

# CINÉTICA DA RECRISTALIZAÇÃO ISOTÉRMICA DO AÇO ALTO Mn e BAIXO C LAMINADO A FRIO E APRESENTANDO EFEITO TWIP<sup>1</sup>

Érica Aparecida Silva Ribeiro<sup>2</sup>  
Icaro Portela Pinheiro<sup>2</sup>  
Lorena Freitas Dutra<sup>2</sup>  
Dagoberto Brandão Santos<sup>3</sup>

## Resumo

A crescente demanda, principalmente da indústria automobilística, por materiais que aliem alta resistência mecânica, alta ductilidade e baixo peso específico torna o aço com efeito TWIP (*TW*inning *I*nduced *P*lasticity) um material promissor para atender essa procura. O presente trabalho teve como objetivo estudar a cinética da recristalização isotérmica do aço C-0,06; Mn-25; Al-3; Si-2; Ni-1 após laminação a frio apresentando efeito TWIP, maclação induzida por deformação plástica. O aço foi laminado a quente e a frio e recozido a 700°C com tempos de encharque variando de 10 s a 7.200 s. Para análise microestrutural foram realizadas micrografias ópticas e eletrônicas de varredura (MEV). Além disso, foi feita metalografia quantitativa para avaliação da fração recristalizada e do tamanho de grão. Utilizou-se, também o modelo de JMAK para determinar a forma de nucleação. A restauração do aço também foi avaliada por meio dos testes de microdureza Vickers. Observou-se uma microestrutura totalmente recristalizada após 7.200 s a 700°C.

**Palavras-chave:** Efeito Twip; Recozimento; Laminação a frio; Cinética de recristalização.

## KINETICS OF RECRYSTALLIZATION ISOTHERMS STEEL HIGH LOW C AND MN COLD ROLLED AND HAD AN EFFECT TWIP

### Abstract

The increasing demand, mainly from the automobile industry, for materials that combine high mechanical strength, high ductility and low specific weight makes steel with effect TWIP (*TW*inning *I*nduced *P*lasticity) a promising material to meet these requirements. This work aimed to study the kinetics of isothermal recrystallization of TWIP steel C-0, 06, Mn-25 Al-3, Si-2, and Ni-1 after cold rolling. The steel was hot-and cold-rolled and then annealed at 700 ° C with soaking times ranging from 10 to 7200 s. Microstructural analysis were performed using light and electron microscopy (SEM). Furthermore, quantitative metallography was performed to evaluate the volume recrystallized fraction and grain size. A model based JMAK was applied to determine the nucleation grain growth process. The restoration of the steel was also evaluated by microhardness tests. It was observed a complete recrystallization after 7200 s at 700°C.

**Key words:** Twinning; Annealing; Cold rolling; Kinetics of recrystallization.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 47º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 26 a 29 de outubro de 2010, Belo Horizonte, MG.

<sup>2</sup> Sócio da ABM - Aluno de graduação em Engenharia Metalúrgica no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Engenharia da UFMG.

<sup>3</sup> Sócio da ABM - Professor Associado do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Engenharia da UFMG.

## 1 INTRODUÇÃO

*Twinning Induced Plasticity* – TWIP – são aços com alto teor de manganês, contendo em sua composição silício e alumínio (2% a 4%). Este material ostenta uma combinação de alta resistência e uma excepcional plasticidade. Tal combinação levou principalmente as indústrias automobilísticas a desenvolverem a aplicação deste produto visando à segurança do passageiro, redução de peso, economia de combustível e diminuição da emissão de gás poluente no meio ambiente.<sup>(1)</sup>

O efeito TWIP é, normalmente, encontrado nos aços contendo aproximadamente 25% Mn. A estrutura austenítica é mantida durante todo o processo de deformação plástica,<sup>(1,2)</sup> e a excelente deformação ( $\epsilon=95\%$ ) é exclusivamente efeito da intensa formação de maclas no interior dos grãos, que funcionam como contornos adicionais de grãos, e agem como barreiras para o movimento das deslocções, fazendo com que a estrutura fique mais fina e, com isto, presente, apesar do alto alongamento, uma boa resistência mecânica<sup>(3,4)</sup> e grande capacidade de absorção de energia. O efeito TWIP ocorre em austenita estável, onde a energia livre de Gibbs da reação martensítica é positiva (110 J/mol a 250 J/mol) e a energia de falha de empilhamento é aproximadamente 25 mJ/m<sup>2</sup>. O aumento de ambas as energias deve-se ao alto teor de Mn na presença de Al.

A elevada taxa de encruamento do aço alto Mn durante a deformação contribui consideravelmente para sua rápida recristalização. A desorientação entre os grãos ou regiões da estrutura e a formação de subgrãos devido à deformação aceleram este processo.<sup>(5,6)</sup> A nucleação de grãos livres de deformação e seu crescimento à custa da matriz deformada são os pontos essenciais que definem a evolução da microestrutura durante a recristalização.

Dessa forma, o objetivo deste trabalho é complementar o estudo anterior do aço TWIP<sup>(7)</sup> de forma a proporcionar um estudo da cinética de recristalização do referido aço.

A cinética de recristalização é uma função da nucleação da taxa de crescimento, que é, em geral, expressa pelo modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK):<sup>(8)</sup>

$$X_v = 1 - \exp(-Bt^k) \quad (1)$$

Esta equação geral relaciona a fração recristalizada,  $X_v$ , com o tempo,  $t$ , através de um fator  $B$ , que é uma função do material e da temperatura de recozimento. É adequada para a nucleação aleatória e constante e crescimento de grãos isotrópico. O fator  $n$  depende do tipo de nucleação e da dimensão de crescimento. Assumindo crescimento tridimensional, a teoria de JMAK prediz  $k=3$  para nucleação por saturação de sítios e  $k=4$  para taxa de nucleação constante<sup>(8,9)</sup>. A equação de JMAK permanece válida se  $2 \leq k \leq 3$  (crescimento bidimensional) e  $1 \leq k \leq 2$  (crescimento unidimensional). No caso de  $k=1$ , a equação 1 é equivalente a uma reação de primeira ordem homogênea.<sup>(9)</sup> Há várias investigações de materiais como alumínio, cobre e aço em que os valores de  $k$  da ordem de 1 têm sido encontrados.<sup>(8,10)</sup>

Para facilitar os cálculos é conveniente utilizar o conceito de  $X_{vex}$  que se relaciona com a fração recristalizada da seguinte maneira:<sup>(11)</sup>

$$X_{vex} = \ln\left(\frac{1}{1 - X_v}\right) \quad (2)$$

$$X_{vex} = Bt^k \quad (3)$$

A microestrutura pode ser caracterizada ainda pela área interfacial entre o material recristalizado e não recristalizado por unidade de volume ( $S_v$ ).<sup>(11,12)</sup>

$$S_v = \frac{2}{D} \quad (4)$$

Em que D é o diâmetro médio do grão recristalizado.

Também com o objetivo facilitar o estudo, será utilizada a relação:<sup>(10)</sup>

$$S_{vex} = \frac{S_v}{1 - X_v} \quad (5)$$

De maneira análoga ao  $X_{vex}$ , o  $S_{vex}$  pode ser escrito da seguinte forma:<sup>(11)</sup>

$$S_{vex} = Ct^m \quad (6)$$

As velocidades de crescimento são determinadas pelo método introduzido por Cahn e Hagel em que se estima uma taxa média de migração da interface por meio de parâmetros estereológicos.

$$\bar{G} = \frac{1}{S_v} \cdot \frac{dX_v}{dt} \quad (7)$$

Derivando-se equação 1, tem-se:

$$\frac{dX_v}{dt} = k \cdot B \cdot t^{k-1} \cdot \exp(-B \cdot t^k) = k \cdot B \cdot t^{k-1} (1 - X_v) \quad (8)$$

Substituindo-se (8) em (7), obtêm-se:<sup>(11)</sup>

$$\bar{G} = \frac{B}{C} \cdot K \cdot t^{(k-m-1)} \quad (9)$$

A taxa de nucleação para cada tempo de recozimento é avaliada com base nas duas equações seguintes:<sup>(11)</sup>

$$\dot{N}(t) = \frac{8B}{K_v \cdot P^3} \cdot \left[ \frac{\Gamma(k+1)}{\Gamma(3u+1) \cdot \Gamma(k-3u)} \right] \cdot t^{k-3u-1} \quad (10)$$

$$\dot{N}(t) = \frac{4C}{K_s \cdot P^2} \cdot \left[ \frac{\Gamma(m+1)}{\Gamma(2u+1) \cdot \Gamma(m-2u)} \right] \cdot t^{m-2u-1} \quad (11)$$

Finalmente, para fins de comparação, calcula-se para cada tempo de recozimento, a taxa de nucleação real:<sup>(11)</sup>

$$\dot{N}(t)_{real} = \dot{N}(t) \cdot (1 - X_v) \quad (12)$$

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

O aço em estudo foi fundido em um forno a indução, modelo Power Trak 250-10R, marca Inductotherm™. A fusão e o vazamento foram realizados a 1.558°C e 1.510°C respectivamente. A composição química do aço em estudo é apresentada na Tabela 1.

**Tabela 1.** Composição química do aço utilizado (% peso)

Elemento	C	Mn	Si	Al	Ni
Teor	0,06	25	2	3	1

A placa fundida foi aquecida a 1.100°C durante 2 h para homogeneização e resfriada em água. Em seguida, foi aquecida a temperatura de 1.100°C para laminação a quente em quatro passes iguais com 50% de redução total em sua espessura.

Para laminação a frio, usinou-se o material até o desaparecimento da carepa e, a partir daí, promoveu-se uma seqüência de sete passes de forma a ocorrer uma redução total em espessura de 45%. O resultado obtido foi uma tira de 7 mm de espessura.

A fim de se estudar a recristalização, o aço foi recozido na temperatura de 700°C, nos tempos de 10 s, 60 s, 100 s, 200 s, 500 s, 700 s, 1.000 s, 1.800 s, 3.600 s e 7.200 s e resfriado em água logo após o encharque.

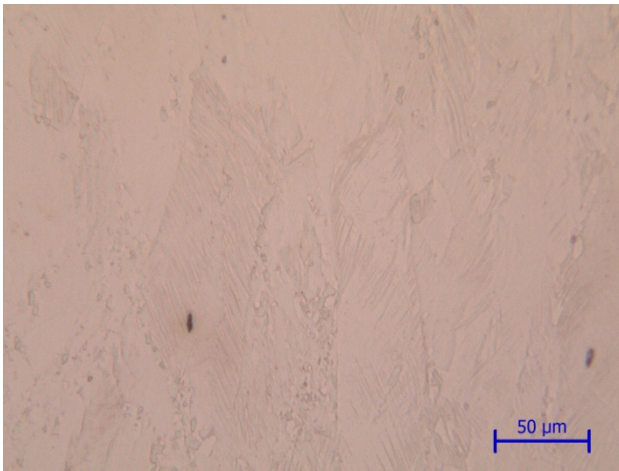
A análise metalográfica foi feita na seção longitudinal à direção de laminação, isto é, ao longo da espessura. A microestrutura das amostras recozidas foi caracterizada por microscopia óptica e eletrônica de varredura, após ataque químico com reativo nital 2%. Através da microscopia óptica foi avaliada a fração recristalizada pelo método da contagem por pontos. O número de contagens foi suficiente para se obter um erro absoluto menor que 5%. Por meio da microscopia eletrônica de varredura foi medido o tamanho do grão com auxílio do software Image Pro Plus®.

Para o ensaio de microdureza Vickers, utilizou-se o aparelho Leitz RZD-DO, com carga de 500 g. Foram realizadas 20 impressões em cada amostra.

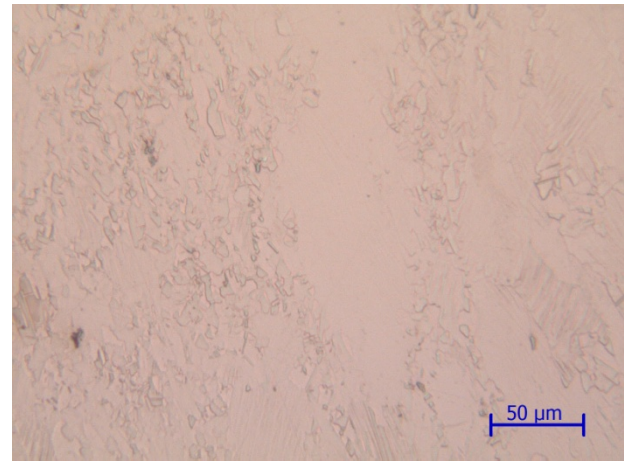
## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As Figuras 1 a 3 permitem acompanhar a evolução da recristalização de acordo com o tempo de recozimento, à temperatura fixa de 700°C.

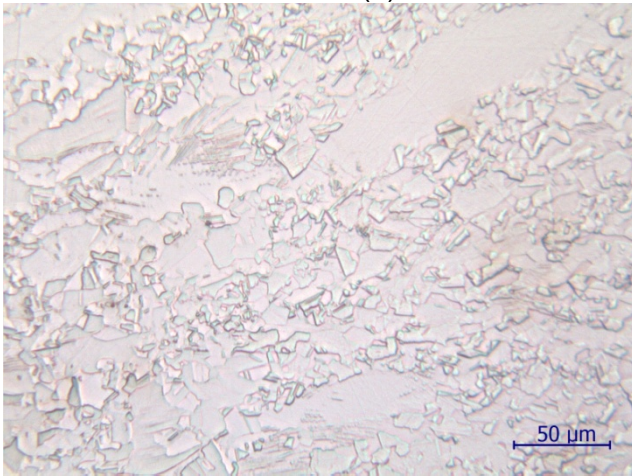




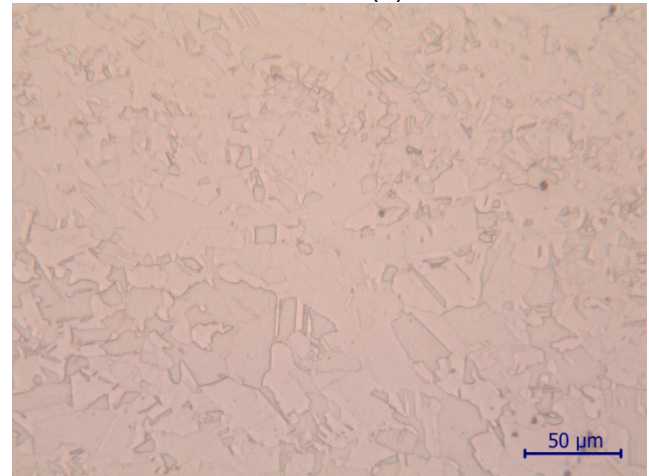
100 s – (a)



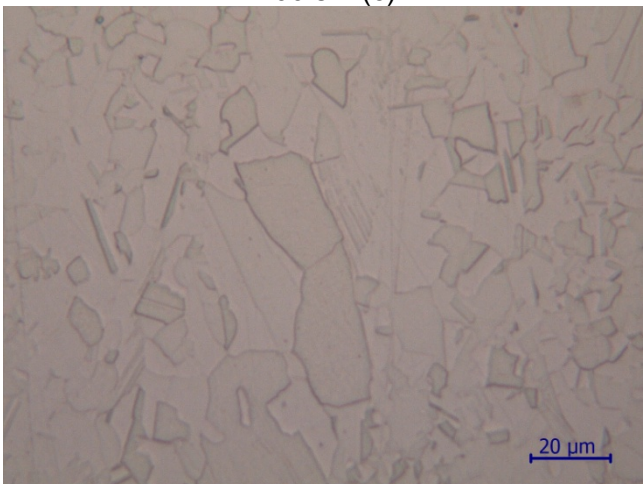
200 s – (b)



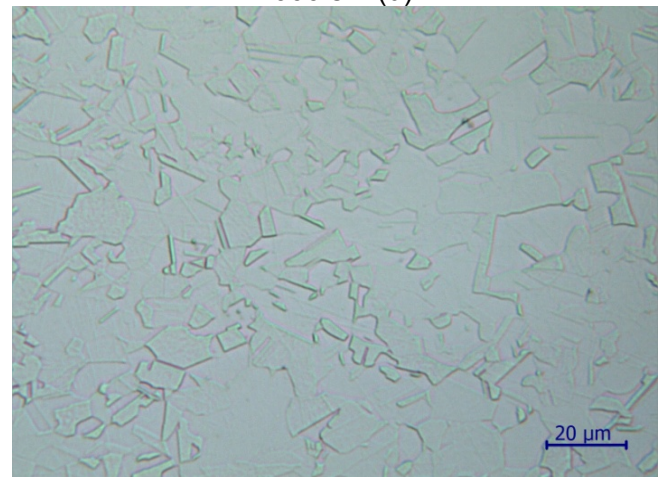
700 s – (c)



1000 s – (d)



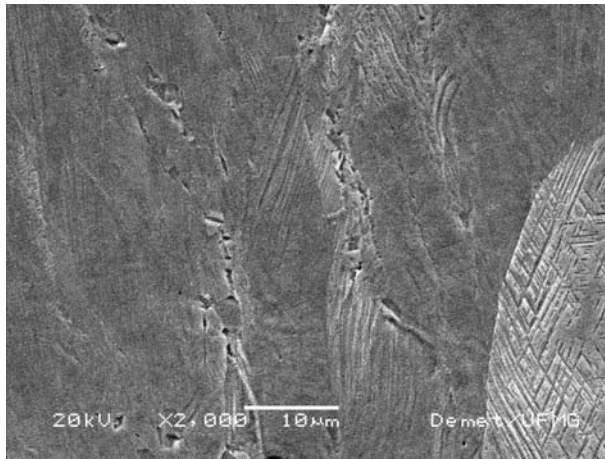
1800 s – (e)



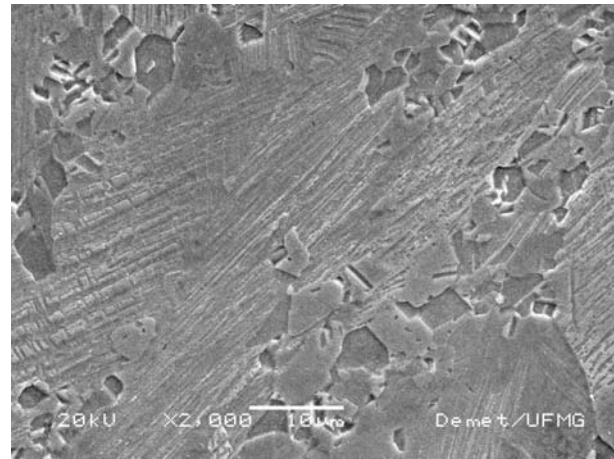
3600 s – (f)

**Figura 1.** Micrografias ópticas do aço TWIP recozido em diferentes tempos.

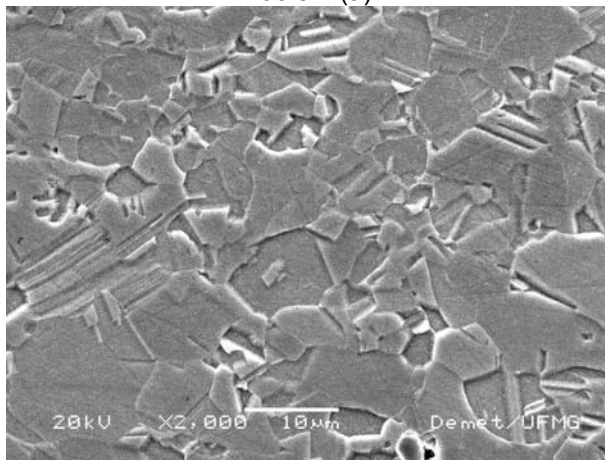




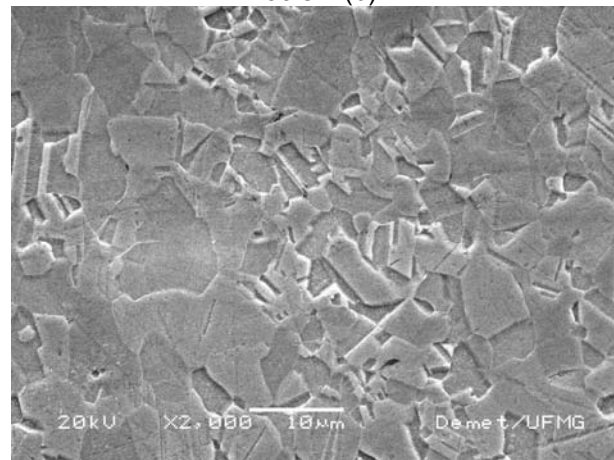
100 s – (a)



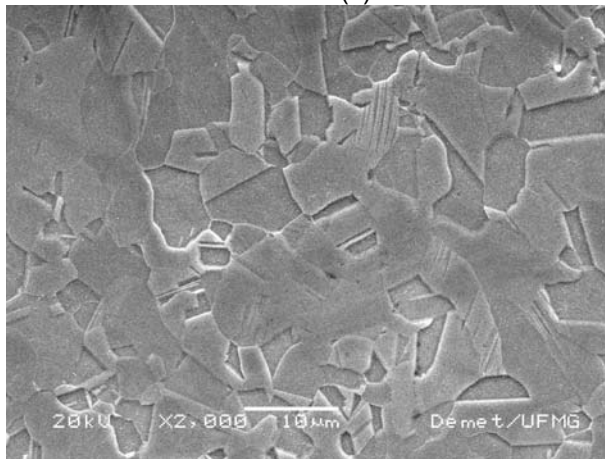
200 s – (b)



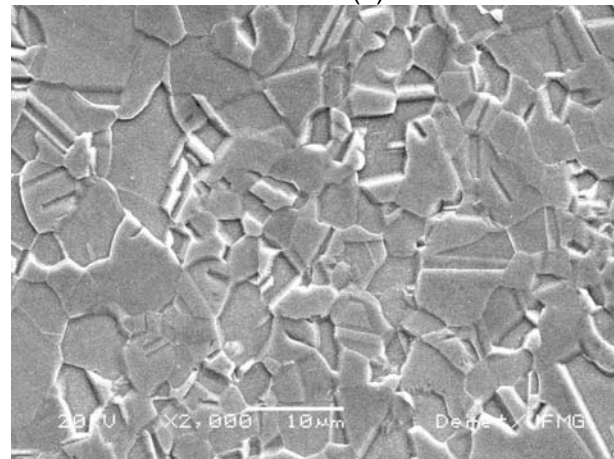
700 s – (c)



1800 s – (d)



3600 s – (e)



7200 s – (f)

**Figura 2.** Micrografias eletrônicas de varredura do aço TWIP recozido em diferentes tempos.

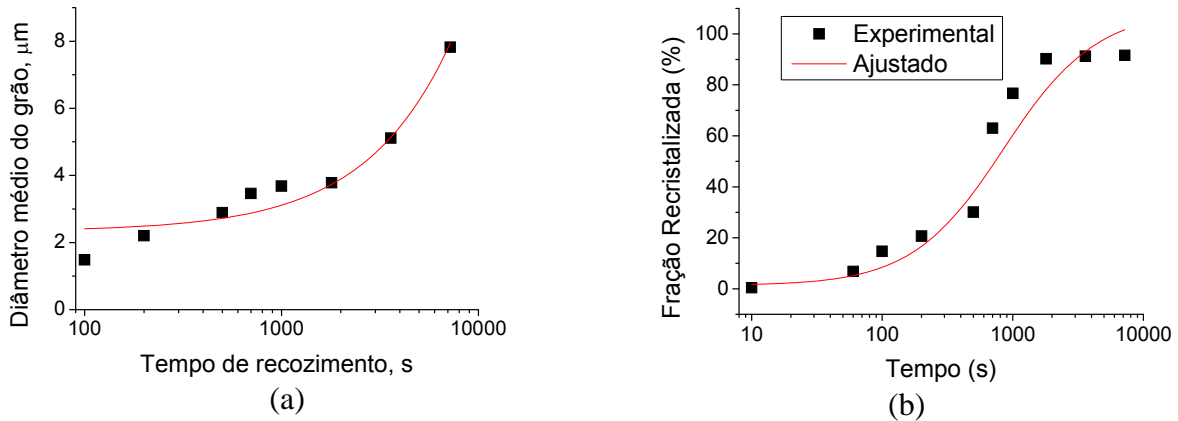


Figura 3. (a) Tamanho de grão e (b) fração recristalizada em função do tempo de recozimento.

A Figura 3b, fração recristalizada em função do tempo apresenta os valores experimentais e os ajustados de acordo com a equação 1.

Por meio da figura 4, pode-se fazer uma comparação entre o tamanho de grão e a fração recristalizada com o decorrer do tempo de recozimento. Verifica-se que a fração recristalizada atinge 50% com o tempo de cerca de 620 s. Após 1.800 s a recristalização é praticamente completa, atingindo o seu máximo a 7200 s. Esse fenômeno corrobora o fato do tamanho de grão ser praticamente constante durante os primeiros 1.800 s e somente após essa faixa ser observado efetivamente o crescimento de grão. Nesse caso, é necessário que a recristalização esteja completa para, então, haver o crescimento de grão.

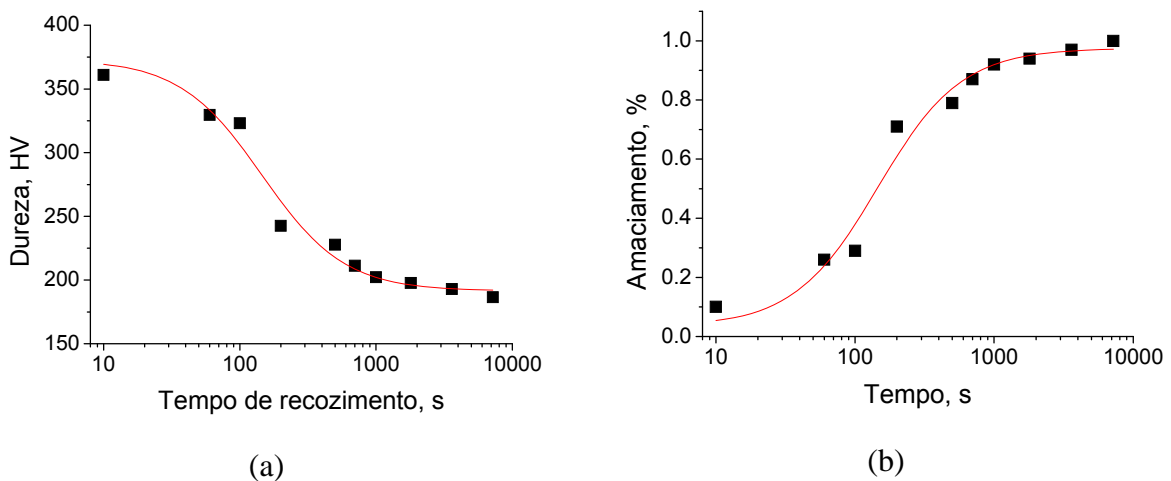


Figura 4. Dureza (a) e Amaciamento (b) em função do tempo de recozimento.

Observando-se os dados experimentais presentes na figura 4, nota-se que para a temperatura em que o experimento foi realizado, 700°C, há um decréscimo da microdureza HV, para tempos inferiores a aproximadamente 1.000 s. Após o referido tempo, é observado um comportamento praticamente constante para a microdureza. Também é possível observar que o material está 100% restaurado a 7.200 s (Figura 5b).

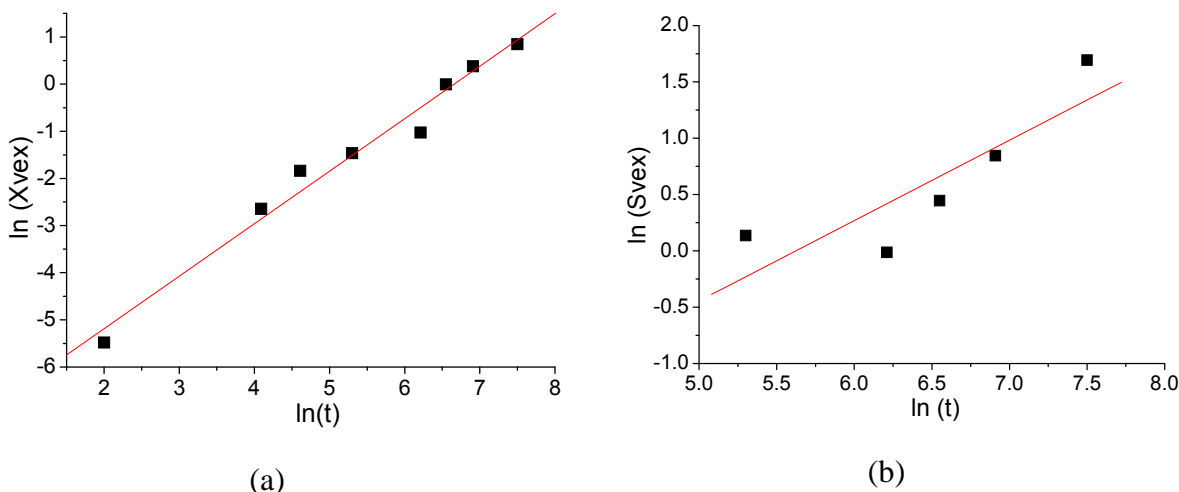


Figura 5. Curvas usadas para obtenção dos parâmetros k, B (a) m e c (b).

A fração recristalizada foi observada ao longo de cada tempo e efetuou-se o cálculo dos valores de  $\ln(\ln(1/(1-X_v)))$  e  $\ln(t)$ . O resultado está plotado na figura 5a. Para obtenção de uma reta que melhor se ajustasse, realizou-se uma regressão linear. Após o cálculo, encontrou-se os valores das constantes B e k da equação 1:  $k=1,11$  e  $B= 6,01 \times 10^{-4}$ . Quando  $k=1$ , a nucleação é homogênea. No entanto, essa condição difere da observada experimentalmente devido às hipóteses simplificadoras do modelo de JMAK, que considera, para a análise de um processo complexo como é a recristalização, somente os parâmetros  $X_v$  e  $X_{vex}$ .<sup>(9,13)</sup> Da mesma maneira foram calculados os parâmetros C e m através do ajuste da curva de  $\ln(S_{vex})$  em função de  $\ln(t)$  (Figura 6 b), obtendo-se  $m= 0,71$  e  $C=1,81 \times 10^{-2}$ .

Nota-se, também, que as curvas da Figura 5a,b não apresentam todos os tempos de recozimento. Foram suprimidos os pontos com tempos superiores à recristalização completa (Figuras 5a,b) e os pontos em que o material ainda estava muito encruado não foi possível medir o tamanho do grão (Figura 5b).

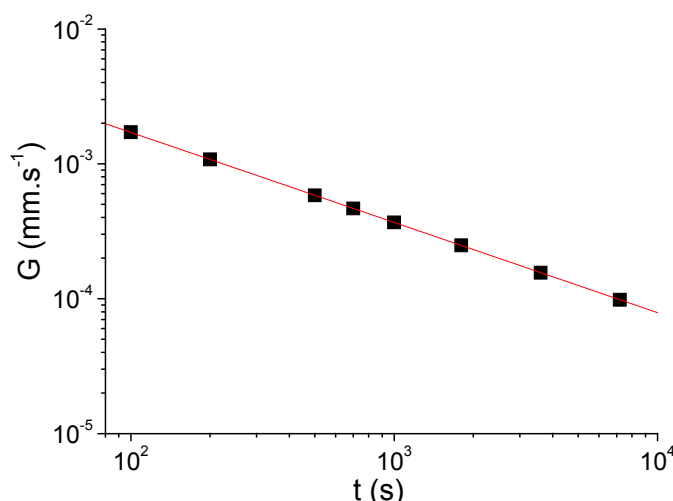
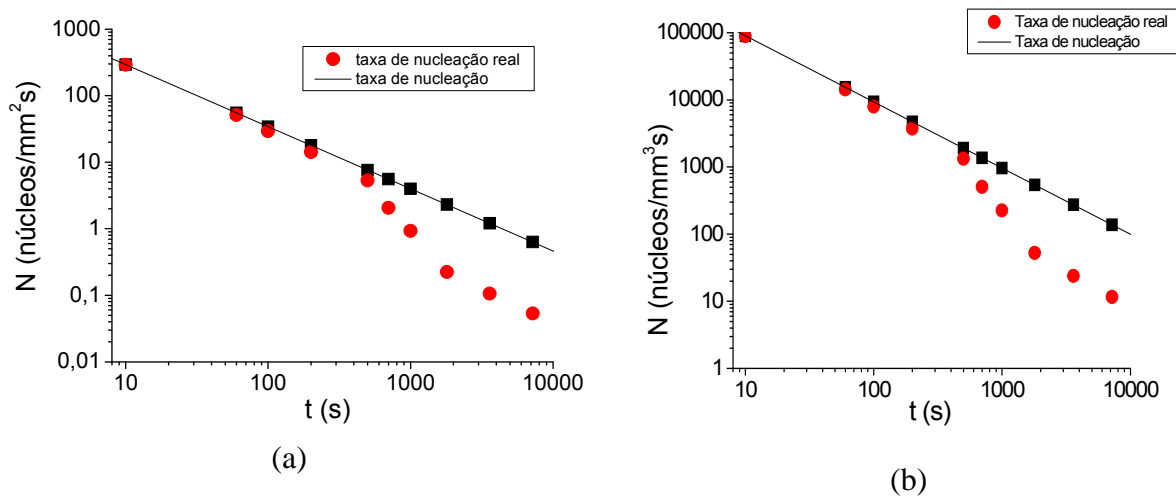


Figura 6. Velocidade de crescimento do grão em função do tempo de recozimento.

Na Figura 6 observa-se uma queda da velocidade de crescimento do grão com o avanço do tempo. Após a nucleação, os grãos crescem livremente até encontrarem outro núcleo também em crescimento (*impingement*).<sup>(8,13)</sup> O aumento



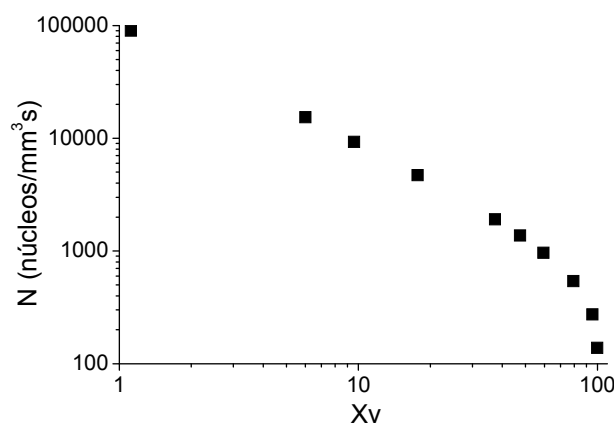
da fração recristalizada acentua esse efeito, diminuindo, assim, a velocidade de crescimento do grão com o incremento do tempo.<sup>(6,11)</sup>



**Figura 7.** Taxa de nucleação por área (a) e por volume (b) em função do tempo de recozimento.

A partir dos parâmetros encontrados nas equações 10 e 11 foi possível determinar a taxa de nucleação por área e por volume para cada tempo de recozimento (Figuras 7a e 7b). Para completar, calculou-se a taxa de nucleação real pela equação 12.

No início da recristalização a taxa de nucleação ( $\dot{N}(t)$ ) é muito próxima da real. Quando a fração recristalizada aumenta significativamente, observa-se um distanciamento entre  $\dot{N}(t)$  e a taxa de nucleação real.



**Figura 8.** Taxa de nucleação em função da fração recristalizada.

Sabe-se que a fração recristalizada aumenta com o tempo, portanto haverá menos sítios disponíveis para a nucleação,<sup>(9,10)</sup> levando ao decréscimo na taxa de nucleação, conforme observado na Figura 8.

## 4 CONCLUSÕES

Observou-se uma microestrutura totalmente recristalizada após 7.200 s a 700°C. Atingiu-se uma fração recristalizada de 50% em, aproximadamente, 700 s. Após 3600 s atingiu-se 95% da fração recristalizada.

Com base no modelo JMAK foram determinadas as constantes do material e pode-se concluir que essas descrevem com limitações a recristalização do aço estudado, porém permitem uma abordagem significativa de quantificação do processo.

Verificou-se que com o aumento do tempo de recozimento, a fração recristalizada aumenta, enquanto as taxas de crescimento e nucleação diminuem, em concordância com os resultados encontrados para aços carbono.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPEMIG, processo número TEC APQ-3318-5.07/07 e ao CNPq, processo número 476377/2007-2, pelo apoio financeiro à execução desta pesquisa e concessão de bolsas de pesquisa aos autores.

## REFERÊNCIAS

- 1 FROMMEYER, G.; BRÜX, U.; NEUMANN, P. Supra-Ductile and High-Strength Manganese-TRIP/TWIP Steels for High Energy Absorption Purposes. *ISIJ International*, v. 43, n. 3, p. 438–446, 2003.
- 2 VERCAMMEN, S.; BLANPAIN, B.; DECOOMAN, B.C.; WOLLANTS, P. Cold rolling behavior of an austenitic Fe–30Mn–3Al–3Si TWIP-steel: the importance of deformation twinning, *Acta Materialia*, v. 52, p. 2005–2012, 2004.
- 3 SCOTT, C.; ALLAIN, S.; FARAL, M.; GUELTON, N. The development of a new Fe-Mn-C austenitic steel for automotive applications. *Revue de Metallurgie*, n. 6, p. 293-302, 2006.
- 4 REED-HILL, R. E. *Physical Metallurgy Principles*. 3<sup>rd</sup> ed., PWS publishing company, p. 926, 1991.
- 5 GRASSEL, O.; FROMMEYER, G.; DERDER, C.; HOFMANN, H. Phase Transformation and Mechanical Properties of Fe–Mn–Si–Al TRIP-steels. *Journal of Physique IV*, v. C5, p. 383–388, 1997.
- 6 RIOS, P.R.; JUNIOR, F. S.; SANDIN, H. R.Z.; PLAUT, R. L.; PADILHA, A. F. Nucleation and Growth during Recrystallization. *Materials Research*, v. 8, n. 3, p. 225-238, 2005
- 7 DUARTE, D.M.; RIBEIRO, E.A.S.; SANTOS, D.B. Características do encruamento do aço TWIP laminado a frio e recozido. *Seminário de Laminação, Processos e Produtos Laminados e Revestidos*, 46<sup>o</sup>, 2009, Santos, SP. p. 1-9
- 8 OYARZÁBAL, M., MARTINEZ-DE-GUERENU, A., GUTIÉRREZ, I. Effect of stored energy and recovery on the overall recrystallization kinetics of a cold rolled low carbon steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 485, p. 200-209, 2008.
- 9 CHRISTIAN, J.W. *The theory of transformations in metals and alloys*. 3<sup>rd</sup> ed., Elsevier Science, part1, p.20-21, 2002.
- 10 HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2 ed, Editora Elsevier, 2004.
- 11 ORSETTI ROSSI, P. L., SELLARS, C. M. Quantitative metallography of recrystallization. *Acta Materialia*, v. 45, n.1, p. 137-148, 1997.
- 12 RUSS, J. C.; DEHOFF, R. T. *Practical Stereology*, 2 ed, Editora Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000.
- 13 SILVA FILHO, M. C., LINS, J. F. C., RIOS, P. R., BOTT, I. S., BALDAM, C. A. Estudo da recristalização de um aço microligado processado via ARB. *Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração*, São Paulo, v.6, n.2, p.113-118, 2009.