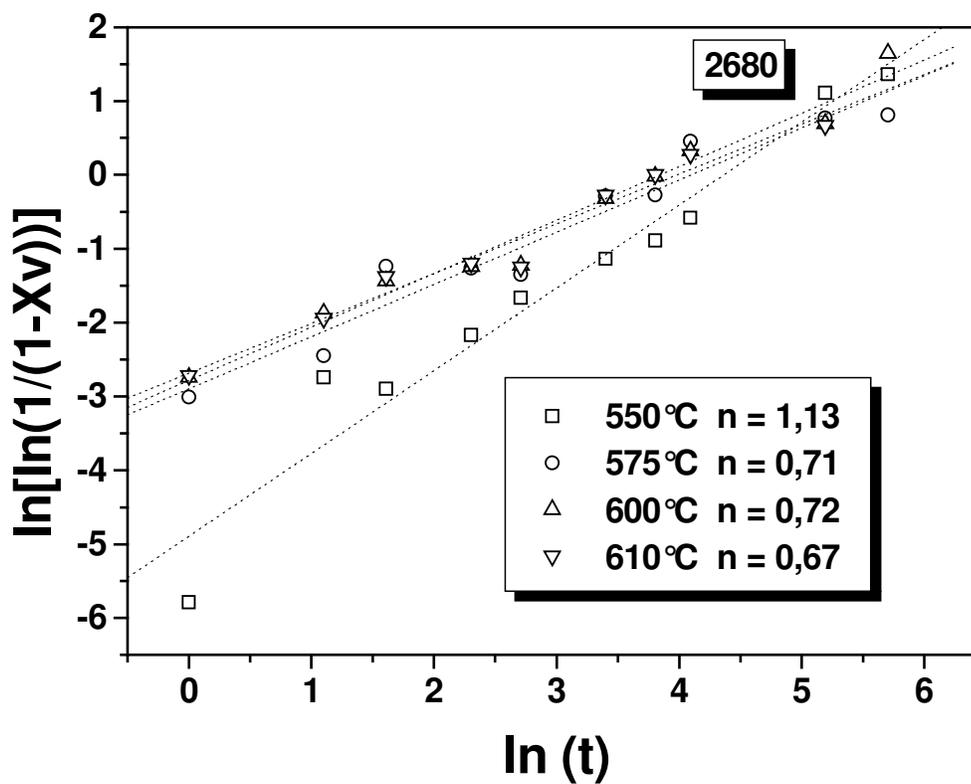
Tempo (s)	ln (t)	Temperatura (°C)			
		550	575	600	610
		ln [ln (1/1 - Xv)]			
1	0	-4,944		-1,850	-1,723
3	1,099	-3,434	-3,367	-1,723	-1,794
5	1,609	-2,696	-3,226	-1,483	-1,430
10	2,303	-2,726	-2,105	-1,329	-1,211
15	2,708	-1,910	-1,198	-1,082	-1,040
30	3,401	-2,030	-0,293	0,041	0,000
45	3,807	-1,523	-0,366	0,501	0,550
60	4,094	-0,835	0,544	0,786	0,810
180	5,193	1,533	1,091	1,356	1,602
300	5,704	1,541	1,114	2,148	



**Figura 56** – Determinação dos expoentes de Avrami para o aço 2710.

**Tabela 17** – Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço 2680.

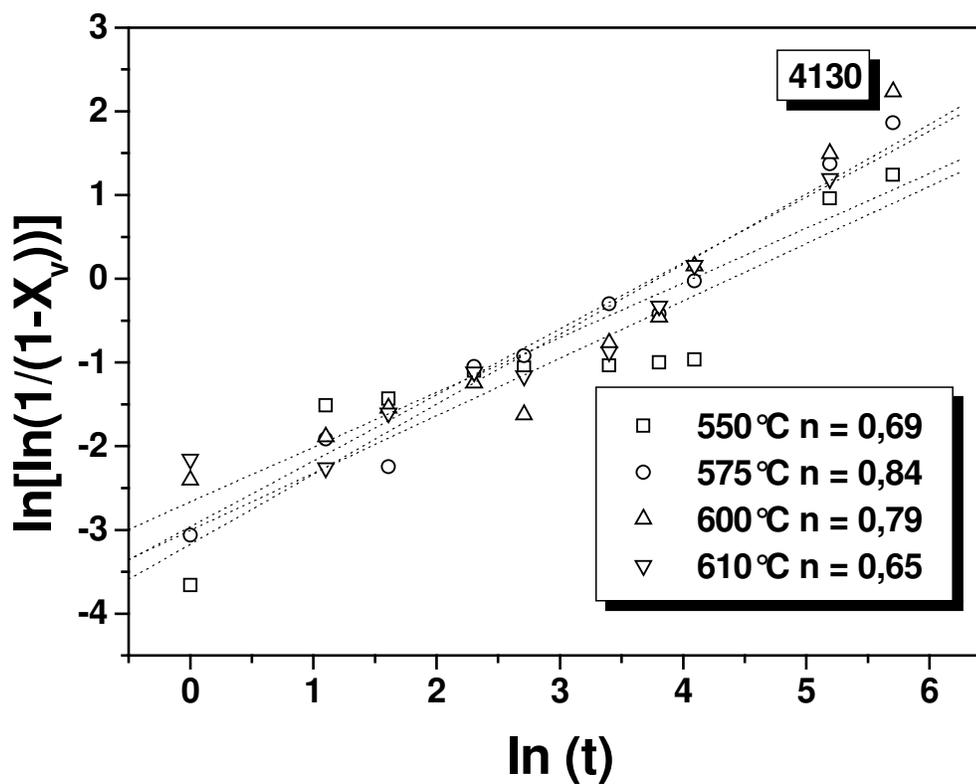
Tempo (s)	ln (t)	Temperatura (°C)			
		550	575	600	610
		<b>ln [ln (1/1 - Xv)]</b>			
1	0	-5,785	-3,009	-2,743	-2,722
3	1,099	-2,743	-2,448	-1,873	-1,946
5	1,609	-2,898	-1,238	-1,436	-1,379
10	2,303	-2,169	-1,264	-1,242	-1,196
15	2,708	-1,663	-1,348	-1,224	-1,254
30	3,401	-1,135	-0,287	-0,315	-0,276
45	3,807	-0,891	-0,274	-0,020	0,002
60	4,094	-0,579	0,457	0,323	0,274
180	5,193	1,110	0,770	0,693	0,666
300	5,704	1,364	0,813	1,648	



**Figura 57** – Determinação dos expoentes de Avrami para o aço 2680.

**Tabela 18** – Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço 4130.

Tempo (s)	ln (t)	Temperatura (°C)			
		550	575	600	610
		ln [ln (1/1 - X <sub>v</sub> )]			
1	0	-3,661	-3,063	-2,406	-2,161
3	1,099	-1,512	-1,913	-1,889	-2,262
5	1,609	-1,435	-2,247	-1,544	-1,606
10	2,303	-1,099	-1,050	-1,247	-1,118
15	2,708	-1,063	-0,918	-1,624	-1,166
30	3,401	-1,036	-0,297	-0,768	-0,873
45	3,807	-1,000	-0,418	-0,462	-0,330
60	4,094	-0,964	-0,025	0,152	0,158
180	5,193	0,960	1,372	1,495	1,191
300	5,704	1,241	1,860	2,231	



**Figura 58** – Determinação dos expoentes de Avrami para o aço 4130.

**Tabela 19** – Tabela apresentando os valores calculados de n e B.

Temperatura	550 °C		575 °C		600 °C		610 °C	
	n	B	n	B	n	B	n	B
<b>Aço 2710</b>	1,09	$6,90 \times 10^{-3}$	1,08	$1,16 \times 10^{-2}$	0,75	$7,69 \times 10^{-2}$	0,43	$8,90 \times 10^{-2}$
<b>Aço 2680</b>	1,13	$7,50 \times 10^{-3}$	0,71	$5,5 \times 10^{-2}$	0,72	$6,19 \times 10^{-2}$	0,67	$6,83 \times 10^{-2}$
<b>Aço 4130</b>	0,69	$4,95 \times 10^{-2}$	0,84	$4,2 \times 10^{-2}$	0,79	$5,16 \times 10^{-2}$	0,65	$6,95 \times 10^{-2}$

Os três aços estudados apresentaram cinéticas de recristalização semelhantes, ou seja, na temperatura de 600°C, para o mesmo tempo de recozimento, o aço 2710 apresentou aproximadamente  $X_V = 0,80$ , indicando estar bem próximo da temperatura ideal de recristalização para este aço e após 180 s, se completou a recristalização nesta temperatura. Os aços 2680 e 4130 por sua vez, mesmo com 180 s segundos de recozimento, não recristalizaram totalmente. Isto se deve ao fato de que estes aços possuem teor de carbono mais elevado e mais baixo, respectivamente, retardando a recristalização devido a átomos de soluto ou partículas de cementita dificultando a migração de contornos de alto ângulo, para o aço 2680 e pela reduzida quantidade de solutos na matriz reduzindo a quantidade de sítios de nucleação para o 4130.

A cinética de recristalização dos três aços está mostrada nas Figuras 56, 57 e 58. A Tabela 19 mostra os valores calculados de **n** e **B**. O expoente de Avrami apresenta valores bem menores do que os propostos pelo modelo de JMAK para a nucleação com saturação de sítios. Isto se deve ao não atendimento de suas premissas simplificadoras, que são a manutenção das taxas de crescimento constantes, nucleação aleatória e crescimento isotrópico de novos grãos durante a recristalização. Os baixos valores se assemelham aos reportados por Reglé em aços IF [RÉGLE, 2001]. Baixos valores de **n** podem ter sido influenciados ainda pela presença de átomos substitucionais como o manganês e o silício [CARVALHO, 2004],

que dificultam a difusão, tornando-se barreira para a migração de contornos. Nesta Dissertação, o grau de redução a frio não foi fator relevante na diferenciação entre os três aços, pois os mesmos foram processados com a mesma redução. Desta forma, os valores de  $n$  se apresentam de uma forma semelhante, ou seja, com valores baixos, pois foram altamente deformados [VANDERMEER, 2001], levando a uma heterogeneidade da microestrutura. Isto pode ser observado na Figura 23, que comprova o surgimento de novos grãos em regiões de maior energia armazenada [VANDERMEER, 1989].

#### 4.5 Tratamento estatístico dos dados

Considerando os resultados do coeficiente de Avrami encontrados, procedeu-se a realização de um tratamento estatístico dos dados, baseado em três premissas:

- a) Inicialmente, como ilustrado nas Figuras 56, 57 e 58, os coeficientes de Avrami foram calculados considerando-se todos os tempos de recozimento;
- b) Numa segunda condição, restringiu-se o tempo máximo de recozimento em 60 s, pois se trata de uma condição próxima da realidade industrial, onde um tempo de tratamento médio aproxima-se dos 60 s;
- c) Na terceira condição adotada (Valencia Morales e colaboradores [VALENCIA MORALES, 2005] e Muraleedharan [MURALEEDHARAN, 1999]), admite-se que existem erros associados ao cálculo do coeficiente de Avrami e que estes erros são maiores no início e no final da recristalização, portanto eliminaram-se os tempos de 1, 3, 5, 180 e 300.

A Tabela 20 apresenta os resultados dos coeficientes de Avrami considerando as três condições descritas acima.

**Tabela 20** – Tabela apresentando os resultados dos coeficientes de Avrami em função das premissas adotadas. Os índices a, b e c referem-se às três premissas utilizadas no cálculo de **n**.

Temperatura (°C)	Aço								
	2710			2680			4130		
	n(a)	n(b)	n(c)	n(a)	n(b)	n(c)	n(a)	n(b)	n(c)
550	1,09	0,86	0,83	1,13	1,12	0,84	0,69	0,52	0,10
575	1,08	1,32	1,30	0,71	0,78	0,96	0,84	0,73	0,55
600	0,75	0,68	1,26	0,72	0,71	0,93	0,79	0,55	0,83
610	0,43	0,67	1,21	0,67	0,70	0,91	0,65	0,56	0,69

Os resultados da tabela mostraram que para todos os casos, os expoentes de Avrami apresentaram baixos valores, pois **n** não é constante, diminuindo com o prosseguimento da recristalização [ZWAAG, 2004]. Humphreys e colaboradores [ZWAAG, 2004], concluíram que a heterogeneidade na recristalização é a principal causa dos baixos valores do expoente de Avrami, muito menor do que os previstos pelo modelo teórico JMAK. De acordo com Doherty e colaboradores [VANDERMEER, 1989] o expoente de Avrami seria reduzido substancialmente devido à aleatoriedade da distribuição da energia armazenada na deformação. Como é mostrado pelos autores, freqüentemente observam-se baixos valores de **n** durante a recristalização, embora o crescimento fosse aparentemente em duas ou três dimensões. De acordo com Vandermeer e colaboradores [VANDERMEER, 1989], valores de **n** típicos para aços baixo carbono variam entre 0,5 e 1,2, valores estes bem próximos aos encontrados nesta investigação.

Outro aspecto importante observado nas amostras recozidas dos três aços em questão é a ocorrência de nucleação preferencial associada a componentes da fibra  $\gamma$ . A premissa de nucleação aleatória é prejudicada por esta constatação. Nota-se ainda que os primeiros grãos tendem a se expandir dentro da própria fibra  $\gamma$ . Para tempos mais longos, a fibra  $\alpha$  é consumida. Esta segunda constatação conflita com a premissa de ocorrência de expansão

isotrópica dos núcleos. Além disso, a ferrita possui elevada energia de defeito de empilhamento, o que favorece a ocorrência de intensa recuperação durante o recozimento. Estas observações experimentais ajudam a explicar os baixos valores de  $n$  encontrados experimentalmente.

#### 4.6 Energia de ativação aparente

A energia de ativação aparente ( $Q_{ap}$ ) para a recristalização dos aços 2710, 2680 e 4130 foi determinada utilizando-se os tempos necessários para atingir 50 % de fração recristalizada para cada temperatura. A energia de ativação aparente é calculada por meio do gráfico  $\ln(1/t_{0,5}) \times 1/T$ . Ajustando-se os pontos, obtém-se uma reta cuja inclinação é igual a  $-Q_{ap}/R$  e, portanto, a energia de ativação aparente ( $Q_{ap}$ ) para os três aços. As Figuras 57, 58 e 59 apresentam os valores de  $Q_{ap}$  e a Tabela 21 os valores das taxas de amolecimento em diferentes temperaturas, para 50 % de recristalização, que foram calculados à partir dos gráficos das Figuras 59, 60 e 61.

**Tabela 21** – Cálculo da energia de ativação aparente de recristalização dos aços 2710, 2680 e 4130.

AÇO	T(°C)	T(K)	1/T(K)	t(0,5)	Tx (1/t(0,5))	ln(Tx)
<b>2710</b>	550	823	0,001215	87,48	0,01143	-4,47141
	575	848	0,001179	45	0,02222	-3,80666
	600	873	0,001145	23,86	0,04191	-3,1722
	610	883	0,001133	24,07	0,04155	-3,18097
<b>2680</b>	550	823	0,001215	76,27	0,01311	-4,33428
	575	848	0,001179	28,59	0,03498	-3,35306
	600	873	0,001145	28,98	0,03451	-3,36661
	610	883	0,001133	28,32	0,03531	-3,34357
<b>4130</b>	550	823	0,001215	93,06	0,01075	-4,53324
	575	848	0,001179	46,95	0,02130	-3,84908
	600	873	0,001145	47,22	0,02118	-3,85482
	610	883	0,001133	43,88	0,02279	-3,78146

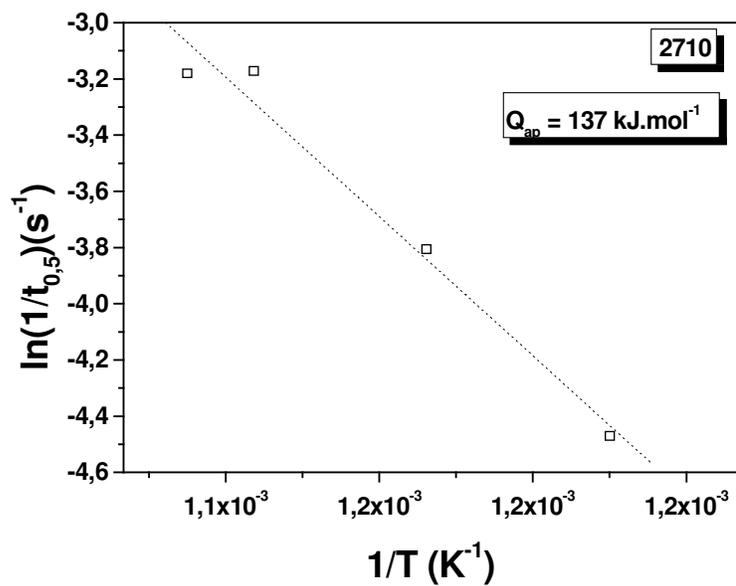


Figura 59 – Energia de ativação aparente da recristalização do aço 2710.

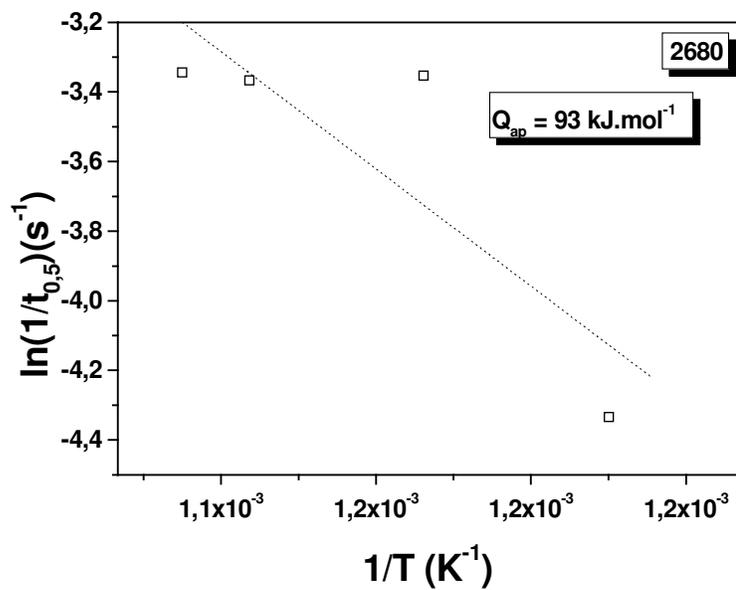
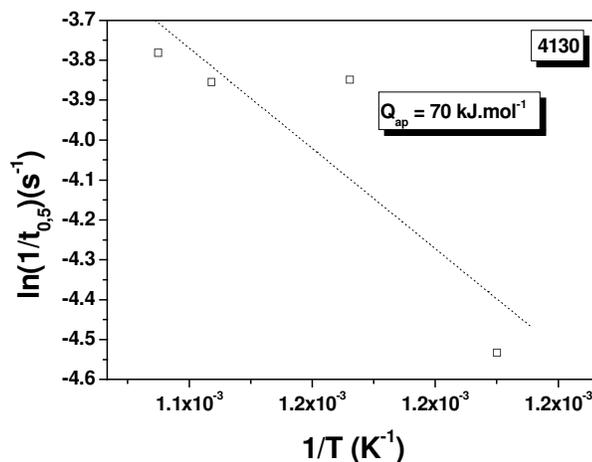


Figura 60 – Energia de ativação aparente da recristalização do aço 2680.



**Figura 61** – Energia de ativação aparente da recristalização do aço 4130.

Os valores obtidos para os três aços variaram de  $137 \text{ kJ.mol}^{-1}$  para o aço 2710,  $93 \text{ kJ.mol}^{-1}$  para o aço 2680 e  $70 \text{ kJ.mol}^{-1}$  para o aço 4130. Estes valores estão próximos ao encontrado por Oliveira [OLIVEIRA, 2007] para a recristalização do ferro puro, em especial o aço 2710. Os valores reportados da energia de autodifusão do ferro puro são próximos a  $239 \text{ kJ.mol}^{-1}$  e a energia de ativação para difusão no contorno de grão do ferro é igual a  $174 \text{ kJ.mol}^{-1}$ . É importante ressaltar que a energia de ativação aparente encontrada neste tipo de experimento reflete a ocorrência da recristalização e de outros mecanismos que ocorrem simultaneamente, dificultando uma comparação direta. Os valores encontrados nesta Dissertação concordam melhor com a energia de contorno de grão do ferro. A explicação para os baixos valores de energia de ativação dos três aços comparados com o da autodifusão pode estar relacionada à presença de impurezas em solução sólida, ao tamanho de grão inicial, a efeitos de superfície, a imprecisões na determinação da taxa de recristalização dos aços e a outros fatores listados anteriormente (nucleação não-aleatória e variação local da energia armazenada).

#### 4.7 Tamanho de grão

A Tabela 22 apresenta os resultados de medidas de tamanho médio de grão ferrítico para os aços 2710, 2680 e 4130 totalmente recristalizados (recozimento em 610 °C por 300 s).

Os resultados mostram que o recozimento promove um refino do tamanho de grão após a recristalização, quando comparado ao aço na condição inicial. Isto se deve à elevada redução a frio a qual o material foi submetido. Deste modo a fração de potenciais sítios de nucleação de novos grãos é aumentada, produzindo uma microestrutura mais refinada. Este fenômeno ocorreu igualmente nos os três aços. Os resultados estão de acordo com o apresentado na literatura para os aços tratados termicamente via recozimento contínuo, ou seja, tamanho de grão ASTM entre 10 e 12 [JABS, 2003].

**Tabela 22** – Tamanho do grão ferrítico nos três aços estudados.

<b>Aço</b>	<b>ASTM</b>	<b>Desvio Padrão</b>	<b>µm</b>	<b>Desvio Padrão</b>
<b>2710</b>	12,3	0,27	4,5	0,38
<b>2680</b>	12,4	0,15	4,3	0,21
<b>4130</b>	12,0	0,06	5,0	0,12

#### 4.8 Textura

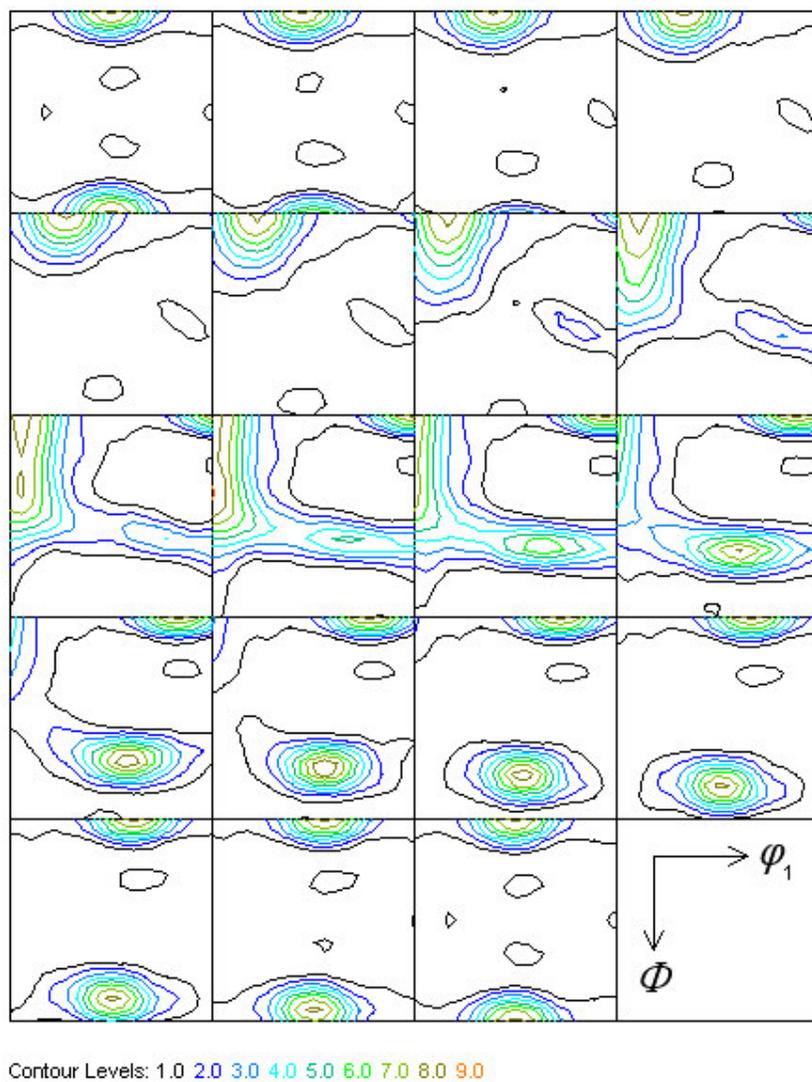
As Figuras 62 a 68 mostram os resultados das análises de textura cristalográfica via difração de raios - X para as amostras dos aços 2710, 2680 e 4130. As medidas foram realizadas na superfície das amostras após ataque com Nital 3% nos estados encruado e recozido. No caso do aço 2680, a amostra na condição recozida foi lixada e polida cuidadosamente até cerca de metade da espessura para avaliar a variação da textura ao longo

da espessura. Para ajudar na identificação das componentes de textura presentes nos aços, os mapas de orientação com a notação de Bunge para  $\varphi_2 = \text{constante}$  (seções  $\varphi_2 = 0^\circ$  e  $\varphi_2 = 45^\circ$ ) apresentados na Figura 12 foram utilizados.

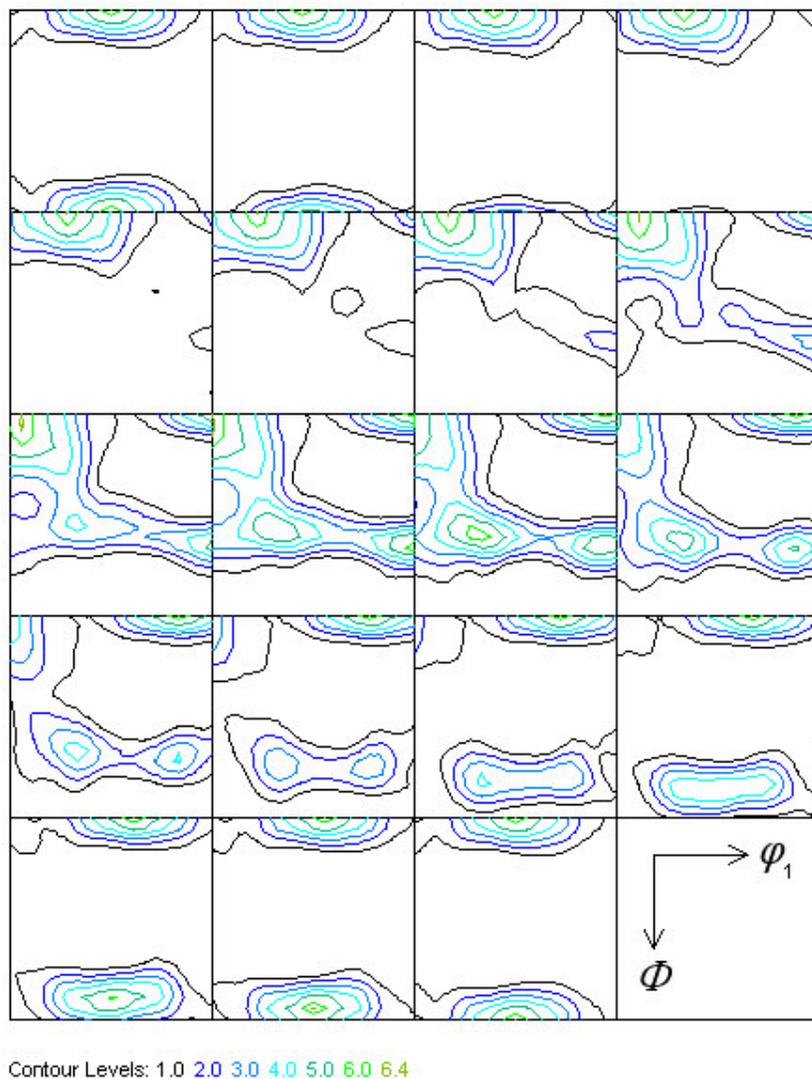
Nos três aços estudados observou-se que a textura de deformação apresenta a componente H (cubo girado – (001) [110]), sendo que nos aços 2710 e 2680 ela se apresenta com intensidades semelhantes e no aço 4130 ela é mais intensa. Observou-se também nos três aços a presença das fibras  $\alpha$  (incompleta) e  $\gamma$  (componente mais intensa  $\{111\}\langle 110\rangle$ ). Estas componentes são comumente reportadas na literatura para aços baixo carbono laminados a frio [RAY, 1994; SAMAJDAR, 1997; VIANA, 2003].

No estado recozido, para os três aços estudados, ocorre um enfraquecimento significativo da componente H que tende a ser consumida durante o recozimento [SAMAJDAR, 1997; SAMAJDAR, 1999]. A fibra  $\alpha$  apresenta um discreto enfraquecimento enquanto que a fibra  $\gamma$  se intensifica durante a recristalização nos três aços (componente mais intensa deslocada de  $\{111\}\langle 110\rangle$  para  $\{111\}\langle 112\rangle$ ).

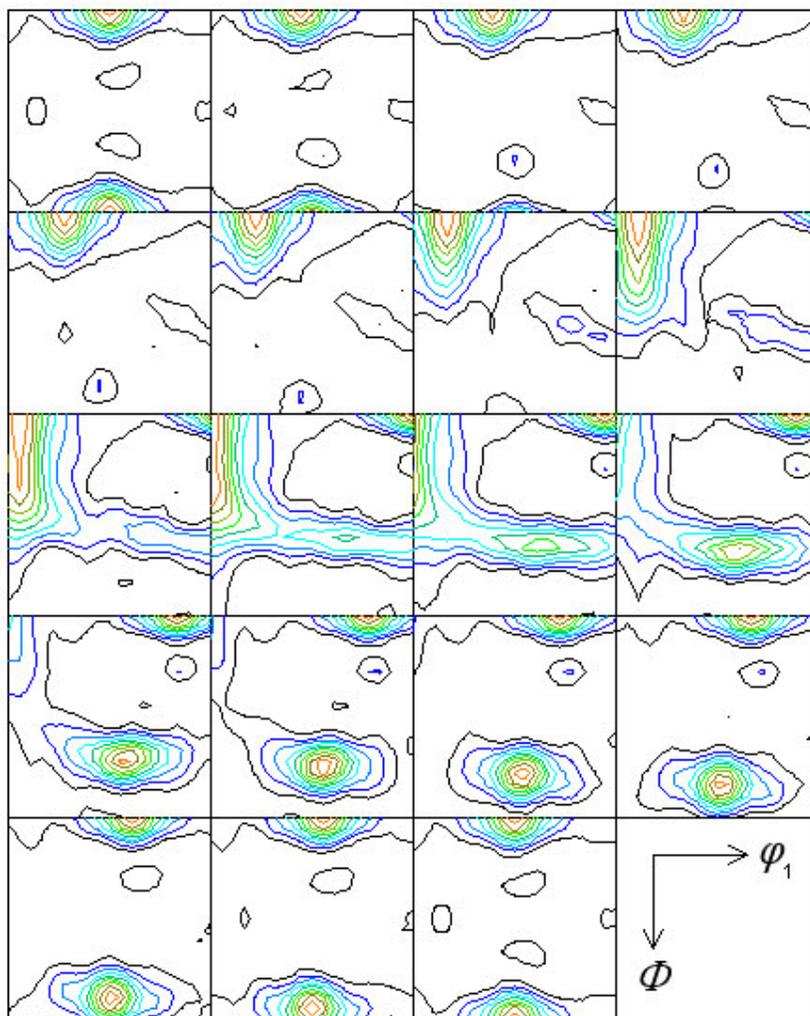
No caso do aço 2680 na condição recozida (Figura 68) e com metade da espessura original, observa-se que a componente de textura H encontra-se ausente, permanecendo somente os componentes pertencentes à fibra  $\gamma$  (componente mais intensa em  $\{111\}\langle 110\rangle$ ). A fibra  $\alpha$  também se encontra pouco definida ( $\varphi_2 = 45^\circ$ ). Observa-se também a presença discreta da componente CG ( $\{021\}\langle 100\rangle$ ) na seção  $\varphi_2 = 0^\circ$ . Uma das possíveis explicações para o desaparecimento da componente H nesta amostra é que ela seja predominante apenas nas regiões junto à superfície. Baseado num cálculo estimativo levando-se em conta a natureza da radiação incidente, aspectos geométricos e o coeficiente de absorção no ferro puro [KLUG, 1974], chega-se a uma penetração máxima de 14  $\mu\text{m}$ . Portanto, a componente H identificada na FDOC é proveniente da camada mais superficial das chapas.



**Figura 62** – FDOC do aço 2710 laminado a frio mostrando as seções de  $\varphi_2=0^\circ$  a  $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de  $5^\circ$  e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória .

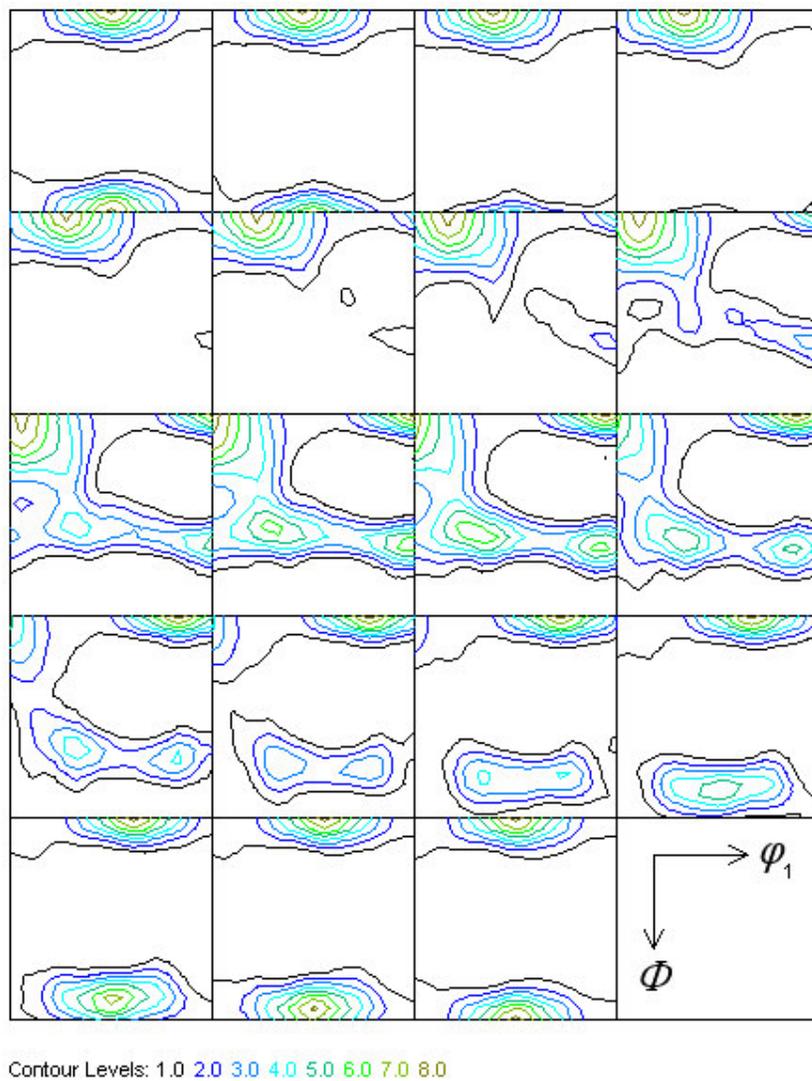


**Figura 63** – FDOC do aço 2710 recozido mostrando as seções de  $\varphi_2=0^\circ$  a  $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de  $5^\circ$  e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória .

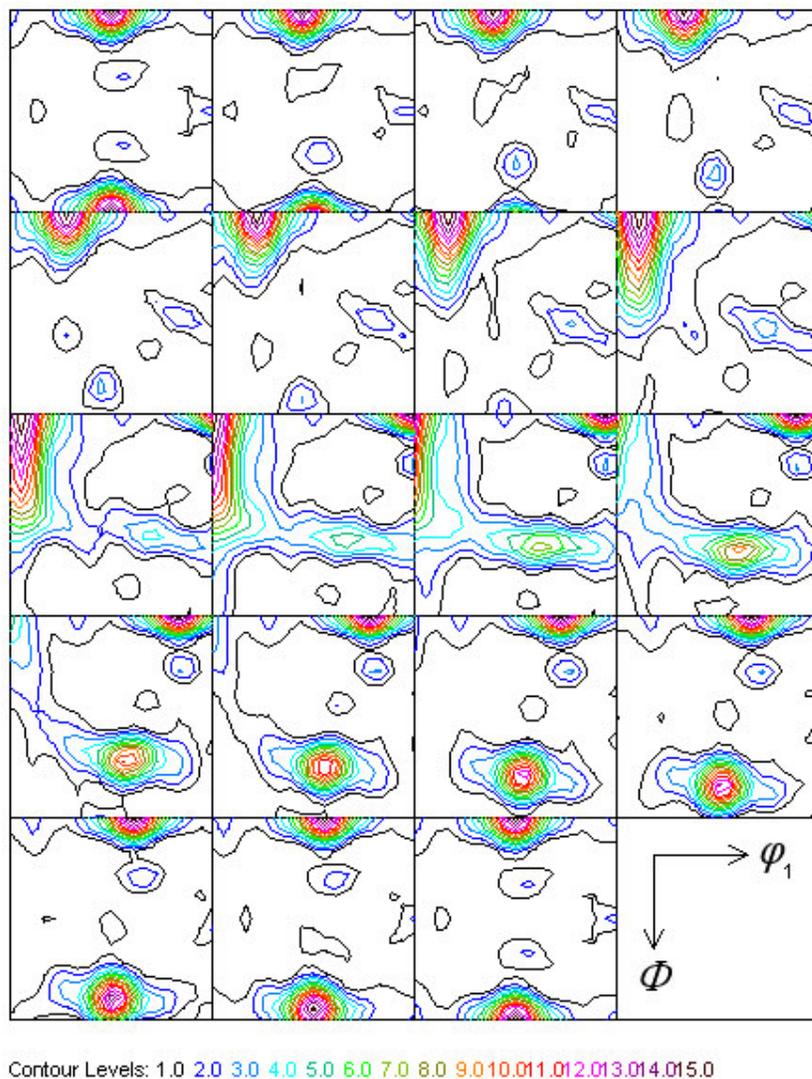


Contour Levels: 1.0 2.0 3.0 4.0 5.0 6.0 7.0 8.0 9.0

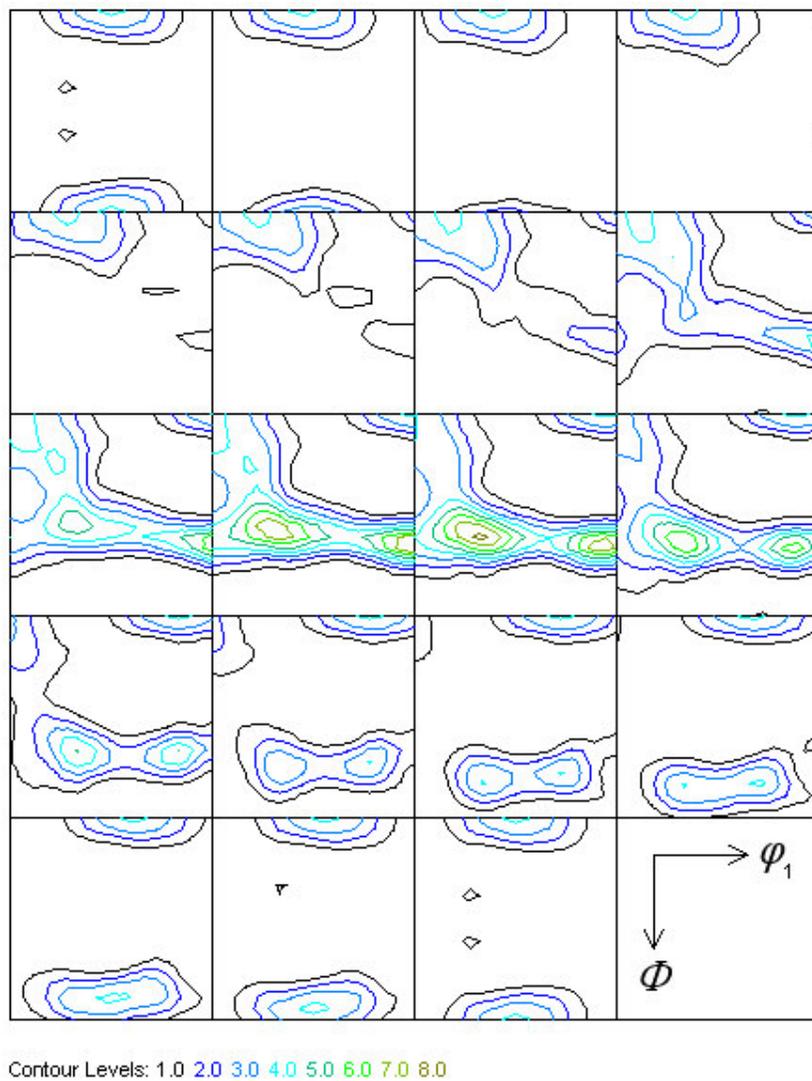
**Figura 64** – FDOC do aço 2680 laminado a frio mostrando as seções de  $\varphi_2=0^\circ$  a  $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de  $5^\circ$  e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória .



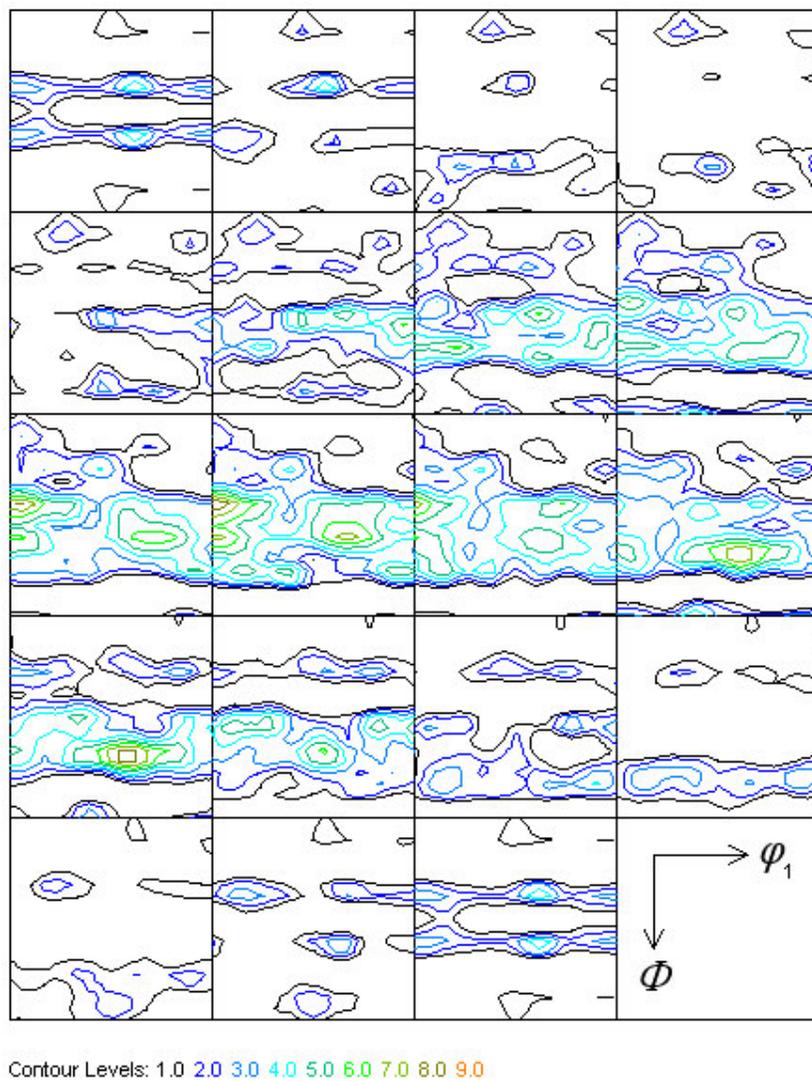
**Figura 65** – FDOC do aço 2680 recozido mostrando as seções de  $\varphi_2=0^\circ$  a  $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de  $5^\circ$  e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória .



**Figura 66** – FDOC do aço 4130 laminado a frio mostrando as seções de  $\varphi_2=0^\circ$  a  $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de  $5^\circ$  e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória .



**Figura 67** – FDOC do aço 4130 recozido mostrando as seções de  $\varphi_2=0^\circ$  a  $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de  $5^\circ$  e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória .



**Figura 68** – FDOC na metade da espessura do aço 2680 recozido mostrando as seções de  $\varphi_2=0^\circ$  a  $\varphi_2=90^\circ$ , em intervalos de  $5^\circ$  e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória .

## 5 Conclusões

- 1) Recozimentos em temperaturas inferiores a 550°C, mesmo para tempos longos, não promovem a completa recristalização dos três aços estudados.
- 2) Nos três aços estudados, observou-se um endurecimento secundário com o aumento da temperatura, após cerca de 30 s de recozimento. O fenômeno torna-se mais pronunciado nas temperaturas de 625 e 650°C. Este fenômeno está relacionado com a nitretação sofrida pelas amostras ao se utilizar um sal fundido à base de KNO<sub>3</sub>. Por se tratar de amostras com espessuras finas (0,20 mm), a nitretação dos aços por difusão ocorre de forma acelerada nestas temperaturas. Os resultados mostram que este sal é inadequado para tratamentos isotérmicos em folhas metálicas com baixo teor de carbono.
- 3) A nucleação da recristalização ocorre preferencialmente em grãos da fibra  $\gamma$  e também ao redor das partículas de cementita (nucleação estimulada por partículas).
- 4) Nos três aços estudados observou-se que a textura de deformação apresenta a componente H (cubo girado – (001)[110]), sendo que nos aços 2710 e 2680 ela se apresenta com intensidades semelhantes e no aço 4130 é mais intensa. Observou-se também nos três aços a presença das fibras  $\alpha$  (incompleta) e  $\gamma$  (componente mais intensa {111}<110>). A intensidade da fibra  $\alpha$  é maior no aço 4130 (menor teor de carbono).

- 5) No estado recozido, para os três aços estudados, ocorre um enfraquecimento significativo da componente H que tende a ser consumida durante o recozimento. A fibra  $\alpha$  apresenta um discreto enfraquecimento enquanto que a fibra  $\gamma$  se intensifica durante a recristalização nos três aços (componente mais intensa deslocada de  $\{111\}\langle 110\rangle$  para  $\{111\}\langle 112\rangle$ ).
- 6) No aço 2680 na condição recozida (na metade da espessura), observa-se que a componente de textura H encontra-se ausente, permanecendo somente os componentes pertencentes à fibra  $\gamma$  (componente mais intensa em  $\{111\}\langle 110\rangle$ ). Observa-se também a presença discreta da componente CG ( $\{021\}\langle 100\rangle$ ). Estes resultados sugerem que o desaparecimento da componente H nesta amostra deve-se ao fato que ela é tipicamente encontrada junto à superfície.
- 7) Do ponto de vista industrial, um tempo de patamar de 60 s a 650°C é suficiente para a promover completa recristalização dos três aços. Os resultados deste trabalho mostram que a temperatura de recozimento para os três aços nas LRCs deve-se situar entre 625 e 650°C.
- 8) Os baixos valores de  $n$  encontrados mostram que a cinética de recristalização dos três aços não atende às premissas simplificadoras do modelo JMAK.
- 9) O tamanho de grão ferrítico final é praticamente o mesmo nos três aços estudados, ou seja, cerca de 4,5  $\mu\text{m}$ .

- 10) Os valores da energia de ativação aparente dos três aços concordam melhor com a energia de difusão no contorno de grão do ferro do que com a energia de autodifusão. Efeitos de superfície também não podem ser descartados.
- 11) Em todas as premissas utilizadas para o cálculo do coeficiente de Avrami os valores encontrados para os três aços foram menores que 1,0, provavelmente devido à nucleação heterogênea e à influência da recuperação durante o recozimento. Os resultados da cinética de recristalização determinados com o auxílio do modelo JMAK não se mostraram sensíveis à variação de composição entre os aços estudados. O aço 2680 (maior teor de carbono) recristaliza-se mais rápido que os demais, provavelmente devido à maior fração volumétrica de partículas de cementita (nucleação estimulada por partículas).
- 12) Do ponto de vista tecnológico, os resultados podem ser aplicados diretamente nas linhas de recozimento contínuo permitindo o ajuste mais eficiente dos parâmetros temperatura e velocidade da tira (tempo de residência) assegurando a obtenção de tiras 100% recristalizadas.

## REFERÊNCIAS

- [ASENSIO, 2001] ASENSIO, J.; ROMANO, G.; MARTINEZ, V., J.; VERDEJA, J., I.; PERO-SANZ, J., A. Ferritic steels optimization of hot-rolled textures through cold rolling and annealing. *Materials characterization*, v. 47, p. 119 - 127, 2001.
- [ASTM, 2003a] American Society for Testing and Materials – ASTM. E 18 – 3, Standard test methods for Rockwell Hardness and Rockwell Superficial Hardness on metallic materials.
- [ASTM, 2003b] American Society for Testing and Materials – ASTM.E 92 – 82, Standard test methods for Vickers hardness on metallic materials.
- [LIMA, 2003] DE LIMA, N. B; DE LIMA, L. M. G.; PADILHA, A. F. Texturas de recristalização. In: WORKSHOP SOBRE TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO: DEFORMAÇÃO PLÁSTICA, RECRISTALIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃO, 2., 2003, São Paulo IPEN.
- [BAY, 1992] BAY, B., HANSEN, N.; KUHLMANN-WILSDORF, D. Microstructural evolution in rolled aluminum. *Materials Science and Engineering*, v. A158, p.139 - 146, 1992.
- [CALLISTER, 2002] CALLISTER, JR, W., D. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. 5° ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2002.
- [CARVALHO, 2004] CARVALHO, C. R. G. Estudo da cinética de recristalização num aço IF estabilizado ao titânio com adição de silício. 2004. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia Química, Lorena, 2004.
- [CHOI, 2005] CHOI, S. , CHO, J. H. Primary recrystallization modelling for interstitial free steels. *Materials Science and Engineering*, v. A 405, p. 86 - 101, 2005.
- [DIETER, 1982] DIETER, G. E. *Metalurgia Mecânica*. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1982.
- [DOHERTY,1997] DOHERTY, R. D.; HUGHES, D. A.; HUMPHREYS, F. J.; JONAS, J. J.; JENSEN, D. J.; KASSNER, M. E.; KING, W. E.; McNELLEY, T. R.; McQUEEN, H. J.; ROLLET, A. D. Current issues in recrystallization: a review. *Materials Science and Engineering A*, v. A238, p. 219 - 274, 1997.
- [FALLEIROS, 2003] FALLEIROS, I. G. S.; CAMPOS, M. F. Nucleação da recristalização. In: WORKSHOP SOBRE TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO: DEFORMAÇÃO PLÁSTICA, RECRISTALIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃO, 2., 2003, São Paulo IPEN.
- [FERREIRA FILHO, 2003] FILHO, A. F; de LIMA, L. M. G; PADILHA, A. F; de LIMA, N. B. Controle da Microestrutura e da Textura de Chapas de aço Baixo Carbono para Estampagem. In: WORKSHOP SOBRE TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO: DEFORMAÇÃO PLÁSTICA, RECRISTALIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃO, 2., 2003, São Paulo IPEN.

[HANSEN, 1990] HANSEN, N. Cold deformation microstructures. *Materials Science and Technology*, v.6, p.1039 - 1047, 1990.

[HANSEN, 1992] HANSEN, N. Deformation microstructures. *Scripta Metallurgica et Materialia*, v. 27, p.1447 - 1452, 1992.

[HÖLSCHER, 1991] HÖLSCHER, M.; RAABE, D; LÜCKE, K. Rolling and recrystallization textures of bcc steels. *Steel Research*, v. 62, n.12, p. 567 - 575.

[HONEYCOMBE, 1982] HONEYCOMBE, R. W. K. *Aços – Microestrutura e propriedades*. Lisboa: Ed. Fundação Calouste Gulbenkian, 1982.

[HU, 1963] HU, H. In: RECOVERY AND RECRYSTALLIZATION OF METALS (ed.: L. Himmel). New York: Gordon and Breach, 1963. p.311.

[HUGHES, 1993a] HUGHES, D.A. Deformation microstructures in refractory metals and alloys: past and present research. In: DALDER, E.N.C. et al (Ed.) *Evolution of Refractory Metals and Alloys*. Pittsburgh: TMS, 1993, p.219 - 235.

[HUGHES, 1993b] HUGHES, D.A.; HANSEN, N. Microstructural evolution in nickel during rolling from intermediate to large strains. *Metallurgical Transactions*, v. 24A, p.2021-2037, 1993.

[HUGHES, 1997] HUGHES, D.A.; HANSEN, N. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. *Acta Materialia*, v. 45, p.3871 - 3886, 1997.

[HUMPHREYS, 1996] HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. Oxford: Pergamon, 1996.

[HUMPHREYS, 1998] HUMPHREYS, F.J. A new analysis of recovery, recrystallisation and grain growth. *Materials Science and Technology*, v. 15, p. 37 - 44, 1998.

[HUTCHINSON, 2001] HUTCHINSON, B.; ARTYMOWICZ, D. Mechanisms and modeling of microstructure/texture evolution in interstitial-free steel sheets. *ISIJ International*, v. 41, n. 6, p. 533 - 541, 2001.

[JABS, 1996] JABS, S. Comparison of continuous annealing/batch annealing for tinplate. In: REVIEW OF ANNEALING TECHNOLOGY, Brussels, 1996.

[KLUG, 1974] KLUG, H. P.; ALEXANDER, L. E. Absorption of X – rays. In: X – RAY DIFFRACTION PROCEDURES FOR POLYCRYSTALLINE AND AMORPHOUS MATERIALS. 2 ed. New York: Wiley – Interscience, 1974. p. 94 - 95.

[KUHLMANN-WILSDORF, 1991] KUHLMANN-WILSDORF, D.; HANSEN, N. Geometrically necessary, incidental and subgrains boundaries. *Scripta Metallurgica et Materialia*, v.25, p.1557 - 1562, 1991.

[KUHLMANN-WILSDORF, 1999] KUHLMANN-WILSDORF, D. Regular deformation bands (DBs) and the LEDS hypothesis. *Acta Materialia*, v.47, p.1697 - 1712, 1999.

[LEE, 1993] LEE, C. S.; DUGGAN, B. J.; SMALLMAM, R. E. A theory of deformation band in cold rolling. *Acta Metallurgica et Materialia*, v.41. p. 2265 - 2270, 1993.

[MARTÍNES-DE-GUERENU, 2004a] MARTÍNES-DE-GUERENU, A.; ARIZTI, F.; GUTIÉRREZ, I. Recovery during annealing in a cold rolled low carbon steel. Part I: Kinetics and microstructural characterization. *Acta Materialia*, v. 52, p. 3665 - 3670, 2004.

[MARTÍNES-DE-GUERENU, 2004b] MARTÍNES-DE-GUERENU, A.; ARIZTI, F.; DIAS-FUENTES, M.; GUTIÉRREZ, I. Recovery during annealing in a cold rolled low carbon steel. Part II: Modeling the kinetics. *Acta Materialia*, v. 52, p. 3657 - 3664, 2004.

[MASSALSKI, 1996] MASSALSKI, T. B. *Binary alloy phase diagrams*, Materials Park: ASM International, 1996.

[MURALEEDHARAN, 1999] MURALEEDHARAN R.V. Variation of slope in Avrami plots. *Scripta Materialia*, v. 40, n.12, p. 1367 - 1370, 1999.

[NES, 1995] NES, E.; SÆTER, J. A. Recovery, modeling and recrystallization. In: THE SYMPOSIUM MICROSTRUCTURAL AND CRYSTALLOGRAPHIC ASPECTS OF RECRYSTALLIZATION. *Proceedings...*Roskilde, Dinamarca, 1995. p. 169-192.

[OLIVEIRA, 2007] OLIVEIRA, A., C., L.; LINS, J., F., C. ; RIOS, P., R.; SANDIM, H. R. Z. Estudo da cinética de recristalização primária em ferro puro. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 62. 23 a 27 de julho de 2007, Vitória, ES.

[ORSETTI ROSSI, 1997] ORSETTI ROSSI, P.; L., SELLARS, C., M. Quantitative metallography of recrystallization. *Acta Materialia*, v. 45, p.137 - 148, 1997.

[PADILHA, 2005] PADILHA, A. F.; SICILIANO JR., F. *Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura*. 3. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.

[PETITGAND, 2004] PETITGAND, H.; RÉGLE; H.; ZIMMERMANN, U. Recrystallization and grain growth in batch annealing Ti-IF steels. *Materials Science Forum*, v. 467 - 470, p.1099 - 1104, 2004.

[PINTO, 2003] PINTO, A. L.; LOPES, A. M. Utilização da técnica de EBSD em estudos de microtextura e mesotextura. In: WORKSHOP SOBRE TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO: DEFORMAÇÃO PLÁSTICA, RECRYSTALLIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃO, 2., 2003, São Paulo IPEN.

[RAY, 1994] RAY, R. K.; JONAS, J. J.; HOOK, R. E. Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels. *International Metals Reviews*, v. 39, p. 129 - 172, 1994.

[RÉGLE, 2001] RÉGLE, H. Mechanisms of microstructure and texture evolution during recrystallization of ferritic steels sheets. In: THE JOINT INTERNATIONAL CONFERENCE, RECRYSTALLIZATION AND GRAIN GROWTH, 2001, Aachen. *Proceedings...*v.1, p. 707 - 717.

**[RUITENBERG, 2001]** RUITENBERG, G.; WOLDT, E.; PETFORD-LONG, A. K. Comparing the Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov equations for isothermal and linear heating conditions. *Thermochimica Acta*, v. 378, p 97 - 105, 2001.

**[SAMAJDAR, 1997]** SAMAJDAR, I.; VERLINDEN, B.; VAN HOUTE, P.; VANDERSCHUEREN, D.  $\gamma$  - Fibre recrystallization texture in IF - steel: an investigation on the recrystallization mechanisms. *Materials Science and Engineering*, v. A238, p. 343 - 350, 1997.

**[SAMAJDAR, 1999]** SAMAJDAR, I.; VERLINDEN, B.; KESTENS, L.; VAN HOUTE, P. Physical parameters relates to the developments of recrystallization textures in a ultra low carbon steel. *Acta Materialia* , v. 47, n. 1, p. 55 - 65, 1999.

**[SANDIM, 2003]** SANDIM, H. R. Z., Heterogeneidades de deformação: uma visão microscópica. In: WORKSHOP SOBRE TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO: DEFORMAÇÃO PLÁSTICA, RECRISTALIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃO, 2., 2003, São Paulo IPEN.

**[SHEN, 2006]** SHEN, Y. Z.; OH, K. H.; LEE, D. N. Nitriding of interstitial free steel in potassium-nitrate salt bath. *ISIJ International*, v. 46, n.1, p. 111 - 120, 2006.

**[STUWE, 1969]** STUWE, H. P.; FAUSTMANN, J. *Introduccion a las texturas de los materials metalicos*. Madrid: Editorial Montecorvo, 1969.

**[STUWE, 2002]** STUWE, H. P.; PADILHA, A. F.; SICILIANO JR., F. Competition between recovery and recrystallization. *Materials Science and Engineering*, v. A333, p. 361 - 367, 2002.

**[TARASIUK, 2001]** TARASIUK, J.; GERBER, P.; BACROIX, B. Recrystallized volume fraction analysis. In: THE JOINT INTERNATIONAL CONFERENCE RECRYSTALLIZATION AND GRAIN GROWTH, 2001, Aachen. *Proceedings...v.1*, pp. 613-618.

**[VALENCIA MORALES, 2005]** VALENCIA MORALES, E.; VEGA, L., J.; VILLAR, C., E.; ANTIQUERA, M., J.; FADRAGAS, R., C. Some comments about the errors in the Avrami plots. *Scripta Materialia*, v. 52, p. 217 - 219, 2005.

**[VANDERMEER, 1989]** VANDERMEER, R.A.; RATH, B. B. Modeling recrystallization kinetics in a deformed iron single crystal. *Metallurgical Transactions*, v.20A, p.391 - 401 1989.

**[VANDERMEER, 2001]** VANDERMEER, R.A. Advances in the study of recrystallization kinetics. In: THE JOINT INTERNATIONAL CONFERENCE RECRYSTALLIZATION AND GRAIN GROWTH, 2001, Aachen. *Proceedings...v.1*, p. 645 - 657.

**[VANDERSCHUEREN, 1996]** VANDERSCHUEREN, D.; YOSHINAGA, N.; KOYAMA, K. Recrystallization of Ti IF steel investigated with electron back-scattering pattern (EBSP). *ISIJ International*, v. 36, n. 8, p. 1046 - 1054, 1996.

[VIANA, 2003] VIANA, C. S. C.; PAULA, A. S. Texturas de Deformação. In: WORKSHOP SOBRE TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO: DEFORMAÇÃO PLÁSTICA, RECRISTALIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃO, 2., 2003, São Paulo IPEN.

[WALTER, 1963] WALTER, J. L., KOCH, E. F. Substructures and recrystallization of deformed (100)[001]-oriented crystals of high-purity silicon-iron. *Acta Metallurgica*, v.11, p. 923 - 938, 1963.

[WOLDT, 2000] WOLDT, E. New kinetic model for primary recrystallization of pure metals. *Metall. Trans.*, v. 32A, p.2465 - 2473, 2000.

[ZHAO, 2000] ZHAO, J. , Z.; DE, A., K.; DE COOMAN, B., C. Kinetics of Cottrell atmosphere formation during strain aging of ultra-low carbon steels. *Materials Letters*, v. 44, pp 374 - 378, 2000.

[ZWAAG, 2004] ZWAAG, S.; LUO, H.; SIETSMA , J. Effect of inhomogeneous deformation on the recrystallization kinetics of deformed metals. *ISIJ International*, v. 44, n. 11, p. 1931 – 1936, 2004.

[YOSHINAGA, 1998] YOSHINAGA, N.; VANDERSCHUEREN, D.; KESTENS, L.; USHIODA, K. Cold – rolling and recrystallization texture formation in electrodeposited pure iron with a sharp and homogeneous  $\gamma$ - fiber. *ISIJ International*, v. 38, n. 6, p. 610 – 616, 1998.