

AVALIAÇÃO DA CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO DE UM AÇO MICROLIGADO AO NIÓBIO PROCESSADO VIA ARB E RECOZIDO DA 600°C¹

Márcio Cesar da Silva Filho²
Jefferson Fabrício Cardoso Lins³
Paulo Rangel Rios⁴
Ivani de Souza Bott⁵
Carlos Alberto Baldam⁶

Resumo

Este trabalho teve por objetivo reportar a cinética de recristalização de um aço microligado estabilizado ao nióbio processado via ARB e posteriormente recozido a 600°C por meio do modelo cinético Johnson, Mehl, Avrami e Kolmogorov (JMAK). O processo foi conduzido num único ciclo de deformação a 500°C. A etapa de recozimento foi realizada a 600°C entre 5 min e 60 min. A caracterização microestrutural das amostras utilizou as técnicas de MO e metalografia quantitativa. Concluiu-se que o modelo cinético Johnson, Mehl, Avrami e Kolmogorov (JMAK) não indicou a forma de nucleação da recristalização para o aço microligado deformado severamente.

Palavras-chave: Aço microligado; Processo ARB; Deformação plástica severa; Recristalização.

EVALUATION OF KINETIC OF RECRYSTALLIZATION OF MICROALLOY STEEL TO THE NIOBIUM PROCESSED BY ARB AND ANNEALING OF 600°C

Abstract

This study aimed to report the kinetics of recrystallization of a niobium microalloyed steel processed through accumulative roll-bonding (ARB) and then annealing at 600 ° C using the kinetic model Johnson, Mehl, Avrami and Kolmogorov (JMAK). The process was conducted in a single cycle of deformation at 500°C. The annealing was performed at 600°C between 5 and 60 min. The microstructural characterization of samples was performed with light optical microscopy (LOM) and quantitative metallography. It was concluded that the kinetic model Johnson, Mehl, Avrami and Kolmogorov (JMAK) do not indicate the form of nucleation of recrystallization in the steel microalloyed severely deformed.

Key words: Microalloyed steel; ARB process; Severe plastic deformation; Recrystallization.

¹ *Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Engenheiro de Tratamento Térmico, Soldagem e Ensaios de Materiais da Nuclebras Equipamentos Pesados e Mestre em Engenharia Metalúrgica*

³ *Professor Adjunto do Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais da Universidade Federal Fluminense. jfclins@pq.cnpq.br*

⁴ *Professor Titular do Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais da Universidade Federal Fluminense. prrios@gmail.com*

⁵ *Professora Associada da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. bott@dcmm.puc-rio.br*

⁶ *Professor Doutor do Departamento de Engenharia da Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. cabaldan@demar.eel.usp.br*

1 INTRODUÇÃO

Devido às exigências de resistência mecânica cada vez maior, surgiram novas técnicas de processamento de materiais, que visam obter aços de elevada resistência por meio da aplicação de deformação plástica severa (DPS).⁽¹⁾ Entre as técnicas de DPS atualmente desenvolvidas estão: a torção de alta pressão (High Pressure Torsion - HTP),⁽²⁾ a prensagem em canais equiangulares (*Equal Channel Angular Pressing* - ECAP),⁽³⁾ e o processo ARB (*Accumulative Roll-Bonding*).⁽⁴⁾ O processo ARB consiste no empilhamento de duas chapas de mesma espessura e da sua posterior ligação por meio de um processo convencional de co-laminação em ciclos de deformação. Entre os ciclos, o material deve ser cortado e tratado superficialmente. A co-laminação subsequente melhora as ligações entre as chapas que foram introduzidas em um ciclo precedente. Até o presente momento, o processo tem sido conduzido preferencialmente a morno em investigações que visaram descrever a evolução microestrutural de um aço IF (*Interstitial Free*) estabilizado ao titânio,⁽⁵⁾ do cobre livre de oxigênio⁽⁶⁾ do alumínio de pureza comercial (AA1100)⁽⁷⁾ e também de algumas ligas de alumínio (AA5083 e AA8011).⁽⁸⁾ Todos estes materiais, com exceção da liga AA8011, exibiram estruturas com grãos sub-micrométricos (0,2-0,7 μm) e elevados valores de limite de resistência a temperatura ambiente. Estes valores eram de duas a quatro vezes maiores que os respectivos limites de resistência dos materiais na condição inicial. O mecanismo de refinamento microestrutural em condições de DPS baseia-se na geração de uma elevada fração de contornos de grão de alto ângulo. Esta geração é o resultado de dois mecanismos que operam simultaneamente: i) extensão de contornos pré-existent; ii) geração de novos contornos de alto ângulo pela subdivisão dos grãos do material. O primeiro destes mecanismos simplesmente resulta numa extensão dos contornos em função da intensidade das tensões aplicadas e o segundo refere-se à natureza cristalográfica da deformação plástica.⁽⁹⁾ O principal potencial termodinâmico para a ocorrência da recristalização é a energia armazenada no processo de deformação. Costuma-se se referir-se a recristalização como sendo um processo termicamente ativado. Quando o material é submetido a uma temperatura na qual se inicia a recuperação, uma região livre de defeitos é formada. Esta região fica circundada por um contorno de alto ângulo que tende a se propagar sendo assim a recristalização prossegue por crescimento desse sítio sobre a matriz.⁽¹⁰⁾ No processo ARB existem dois modelos possíveis de nucleação da recristalização: nucleação por migração de subcontornos⁽¹¹⁾ e o modelo de nucleação por coalescimento de subgrãos.⁽¹²⁾ Existe uma divergência na literatura sobre a ocorrência dos mecanismos de coalescimento de subgrãos e migração de subcontornos. Algumas considerações sobre a ocorrência destes mecanismos já foram realizadas na literatura, baseados em dados experimentais. De acordo com a literatura⁽¹³⁾ o mecanismo de migração de subcontornos aparentemente, deve estar associado a altas deformações⁽¹⁴⁾ e a distribuições largas⁽¹⁵⁾ de tamanho de subgrão e a metais de baixa EDE,⁽¹⁶⁾ por sua vez, o mecanismo de coalescimento de subgrãos aparentemente pode ser associado a distribuições largas de diferenças de orientação⁽¹⁵⁾ entre os subgrãos, a deformações moderadas,⁽¹⁵⁾ temperatura de recozimento relativamente baixas⁽¹⁷⁾ e metais com alta EDE.⁽¹⁸⁾ O crescimento das regiões recristalizadas, por meio da migração de contornos de alto ângulo continua até que os grãos recristalizados se interceptem⁽¹⁰⁾ mutuamente. O deslocamento dos contornos de alto ângulo pode ser influenciado pela presença de partículas na matriz deformada. Os principais fatores que influenciam neste processo de interação

contorno e partículas são a dispersão e tamanho. Partículas finamente dispersas na matriz tendem a agir como barreira para a movimentação das discordâncias, impedindo assim a migração dos contornos. Verificou-se em muitas pesquisas ao longo dos anos que durante o recozimento, ocorre amolecimento dos materiais encruados. A dureza da liga às vezes pode decair cerca de 50%, sem que ocorra formação⁽¹³⁾ e movimentação de contornos de alto ângulo. Este fenômeno tem sido chamado na literatura de recristalização contínua⁽¹⁹⁾ ou recristalização *in situ* por alguns autores. A taxa de recristalização, em experimentos isotérmicos, é calculada através do gráfico de $X_v \times \log(t)$, onde X_v é a fração recristalizada e t o tempo de tratamento. Também é possível acompanhar o progresso da recristalização pela medição de algum parâmetro físico ou propriedade mecânica do material, como por exemplo: a dureza, resistividade elétrica e propriedades magnéticas. A equação de Avrami⁹⁴ tem sido empregada no modelamento analítico da cinética global de recristalização, sendo representada pela Equação 1:

$$V_v = 1 - \exp(-Kt^n) \quad (1)$$

O modelo JMAK (Johnson, Mehl, Avrami e Kolmogorov) foi proposto para descrever matematicamente a cinética de recristalização: a nucleação, o crescimento das regiões recristalizadas até a microestrutura final. Este modelo assume as seguintes hipóteses simplificadoras:

- a taxa de nucleação (\dot{N}) de novos grãos é constante;
- as taxa de crescimento dos novos grãos (\dot{G}) é linear;
- os novos grãos são considerados esféricos e o crescimento é isotrópico;
- supõe-se que a amostra recristalizada é infinita; e
- supõe-se que a nucleação ocorre de forma aleatória e homogênea.

A teoria JMAK baseia-se num comportamento independente dos grãos, ou seja, considera que eles não interagem entre si durante a nucleação e crescimento. Baseado neste conceito, nas hipóteses simplificadoras e no comportamento real de diversos metais já estudados, pode-se afirmar que cada uma das hipóteses descritas promove certo desvio da realidade. A recristalização é normalmente descrita por uma curva sigmoideal relacionando a fração recristalizada em função do tempo. Verifica-se um período de incubação referente ao tempo decorrido até o aparecimento dos primeiros grãos recristalizados, seguido de um aumento na taxa de recristalização e por fim, um decréscimo nessa taxa quando a fração recristalizada tende a 1. Este decréscimo se deve ao impedimento mútuo dos grãos e à redução da força motriz para a recristalização. Por nucleação, compreende-se a etapa que envolve o aparecimento de novos grãos na estrutura deformada. O crescimento, compreende a etapa em que os novos grãos nucleados vão se desenvolvendo, aumentando de tamanho e substituindo a matriz deformada. O presente trabalho teve por objetivo avaliar cinética de recristalização de um aço microligado ao nióbio processado a morno via ARB e posteriormente recozido a 600°C entre 5 min e 60 min. Foram utilizadas de técnicas de microscopia ótica (MO) além de da utilização de técnicas de metalografia quantitativa.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho, foram utilizadas chapas laminadas de aço microligado ao nióbio comercial. O material foi fornecido pela empresa Brasmetal com a composição química da chapa encontra-se na Tabela 1.

Tabela 1: Composição química do aço microligado ao nióbio (% em peso).

C	Mn	P	S	Si	N	Al	Nb
0,09	1,04	0,018	0,004	0,07	0,0044	0,039	0,036

As chapas foram cortadas em tiras de 55 x 300 mm, limpas, desengraxadas e sobrepostas. Após corte e limpeza, foi realizado um aquecimento do conjunto num forno tipo Mufla a 500°C por 10/min. O processo foi conduzido num único ciclo com uma taxa de deformação da ordem de 19s⁻¹. Após a co-laminação, foram cortadas amostras medindo 10 x 12 mm. Para o recozimento, as amostras foram encapsuladas em tubos de quartzo sob atmosfera de argônio. Após serem enapsuladas, o tratamento térmico foi realizado a 600°C por 5 min, 10 min, 15 min, 20 min, 25 min, 30 min, 45 min e 60 min num forno tubular Lindberg Blue. A metodologia e os equipamentos utilizados encontram-se descritos detalhadamente em Silva Filho et al.⁽²⁰⁾

A convenção adotada no estudo das amostras foi a seguinte: seção que contém o plano de co-laminação (DT-DL), seção longitudinal (DN-DL) de acordo com o indicado na Figura 1. As amostras foram preparadas conforme os procedimentos metalográficos tradicionais, sendo caracterizadas com o auxílio de técnicas de: microscopia ótica (MO).

Na determinação da fração recristalizada das amostras recozidas, adotou-se a metodologia descrita por DeHoff.⁽²¹⁾ Essa metodologia consiste na sobreposição de uma grade sobre a micrografia. A fração volumétrica V_v foi calculada utilizando-se a igualdade $P_p = V_v$ (fração de pontos igual à fração volumétrica). As imagens foram capturadas em cinco campos diferentes, por meio dos equipamentos metalográficos descritos anteriormente. Utilizou-se uma grade contendo 100 pontos (10x10) para cada amostra. Calculou-se a fração de pontos contidas adentro das regiões recristalizadas. Para se calcular as áreas superficiais por unidade de volume S_v , foram analisados os mesmos campos utilizados na contagem da fração volumétrica. Em cada campo foram traçadas dez linhas, cinco na horizontal e cinco na vertical. Em cada linha observou-se a quantidade de intersecções ocorridas entre as regiões recristalizadas e recuperadas, para calcular o S_v (área por unidade de volume entre região recristalizada em contato com a região recuperada). Utilizando a relação $S_v = 2 \times P_L$ foram calculadas as grandezas S_v .

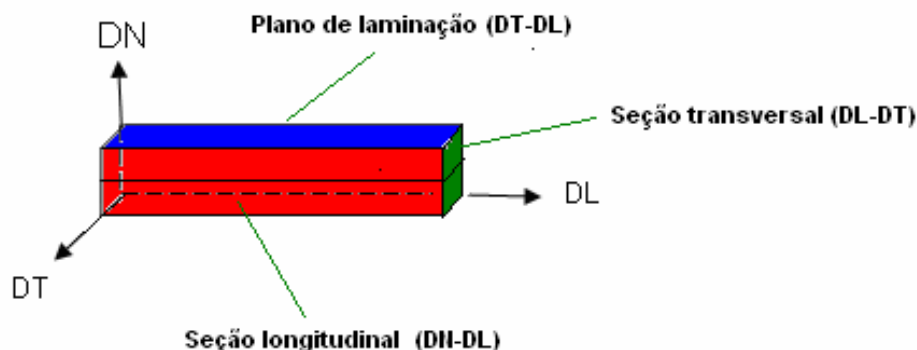
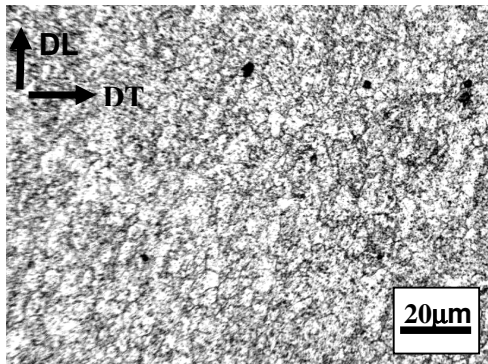


Figura 1: Desenho esquemático mostrando o sistema de referências utilizado na análise das amostras após o processo de co-laminação. DL é a direção de co-laminação, DT é a direção transversal a DL e DN representa a direção normal.

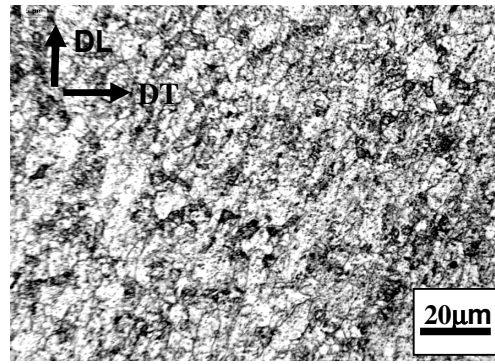
3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2 mostra a evolução da microestrutura após o recozimento do aço processado entre 10 minutos e 60 minutos. Percebe-se que o processo de recristalização ocorre plenamente somente após 60 min de tratamento térmico. Além disso, nota-se também de forma qualitativa que a fração de área das regiões que sofreram recuperação também decresce com o aumento do tempo de recozimento. Este comportamento de evolução pode ser considerado como o esperado para o processamento termomecânico proposto nesta investigação, à medida que a recristalização ocorre o efeito da recuperação diminui. Quando uma região livre de defeitos é formada, fica circundada por um contorno de alto ângulo e a recristalização prossegue por crescimento desse núcleo sobre a matriz. Em condições nas quais a temperatura é constante, a recristalização primária geralmente apresenta um tempo de incubação, que pode ser associado ao processo lento de formação⁽¹⁰⁾ do núcleo. Já a ausência do período de incubação geralmente está associada a nucleação por migração de contornos pré-existentes, não havendo neste caso a necessidade de um tempo para a formação de um contorno com alta mobilidade.⁽¹⁰⁾ A literatura reporta que o comportamento da evolução da microestrutura durante a recristalização apresenta uma curva de perfil sigmoidal. A Figura 2 apresenta micrografias tiradas nos diferentes tempos de recozimento mostrando a evolução da microestrutura. O aço microligado deformado apresentava um tamanho de grão de $3,1 \pm 3\mu\text{m}$, observando a Figura 3, é possível perceber que durante o recozimento, após 5 min de tratamento o tamanho de grão foi de $7,69 \pm 0,9 \mu\text{m}$ e no final do recozimento após 60 min o tamanho era de $9,4 \pm 2,1 \mu\text{m}$. Desta forma, observando os dados experimentais descritos na Figura 3, pode-se notar, ao compararmos os tamanhos de grãos após 5 min e após 60 min de recozimento que o crescimento observado não é muito significativo (aproximadamente de 22%), indicando o forte efeito de travamento dos contornos devido a presença de carbonetos na matriz. Silva Filho et al.,⁽²⁰⁾ obtiveram num trabalho anterior, a evolução da dureza durante o recozimento a 600°C e verificou que os carbonetos influenciam fortemente a microestrutura, retardando o início da recristalização. O tamanho de grão encontrado após o recozimento ($9,4 \pm 2,1\mu\text{m}$) pode ser considerado bem inferior ao observado no material de partida (cerca de 40% menor). Pode-se sugerir como explicação para este resultado, que a presença de carbonetos alinhados na condição deformada, contribui para que o aço durante o recozimento não alcançasse uma etapa de crescimento anormal de grão. Perrard, Deschamps e Maugis⁽²²⁾ em sua pesquisa estudaram a influencia dos carbonetos num aço microligado ao nióbio. Segundo Perrard, Deschamps e Maugis⁽²²⁾ os carbonetos interagem com as discordâncias, servindo de barreira para a sua movimentação. Desta formas as discordâncias se acumulam impedindo o crescimento de grão. Deste modo, de acordo com o reportado na literatura é provável que um ancoramento de contornos de grão pelos carbonetos presentes tenha ocorrido. Kihara, Nagasaki e Sricharoenchal⁽²³⁾ e Romano,⁽²⁴⁾ também observaram um comportamento similar em aços microligados estabilizados ao nióbio e nos aços IF, respectivamente. É interessante notar que no trabalho de Cota,⁽²⁵⁾ no qual foi pesquisada a cinética de um aço microligado, chegou-se a conclusão que na temperatura de 600°C , o aço apresenta uma maior capacidade de “retenção de dureza”, sendo que este fenômeno se estendeu por cerca de 900 s (15 min.). Ao analisar o comportamento do aço microligado estudado no presente trabalho, é possível perceber um comportamento semelhante ao estudado por Cota,⁽²⁵⁾ embora

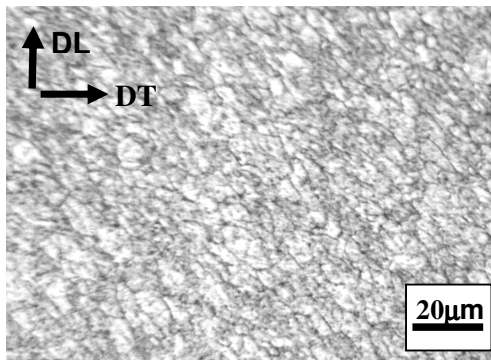
em valores absolutos, a dureza seja diferente, devido à diferença entre os tratamentos térmicos utilizados. Silva Filho et al.⁽²⁰⁾ em sua investigação obteve um patamar de dureza que se estendeu por cerca de 1.200s (20 min.) durante o recozimento. A Figura 3 mostra a evolução do tamanho de grão, durante o recozimento, comparando com a curva de amolecimento obtida por Silva Filho et al.⁽²⁰⁾ foi possível perceber que mesmo ocorrendo um aumento gradativo no tamanho de grão, a dureza do aço microligado variou pouco.



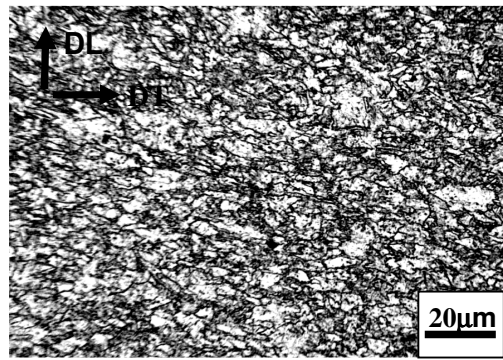
(a)



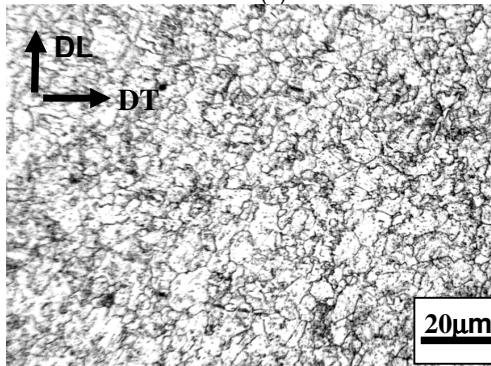
(b)



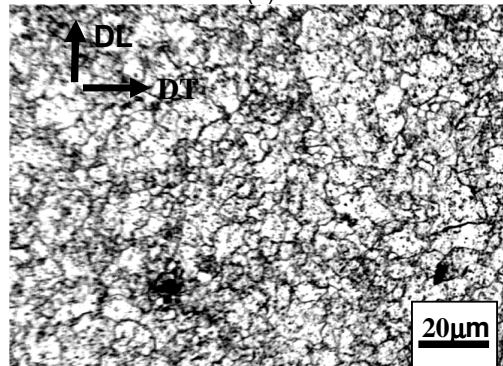
(c)



(d)



(e)



(f)

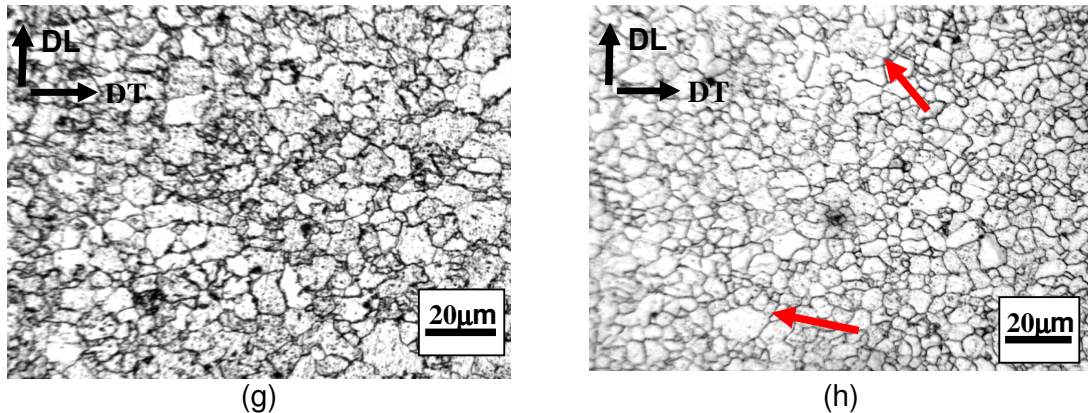


Figura 2: Seção DT-DL do aço microligado ao nióbio cozido, mostrando: (a) 5min.; (b) 10min; (c) 15min; (d) 20min; (e) 25min; (f) 30min; (g) 45min; (h) 60min.

A fração recristalizada foi mensurada ao longo de cada tempo estudado; foram calculados os valores de $\ln(-\ln(1-V_v))$ e $\ln(t)$. Por meio destes valores, foi traçado o gráfico representado na Figura 4. Após a plotagem dos pontos, efetuou-se uma regressão linear para obter a reta que melhor se ajustava aos pontos. Traçada a reta e com sua equação descrita na Figura 4, foi possível a obtenção dos valores de n e k da equação de JMAK. Analisando o gráfico da Figura 4, obtiveram-se os valores de n e k . Os valores obtidos foram 1,07 e $4,5 \times 10^{-4}$, respectivamente. Estes valores diferem dos que indicariam saturação de sítios e taxa de nucleação constante, portanto o método não pode ser usado para inferir sobre a forma de nucleação dos novos grãos. Este fato pode estar relacionado com as hipóteses simplificadoras do modelo, que nem sempre se ajustam aos casos reais.^(26,27)

É possível concluir que o modelo JMAK fornece uma análise qualitativa da cinética de recristalização do aço microligado diferindo do comportamento real, como evidenciado pelos valores obtidos de n e K . Perrard, Deschamps e Maugis⁽²²⁾ modelaram experimentalmente como os carbonetos influenciariam na recristalização. É interessante notar que os resultados obtidos pelo modelo, são semelhantes aos resultados experimentais obtidos nesta investigação após o recozimento e indicam a ocorrência de saturação de sítios no processo de nucleação do aço microligado ao nióbio.

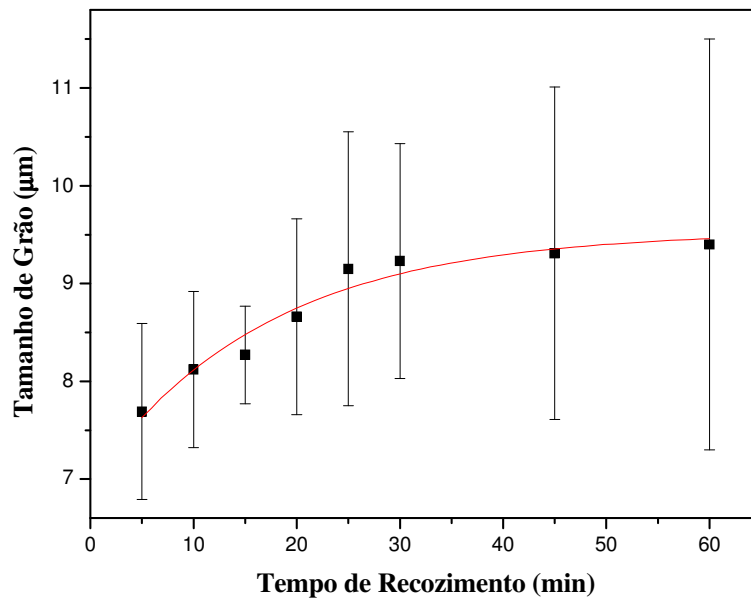


Figura 3: Evolução do tamanho de grão do aço microligado ao nióbio durante o recozimento a 600°C.

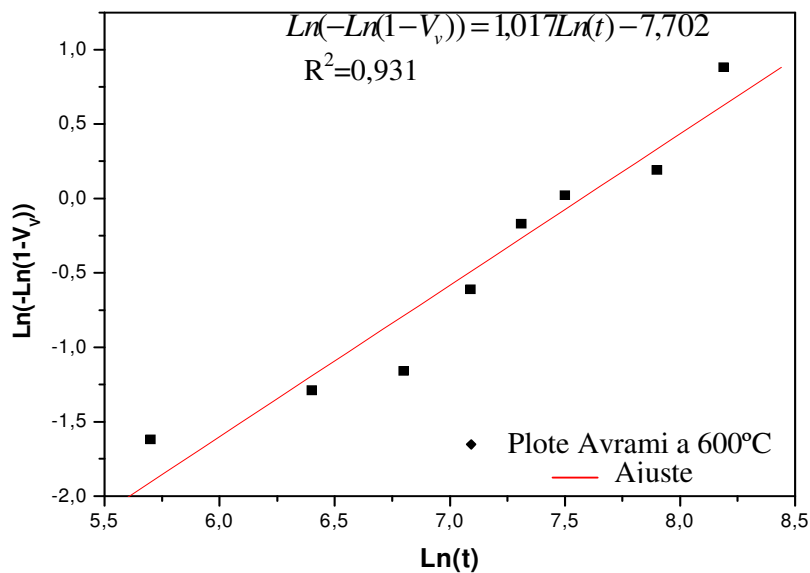


Figura 4: Gráfico de Avrami para o aço microligado ao nióbio recozido na temperatura de 600°C.

A Equação 2 representa a curva sigmoideal obtida a partir de dados experimentais para o aço microligado ao nióbio processado via ARB e recozido a 600°C:

$$V_v = 1 - \exp(4,5 \times 10^{-4} \times t^{1,017}) \quad (2)$$

Em seu trabalho Winning e Schafer⁽²⁸⁾ estudaram a influência da recristalização nas propriedades mecânicas, utilizando-se da formulação que

correlaciona a fração recristalizada com a dureza do material. Esta formulação é descrita pela Equação 3:

$$\frac{H_{V(t_0)} - H_{V(t)}}{H_{V(t_0)} - H_{V(tend)}} \quad (3)$$

Onde, $H_{V(t_0)}$ é a dureza do material na condição inicial, $H_{V(t)}$ é a dureza nos diferentes tempos de recozimento e $H_{V(tend)}$ é a dureza após a recristalização estar completa (considerou-se a dureza após 60min de tratamento). De acordo com o indicado na Figura 5, não houve uma boa correção entre os valores de fração recristalizada obtidos pela Equação 3 e os medidos experimentalmente. Isso ocorre devido esta equação ser uma simplificação do que ocorre na microestrutura do material, não sendo muito adequada para prever o comportamento de materiais contendo partículas dispersas na microestrutura. Para prever melhor o comportamento dos materiais contendo partículas, durante a recristalização, outros métodos^(27,29) de modelamento têm sido desenvolvidos.

Em seu trabalho, Rath⁽³⁰⁾ correlaciona a fração recristalizada com o caminho microestrutural percorrido pelo material, conforme descrito pela Equação 4:

$$S_v = (1 - \exp(-Kt^n)) \times Bt^m \quad (4)$$

Onde K, n, B e m são constantes do material e S_v a fração de área por unidade de volume. O modelamento do caminho microestrutural é descrito na Equação 5:

$$S_v = C \times (1 - V_v)^q \quad (5)$$

Onde q é uma constante utilizada para descrever o tipo de nucleação, sendo 2/3 para saturação de sítios e 4/3 para a nucleação constante e C é uma constante referente ao fator geométrico de crescimento.

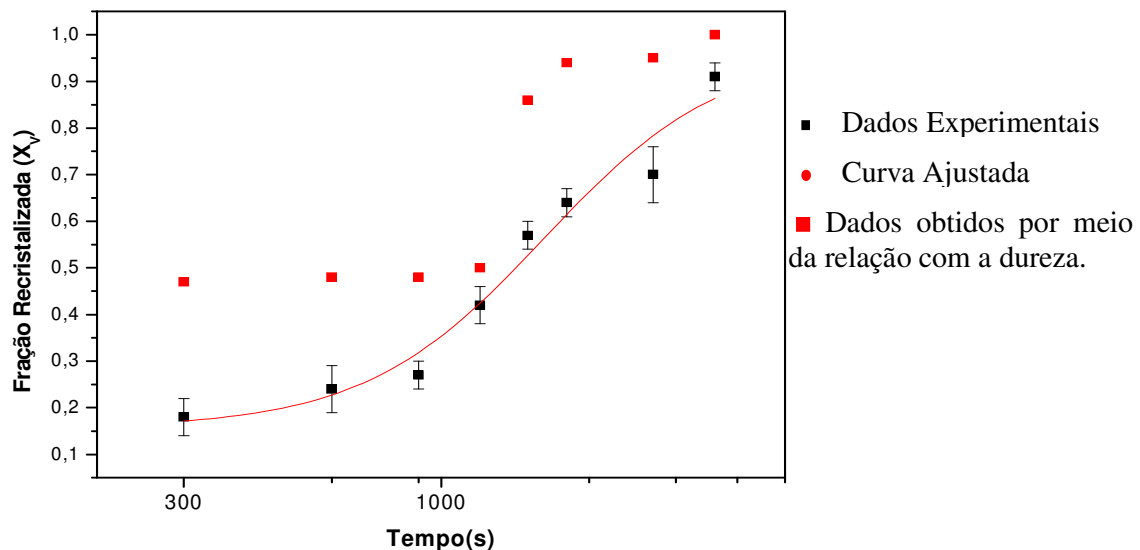


Figura 5: Curva obtida a partir dos valores de n e k para o aço microligado ao nióbio recozido a 600 °C.

No presente trabalho foi obtido dois perfis de curva: uma relativa a S_v em função do tempo e outra relativa a S_v em função da fração recristalizada. Utilizando-se os dados das constantes, obtidas pelo plote de Avrami ajustou-se as curvas aos pontos experimentais, por meio do programa Oringin, sendo estes gráficos

representados nas Figuras 6 e 7, que trazem respectivamente os gráficos de S_V em função do tempo e S_V em função da fração recristalizada. É possível observar através destes gráficos que ocorre uma pequena discrepância entre os valores ajustados e os valores experimentais, embora ambos apresentem o mesmo comportamento. Não foi possível encontrar na literatura científica dados disponíveis relativos ao aço microligado estabilizado ao nióbio envolvendo o processo ARB e o recozimento utilizado. Desta forma não foi possível realizar uma comparação entre os resultados obtidos e os disponíveis na literatura. A área interfacial por unidade de volume cresce até a ocorrência do *impingement*, que significa que começa a ocorrer interação entre os núcleos em crescimento. Observando a Figura 6, verifica-se que o início do *impingement* ocorre no tempo de recozimento igual a 25 min (1.500 s). Comparando este resultado com a curva de amolecimento obtida por Silva Filho,⁽²⁰⁾ verifica-se que justamente neste tempo, ocorre um decréscimo de dureza no material, indicando o fim do primeiro patamar de dureza. Baseado na equação que gerou o gráfico descrito na Figura 7, tem-se a seguinte formulação matemática: Aplicando a função logarítmica nos membros da Equação 6 tem-se:

$$\log(S_V) = \log(Bt^m) \quad (6)$$

Ao se reescrever a Equação 6, temos:

$$\log(S_V) = \log(t^m) + \log(B) \quad (7)$$

Ou

$$\log(S_V) = m\log(t) + \log(B) \quad (8)$$

A partir da linearização, por meio do programa Origin, para obtenção da curva descrita na Figura 7, obteve-se os seguintes valores para as constantes da Equação 6: $m = 1,04$ e $B = 1,27$ para o aço microligado. Substituindo-se os valores obtidos de n , K , m e B na Equação 4, obtêm-se o caminho microestrutural para o aço microligado ao nióbio processado via ARB e posteriormente recozido a 600°C descrito na equação 9.

$$S_V = (1 - \exp(-4,5 \times 10^{-4} \times (t^{1,17}))) \times 1,27 \times (t^{1,04}) \quad (9)$$

Oliveira et al.⁽³¹⁾ em seu trabalho, desenvolveram um código em 3D, para a recristalização utilizando o método de autômato celular. Observando os resultados obtidos por Oliveira,⁽³¹⁾ em relação a fração recristalizada em função do tempo, é possível notar uma grande concordância entre as hipóteses e os resultados experimentais relativos ao aço microligado ao nióbio processado via ARB. Enquanto os resultados obtidos analiticamente e por simulação indicaram um perfil de curva S_V versus X_V parabólico, os resultados experimentais para o aço microligado indicaram como melhor ajuste, um perfil Gaussiano. Possivelmente, estas diferenças ocorrem devido as hipóteses adotadas no modelo. Um destas hipóteses⁽³²⁾ é a de que durante o processo de nucleação da recristalização, os sítios não sofrem nenhum *impingement*. Vandermeer, Masura e Rath⁽³³⁾ em sua pesquisa propuseram que a aparente simetria da curva ajustada representa o crescimento com formas constantes durante a evolução microestrutural. Vandermeer, Masura e Rath⁽³³⁾ citam que esta forma de simetria do gráfico indicaria uma nucleação do tipo saturação de sítios. Desta forma, por meio das observações de Vandermeer, Masura e Rath⁽³³⁾ pode-se afirmar que o forma de nucleação da recristalização para o aço microligado ao nióbio é a saturação por sítios. A literatura reporta que no início do *impingement* marca o fim da recristalização primária. Deste ponto em diante, o crescimento de grão pode ocorrer de forma contínua (normal) ou preferencial (anormal). Observando-se a seta indicada na Figura 2, pode-se perceber que após 60 min. de recozimento, aparece uma indicação do início da ocorrência do crescimento de grão

preferencial. Nesta forma de crescimento, alguns grãos crescem preferencialmente a outros. Esta hipótese de crescimento de grão preferencial, explicaria o maior desvio-padrão observado na Figura 3. Dunn e Walter⁽³⁴⁾ em seu trabalho estudaram a ocorrência da recristalização secundária, num ferro de alta pureza. Neste trabalho WALTER verificaram que a presença de partículas finas e limitações impostas pela espessura do material, podem reforçar o efeito da recristalização secundária. Embora não existam estudos realizados para o aço microligado processado via ARB e posteriormente recozido, as hipóteses apresentadas para a ocorrência da recristalização secundária são viáveis de acordo com a literatura atual. Outra possibilidade para explicar a elevação do desvio padrão nas medições do tamanho de grão em tempos superiores a 25min pode ser a presença de alguns carbonetos concentrados nos contornos de alguns grãos. Sendo assim, enquanto alguns grãos podem crescer livremente (ou com um travamento menor) outros sofrem um maior efeito de travamento dos contornos, aumentando desta forma o desvio nas medições de tamanho de grão. A concentração de carbonetos em determinadas regiões das amostras também serviriam para explicar os elevados desvios na dureza obtidos por Silva Filho⁽²⁰⁾. Desta forma, a distribuição e o tamanho das partículas também poderiam influenciar nos desvios observados.

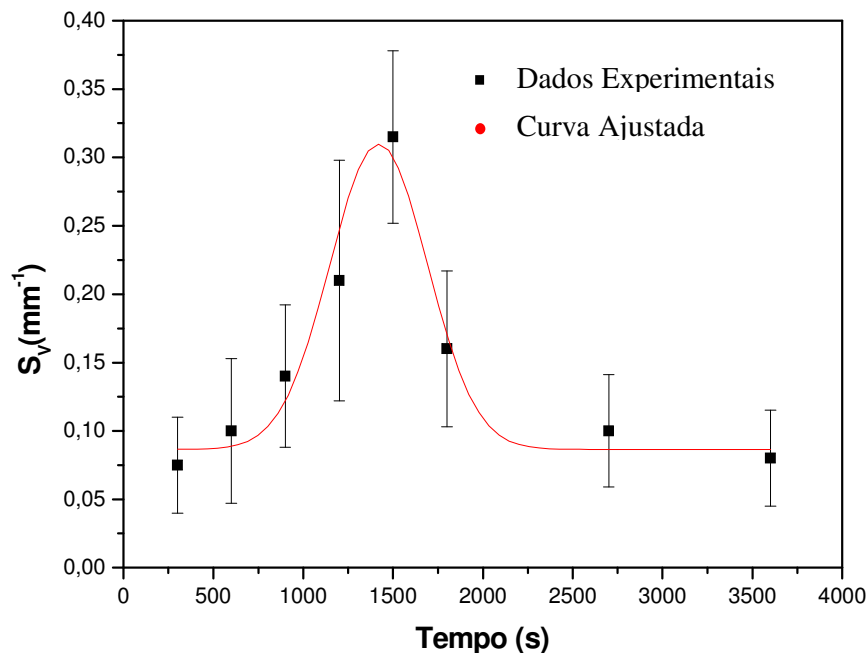


Figura 6 – Gráfico de Sv em função do tempo de um aço microligado estabilizado ao nióbio recozido a 600°C.

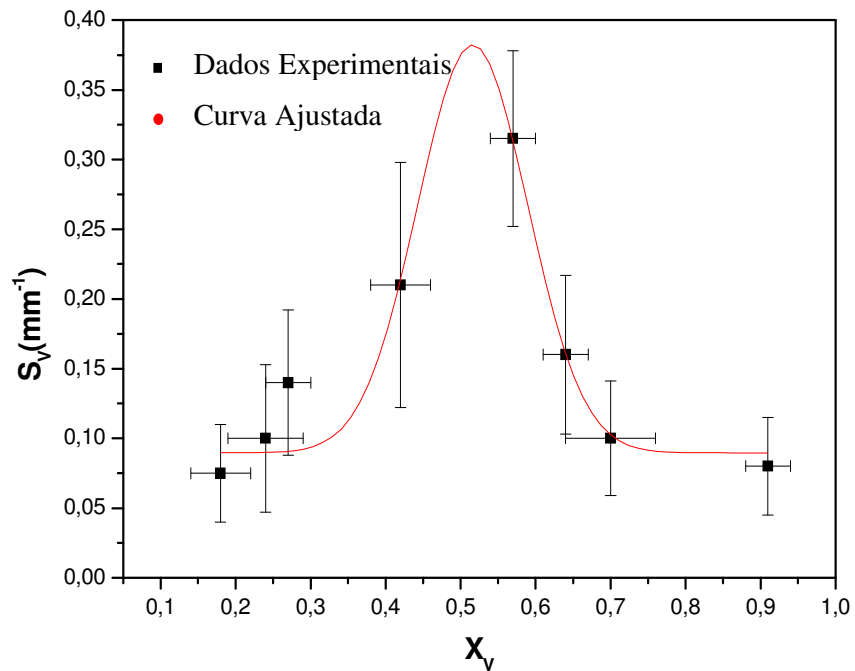


Figura 7 – Gráfico de S_V em função da fração recristalizada de um aço microaligado ao nióbio recozido a 600°C.

4 CONCLUSÕES

Após 60 min de recozimento foi observada uma microestrutura totalmente recristalizada com tamanho de grão aproximadamente 40% menor do que na condição inicial. O aço microaligado apresentou um crescimento de grão pouco significativo (cerca de 22%) entre os tempos de 5 min e 60 min de recozimento. Durante os 5 primeiros minutos de recozimento o tamanho de grão praticamente dobrou de tamanho. Baseado no modelo JMAK, foram determinadas as constantes do material. Devido às hipóteses simplificadoras adotadas, pode-se afirmar que, o modelo JMAK não pode indicar ao certo o mecanismo de nucleação da recristalização. Verificou-se que o *impingement* ocorreu aproximadamente aos 25min de recozimento.

Agradecimentos

Os autores deste trabalho gostariam de agradecer a empresa a empresa BRASMETAL que gentilmente forneceu o material utilizado nesta pesquisa. Agradecimentos também são devidos a CAPES e ao CNPq (Processos 400609/2004-05 e 470589/2007-8) pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 SEGAL V. M.; Deformation mode and flow in ultra fine grained metals; *Materials Science and Engineering*, v.406, p.205-216, 2005
- 2 VALIEV R. Z; Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties; *Nature Materials*, v.3, p.511-516, 2004
- 3 HORITA et al; Severe plastic deformation as a processing tool for developing superplastic metals; *Journal of Alloys and Compounds*, v.378, p.27-34, 2004.
- 4 TSUJI et al; Novel Ultra-high Strain Process for Bulk Material Development of the accumulative Roll-Bonding(ARB) Process; *Acta Materialia*, v.47, p.579-583, 1999
- 5 TSUJI, N., UEJI, R. and MINAMINO, Y., Nanoscale crystallographic analysis of ultrafine grained IF steel fabricated by ARB process. *Scripta Materialia*, v.47, pp.69-76, 2002
- 6 JANG, Y.H., KIM, S.S., HAN, S.Z., LIM, C.Y., KIM, C.J., GOTO, M., Effect of trace phosphorous on tensile behavior of accumulative roll bonded oxygen-free copper. *Scripta Materialia*, v.52, pp.21–24, 2005.
- 7 TSUJI, N., TOYODA, T., MINAMINO, Y., KOIZUMI, Y., YAMANE, T., KOMATSU, M. and KIRITANI, M., Microstructural change of ultrafine-grained aluminum during high-speed plastic deformation. *Materials Science and Engineering A*, v.350, pp.108-116, 2003.
- 8 XING, Z.P., KANG, S.B. and KIM, H.W., Softening behavior of 8011 alloy produced by accumulative roll bonding process. *Scripta Materialia*, v.45, pp.597-604, 2001.
- 9 HANSEN, N., Cold deformation microstructures. *Materials Science Technology*, v.6, pp.1039-1047, 1990
- 10 BECK P. A; Annealing of cold worked metals; *Advances in physics*, v.3, p.245-324, 1954
- 11 CAHN R. W; A new theory of recrystallization nuclei; *Proceedings of the Physical Society of London*, v.63 4A, p. 323-336, 1950.
- 12 SMITH C. S; Discussion on paper by Mr. J. S. Bowlws and Dr. W. Boas: “The effect of crystal arrangements on secondary recrystallization in metals”. *Journal of the Institute of Metals*, v.74, p.742-758, 1947/1948.
- 13 PADILHA A. F. e SICILIANO Jr, F; Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura, ABM, São Paulo, p.17-47, 1996.
- 14 RAY R. K; HUTCHINSON W. B; DUGGAN B. J. A study of the nucleation of Sugrain recrystallization using HVEM; *Acta Metallurgica*, v.23, p.831-840, 1975.
- 15 KREISLER A; DOHERTY R. D; Structure of well defined deformation bands and formation of recrystallization nuclei in aluminium; *Metal Science*, v.12, p.551-560, 1978.
- 16 McQUEEN H. J; JONAS J. J; Recovery and recrystallization during high temperature deformation; *Materials Science and Technology*, v.6, p.551-560, 1975.
- 17 VARMA K. and WILLITIS B. L. Sugrain growth in aluminum during static annealing; *Metallurgical Transactions A*, v.15A, p.1502-1503, 1984.
- 18 JONES A. R; RALPH B; HANSEN N; Subgrain coalescence and the nucleation of recrystallization at grain boundaries in aluminum; *Proceedings of the Royal Society of London*, v.368A, p.345-357, 197
- 19 HORNBOGEN E and KOSTER R; Recrystallization of two-phase alloys; Dr. Riderer-Verlag, p.167-168, 1978.
- 20 SILVA FILHO M. C, LINS J. C. F, RIOS P. R, BOTT I.S. Caracterização microestrutural de um aço microligado estabilizado ao nióbio processado via ARB e posteriormente recozido a 600°C; 63º Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2008

- 21 DEHOFF R, T; Annealing processes recovery, recrystallization and grain growth.; National Laboratory, p.35-52, Roskilde, Dinmark, 1986
- 22 PERRARD F; DESCHAMPS A; MAUGIS, P; Modeling the precipitation of NbC on dislocation in α -Fe; Acta Materialia, v.35, p1255-1266, 2007
- 23 KIHARA J; NAGASAKI C; SRICHAROENCHAL P; Hot ductility of high steels containing niobium; ISIJ International, vol.32, nº10, p.1102-1109, 1992
- 24 ROMANO et al; Ferritic steels optimization of hot-rolled textures through cold Rolling and annealing; Materials Characterization, v.47, p119-127, 2001
- 25 COTA A. B. e ERMENEGILDO T. F. C; Efeito do nióbio na cinética de revenimento de aços baixo carbono; Revista Metalurgia e Materiais, p551-556, 2007
- 26 KALU P. N. and WARYOBA D. R; A JMAK-microhardness model for quantifying the kinetics of retortion mechanisms in inhomogeneous microstructure; Material Science and Engineering A ; v.464, p.68-75; 2007
- 27 OLIVEIRA .et al; Estudo da cinética de recristalização primária em ferro puro; 62º Congresso Anual da ABM, Vitória –ES, 2007.
- 28 WINNING M.; SCHAFER C; Influencing Recrystallization behavior by mechanical loads; Materials Science and Engineering, A419, p.18-24, 2006
- 29 WEINBERG M C et al; Crystallization Kinetics and the JMAK equation; Journal of Non-Crystalline Solids, v.219, p89-99, 1997
- 30 RATH B.B; Kinetics of nucleation growth process.; Material Science and Engineering B, v.32, p101-106, 1995
- 31 OLIVERIA et al; Desenvolvimento de um código em 3D para simular a recristalização pelo método do autômato celular; Tecnologia em Metalurgia e Materiais, v.2, nº4, p24-39; 2006
- 32 SHEIDMAN et al; Crystallization kinetics and the JMAK equation; Journal of No-Crystalline Solids, v.219, p.89-99, 1997
- 33 VANDERMEER R; MASURA, R. A; RATH, B. B; Microstructural paths of shape-preserved nucleation and Growth Transformations; Acta Matallurgica et Materialia, v.39, nº3, p.383-389, 1991.
- 34 DUN C G; WALTER J L; On secondary recrystallization in high-purity alpha iron; Transaction of the Metallurgical Society of AIME , v.221 p.413-414, 1961; Apud, PADILHA A F; SICILIANO F; Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura; Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005