



CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO EM AÇOS CARBONO-MANGANÊS¹

Fagner Ricardo Oliveira Verneck²

Priscila Rodrigues³

Marcos Flávio de Campos⁴

Resumo

Os efeitos de laminação e recristalização sobre a microestrutura de dois aços de diferente, mas semelhante, composição química foram investigados. Ambos os aços são do tipo carbono manganês, porém um deles apresenta 0.03% Nb enquanto que o outro não tem adição de Nb. Esses aços foram laminados a frio com percentual de redução 10%, 30% e 50%. Os aços passaram por um tratamento térmico de recozimento nas temperaturas de 700°C e 750°C com tempos de recozimento utilizados de 10 minutos, 20 minutos e 30 minutos num primeiro tratamento térmico e posteriormente, na temperatura de 750°C foi realizado um segundo tratamento térmico para os aços com 50% de deformação com tempos de 60 minutos, 90 minutos e 120 minutos. A cinética de recristalização foi discutida com o modelo JMAK. No caso do aço 2 a cinética prevista pela teoria JMAK não é obedecida plenamente, possivelmente por se tratar de nucleação heterogênea seguida de ancoramento de contornos em precipitados contendo Nb.

Palavras-chave: Laminação a frio; Recozimento; Aço carbono manganês; Recristalização.

RECRISTALLIZATION KINETICS IN CARBON-MANGANESE STEELS

Abstract

The effects of rolling and recrystallization on the microstructure of two steels, with similar, but different, chemical composition were investigated. Both steels are of the carbon manganese type, but one of them has 0.03% Nb while the other doesn't have any addition of Nb. These steels were cold rolled with 10, 30 and 50 percent reduction. The steels underwent a heat treatment by annealing at 700 °C and 750 °C with annealing times of 10, 20 and 30 minutes for a first heat treatment. A second heat treatment was done at the temperature of 750 °C for steels with 50% deformation, now during longer times: 60, 90 and 120 minutes. The kinetics of recrystallization has been discussed with the JMAK model. In the case of steel 2, the kinetics predicted by the JMAK theory is not plentifully observed, and this is possibly due to heterogeneous nucleation followed by pinning of grain boundaries in Nb-containing precipitates.

Key words: Cold rolling; Annealing; Carbon-manganese steel; Recrystallization.

¹ Contribuição técnica ao 65° Congresso Anual da ABM, 26 a 30 de julho de 2010, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Aluno do Curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica – Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda, Universidade Federal Fluminense. Engenheiro da ArcelorMittal - fagnerverneck@yahoo.com.br, fagner.verneck@arcelormittal.com

³ Aluna do Curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica – Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda, Universidade Federal Fluminense

⁴ Professor Adjunto do Curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica – Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta Redonda, Universidade Federal Fluminense



1 INTRODUÇÃO

A avaliação da cinética da recristalização pode contribuir para melhorar a qualidade dos aços laminados a frio que são produzidos industrialmente, aprimorando assim as práticas de produção do aço e elevando suas propriedades. O conhecimento da cinética de recristalização possibilita o ajuste das variáveis controladas do processo podendo levar a menores custos de produção.

A recristalização ocorre quando um material é previamente deformado plasticamente a uma temperatura relativamente baixa e posteriormente aquecido. O material deformado possui excesso de energia livre resultante de uma alta densidade de discordâncias e defeitos pontuais produzidos pela deformação plástica.⁽¹⁾ Essa energia é denominada energia armazenada na deformação.

Na laminação controlada, busca-se cada vez mais obter grãos ultrafinos, uma vez que o refino de grão é o único meio conhecido que aumenta a resistência e tenacidade do aço ao mesmo tempo.⁽²⁾ O tamanho dos grãos num material policristalino influencia nas propriedades mecânicas, pois os contornos de grãos agem como uma barreira ao movimento das discordâncias, quanto menor o grão, maior a resistência do aço.⁽³⁾

No presente trabalho, estudou-se a cinética de recristalização de dois aços carbono manganês, sendo o segundo, um aço microligado ao nióbio. O nióbio costuma ser a primeira escolha em aços microligados, uma vez que ele aumenta a resistência predominantemente através do refino de grão, enquanto que em outras ligas o mecanismo de endurecimento por precipitação tem uma extensão maior como o caso do titânio ou totalmente como o vanádio. Para obter a mesma resistência que o nióbio produz, é necessário maiores teores de titânio ou vanádio. Conforme Hulka,⁽⁴⁾ o nióbio retarda a recristalização da austenita durante a laminação a quente no passe final do trem de acabamento e, portanto, prepara mais núcleos para a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ resultando em um tamanho de grão mais fino.

O objetivo do trabalho foi analisar e comparar o comportamento e a microestrutura de cada aço estudado após passarem por determinados percentuais de redução a frio e determinadas temperaturas de recozimento com variados tempos. Com auxílio de técnicas metalográficas como microscopia óptica (MO) foram determinados as frações recristalizadas, o tamanho médio de grão e a microdureza Vickers para os aços estudados de acordo com os experimentos realizados.

O estudo da cinética de recristalização foi analisado comparando com o modelo de Johnson–Mehl–Avrami–Kolmogorov (JMAK) que de acordo com este modelo, a fração recristalizada x do material pode ser determinada pela seguinte equação:

$$x = 1 - \exp(-Kt^n) \quad (\text{Eq. 1})$$

$$\text{onde } K = \gamma \exp(-E/kT) \quad (\text{Eq. 2})$$

sendo γ , E , t e n fator de frequência, energia de ativação efetiva, tempo de recozimento e expoente de Avrami respectivamente.⁽⁵⁾ k é a constante de Boltzmann.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

As amostras de bobinas laminadas a quente do aço carbono manganês e do aço carbono manganês microligado ao nióbio que foram utilizadas para o presente estudo foram fornecidas pela ArcelorMittal Tubarão. A Tabela 1 apresenta as composições químicas dos aços laminados.

Tabela 1 – Composições químicas das mostras de aço fornecidas pela ArcelorMittal Tubarão

Elementos Químicos	Aço 1	Aço 2
C	0,12	0,08
Mn	0,83	0,99
Nb	-	0,03
N	0,0031	0,0039
Al	0,04	0,03

2.2 Métodos

2.2.1 Preparação dos corpos de prova

Os corpos de prova na forma de esboço que foram obtidos do trem de saída do laminador de tiras a quente foram seccionados nas dimensões de 5 mm x 50 mm x 300mm (espessura x largura x comprimento).

As amostras foram laminadas a frio no Instituto de Pesquisas Tecnologias IPT onde foram aplicados para cada tipo de aço os percentuais de redução de 10%, 30% e 50%.

Após o processo de laminação a frio os corpos de prova foram seccionados nas dimensões (30 mm de comprimento (DL) x 25 mm de largura (DT)), em seguida foram colocados dois corpos de prova para cada temperatura em uma caixa contendo limalhas de ferro para que não ocorra descarbonetação. Foi utilizado um termopar para fazer o controle prévio da temperatura dentro do forno. As temperaturas de recozimento utilizadas foram de 700°C e 750°C e encharque com variação de 10 minutos, 20 minutos e 30 minutos. Um segundo tratamento térmico foi realizado apenas para o percentual de 50% de deformação na temperatura de 750°C, porém, com tempo de encharque de 60 minutos, 90 minutos e 120 minutos.

As amostras foram preparadas de acordo com técnicas metalográficas utilizadas para análises em Microscopia Óptica.

A quantificação da fração recristalizada foi feita pelo método visual e ou por ponto (Vv), que apresenta um valor aproximado do percentual da área recristalizada na microestrutura.

A avaliação do tamanho médio de grão (TG) foi feita pelo Método Planimétrico (Jeffies). Devido a heterogeneidade na distribuição do tamanho médio de grão foram feitas 3 medições em cada micrografia analisada. Também o TG ASTM foi obtido por meio de tabelas encontradas na norma E 112 ASTM.

Foi realizada a análise da microdureza Vickers das amostras de cada experimento realizado com a realização mínima de cinco medidas por amostra.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As Figuras 1a e 1b, ilustram a microestrutura das amostras do aço 1 e aço 2 respectivamente como recebidas, sem terem sido deformadas a frio. A grande diferença entre os aços 1 e 2 é a presença de Nb no aço 2, o que faz com que esse aço tenha tamanho de grão bem menor.

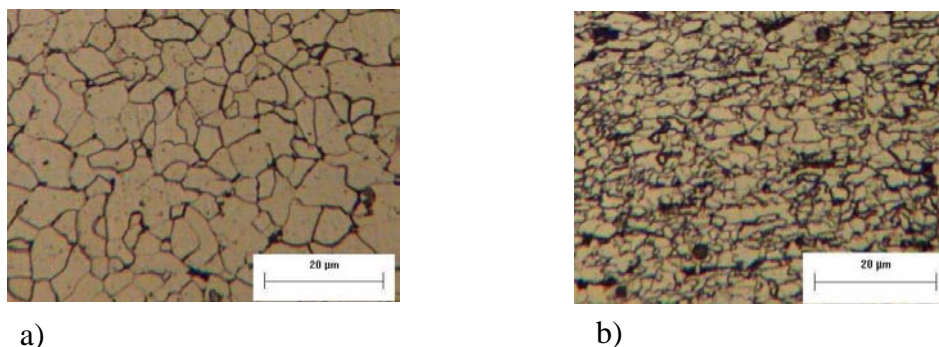


Figura 1 - Microestruturas do aço 1 e aço 2 como recebidas obtida por microscopia Ótica: (a) Aço 1. (b) Aço 2. . Aumento 200x. Nital 3%.

A microdureza dos aços na condição como recebida é apresentada na Tabela 2 a seguir.

Tabela 2 – Média, desvio-padrão e erro dos valores encontrados para a microdureza Vickers dos aços 1 e 2 como recebida

	Aço 1	Aço 2
Média	116	197
Desvio Padrão	3	13
Erro	3	12

As Figuras 2a, 2b e 2c, ilustram a microestrutura das amostras do aço 1 para cada grau de deformação aplicado sem tratamento térmico e as Figuras 2d, 2e e 2f, ilustram a microestrutura das amostras do aço 2 nas mesmas condições.

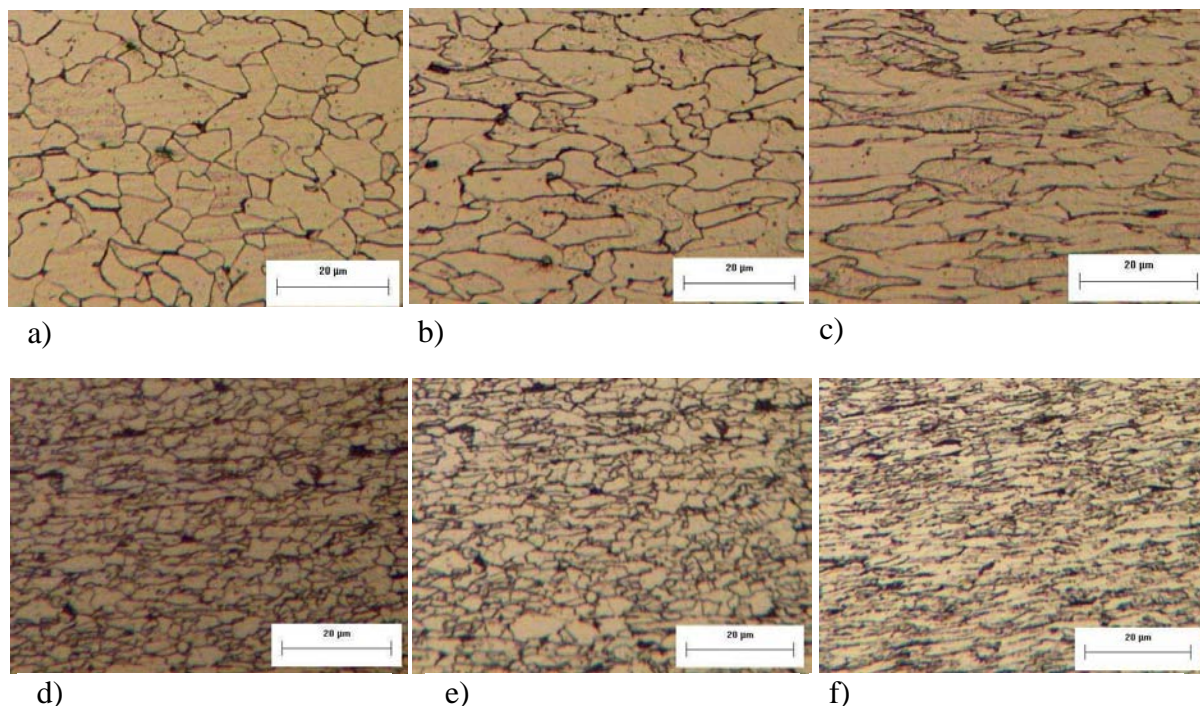


Figura 2 - Microestruturas dos aços 1 e 2 após deformação sem realização de tratamento térmico obtida por microscopia Ótica: (a) Aço 1 com 10% de redução. (b) Aço 1 com 30% de redução. (c) Aço 1 com 50% de redução. (d) Aço 2 com 10% de redução. (e) Aço 2 com 30% de redução. (f) Aço 2 com 50% de redução. Aumento 200x. Nital 3%.

Podemos observar nas Figuras 2a e 2d que para a redução de 10% os grãos ainda apresentam forma próxima à equiaxial. Para 30% de deformação podemos observar nas Figuras 2b e 2e claramente que os grãos estão mais alongados. Para a condição de 50% de deformação, os grãos ainda mais alongados.

A Tabela 3 apresenta a dureza dos aços 1 e 2 respectivamente na condição de deformado em 10%, 30% e 50% sem tratamento térmico posterior.

Tabela 3 – Média, desvio-padrão e erro dos valores encontrados para a microdureza Vickers dos aços 1 e 2 deformados com 10%, 20% e 30%

	Aço 1 - 10%	Aço 1 - 30%	Aço 1 - 50%	Aço 2 - 10%	Aço 2 - 30%	Aço 2 - 50%
Média	144	170	206	244	258	290
Desvio Padrão	4	5	5	15	16	22
Erro	4	4	4	13	14	19

Como era esperado, podemos observar claramente que à medida que se aplica os percentuais de redução nos materiais, os mesmos encruam aumentando assim a resistência a deformação requerendo uma tensão maior para continuar o deslizamento das discordâncias. A deformação em cada grão deve ser ajustada com seus grãos vizinhos sendo que esse ajuste é realizado por deslizamento múltiplo dos contornos de grãos o que leva a altas taxas de encruamento.⁽⁶⁾

A seguir, apresentamos na Figura 3 as micrografias dos aços 1 e 2 deformados em 50% e recozidos na temperatura de 750°C.

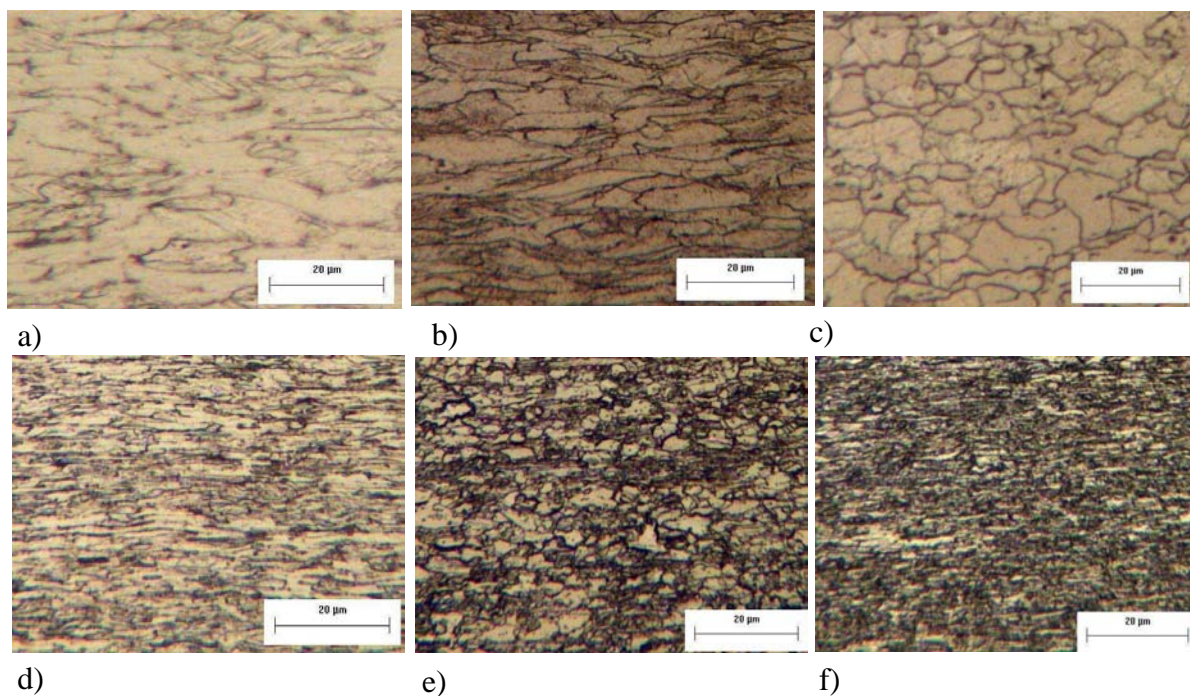


Figura 3 - Microestruturas dos aços 1 e 2 após deformação com realização de tratamento térmico a 750°C obtida por microscopia Ótica: (a) Aço 1 com 50% de redução, 10 minutos. (b) aço 1 com 50% de redução, 20 minutos. (c) Aço 1 com 50% de redução, 30 minutos. (d) Aço 2 com 50% de redução, 10 minutos. (e) Aço 2 com 50% de redução, 20 minutos. (f) Aço 2 com 50% de redução, 30 minutos. Aumento 200x. Nital 3%.

Podemos observar nas Figuras 3a e 3d que para o tempo praticado de 10 minutos, que é um tempo baixo de recozimento, somente uma pequena fração de grãos deformados se recristalizou, ainda podemos observar muitos grãos com aspecto alongado. Para 20 minutos de recozimento, a fração recristalizada aumentou, mas ainda apresenta grãos deformados. Para 30 minutos de recozimento, observa-se uma maior fração recristalizada, porém, não completamente, ainda era necessário um tempo de permanência maior para que ocorresse 100% de recristalização.

Um novo tratamento térmico foi realizado para as amostras com 50% de deformação. Essas amostras foram recozidas a 750°C com tempo de permanência de 60 minutos, 90 minutos e 120 minutos. Neste caso, observamos nitidamente crescimento de grão, comprovando que o material se recristalizou completamente pouco antes de 60 minutos de permanência no forno a 750°C. Os valores (em µm) do tamanho de grão são apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 – Média, desvio-padrão e erro dos valores encontrados para o tamanho de grão dos aços 1 e 2 recozidos na temperatura de 750°C com tempo de 60 minutos, 90 minutos e 120 minutos. Valores apresentados em micrometros (µm)

	Aço 1 - 60	Aço 1 - 90	Aço 1 - 120	Aço 2 - 60	Aço 2 - 90	Aço 2 - 120
Média	16	16	21	11	13	14
Desvio Padrão	1	2	3	1	1	2
Erro	1	1	3	1	1	1



A seguir, nas Figuras 4 e 5, apresentamos as figuras da cinética de recristalização para os aços 1 e 2 com 50% de deformação recozidos a 700°C e 750°C com tempo de permanência de 10 minutos, 20 minutos e 30 minutos.

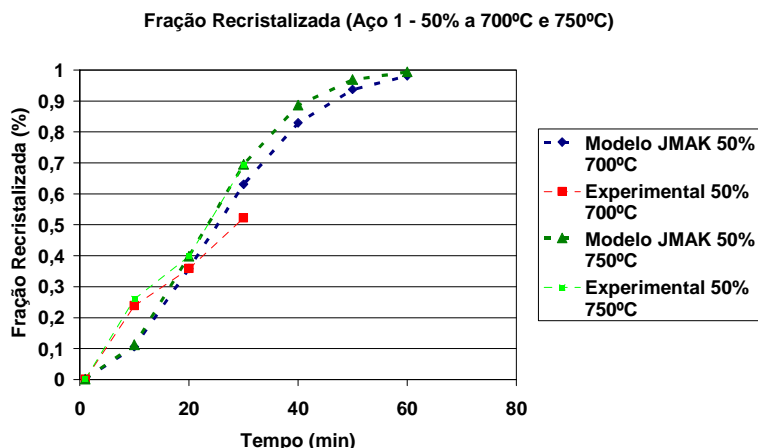


Figura 4 – Curvas experimentais e do modelo JMAK da cinética de recristalização do aço 1 com 50% de deformação recozido na temperatura de 700°C e 750°C com tempo de permanência de 10 minutos, 20 minutos e 30 minutos.

Tabela 5 – Constantes n e k ajustadas do modelo de JMAK ajustados para o aço 1 a 700°C e 750°C

	Aço 1 - 700°C	Aço 1 - 750°C
n	1,99	2,10
k	0,00113	0,00095

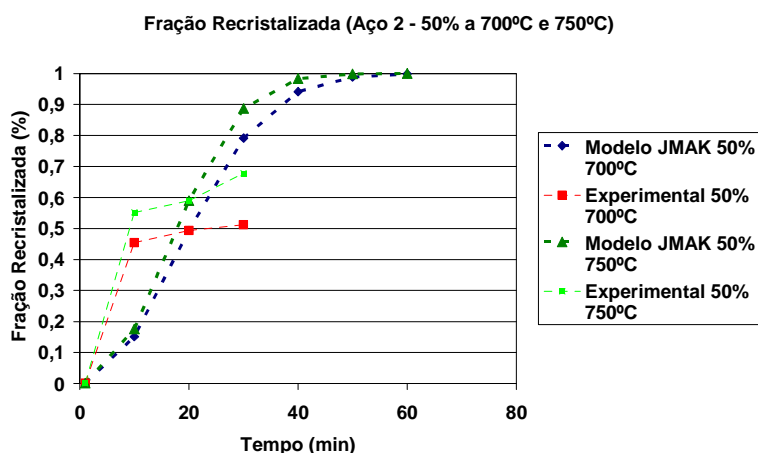


Figura 5 – Curvas experimentais e do modelo JMAK da cinética de recristalização do aço 2 com 50% de deformação recozido na temperatura de 700°C e 750°C com tempo de permanência de 10 minutos, 20 minutos e 30 minutos.

Tabela 6 – Constantes n e k ajustadas do modelo de JMAK ajustados para o aço 2 a 700°C e 750°C

	Aço 2 - 700°C	Aço 2 - 750°C
n	2,06	2,21
k	0,00145	0,00121

A seguir, nas as tabelas 7 e 8 são apresentados os resultados de microdureza $x \log t$ para os aços 1 e 2 com 50% de deformação e recozido nos tempos de 10 minutos, 20 minutos, 30 minutos, 60 minutos, 90 minutos e 120 minutos na temperatura de 750°C.

**Tabela 7** – Média, desvio-padrão e erro dos valores encontrados para a microdureza Vickers do aço 1 deformado com 50 % e recozido a 750°C.

Aço 1	10 min	20 min	30 min	60 min	90 min	120 min
Média	241	233	178	137	137	132
Desvio Padrão	12	8	8	12	9	4
Erro	10	7	7	11	8	4

Tabela 8 – Média, desvio-padrão e erro dos valores encontrados para a microdureza Vickers do aço 2 deformado com 50 % e recozido a 750°C.

Aço 2	10 min	20 min	30 min	60 min	90 min	120 min
Média	299	288	194	199	209	217
Desvio Padrão	8	9	5	7	11	12
Erro	7	8	5	6	10	11

4 DISCUSSÃO

A microdureza dos aços apresentada na Tabela 3 está coerente com os procedimentos experimentais pelo quais os materiais foram submetidos: a medida que foi aumentando o percentual de deformação, maior se tornou a dureza dos aços, resultado observado em muitos outros estudos.⁽⁷⁾ Esse resultado indica que a energia armazenada na deformação continua aumentando quando maior grau de redução é aplicado. A microdureza relaciona-se diretamente à energia armazenada na deformação.^(8,9)

Com base na Figura 4, podemos observar que a fração recristalizada experimental pode ser descrita pelo modelo JMAK, para a temperatura de 750°C, sendo que apenas para o tempo de 10 minutos a fração recristalizada experimental apresentou um valor acima do ajuste pelo modelo. Para esse experimento, o valor de n foi de 2,10 e K foi de $9,5 \times 10^{-4}$. Para a temperatura de 700°C no tempo de 10 minutos, o valor encontrado experimentalmente foi acima do ajustado pelo modelo e para 30 minutos foi abaixo. O valor de n para esse caso foi de 1,99 e K foi de $11,3 \times 10^{-4}$. Ficou evidenciado na figura 4 que tanto para os valores experimentais quanto para modelo, a cinética de recristalização foi mais rápida para a temperatura maior.

Analisando a Figura 5, observamos que para ambas temperaturas, os valores encontrados experimentalmente para a fração recristalizada nos pontos de 10 minutos e 30 minutos foram superiores e inferiores respectivamente do que prevê o modelo. Fica também evidenciado que para maiores temperaturas, mais rápido será a cinética de recristalização. Nesse caso, para a temperatura de 700°C, o valor de n foi de 2,06 e K foi de $14,5 \times 10^{-4}$. Para a temperatura de 750°C, o valor de n foi de 2,21 e k foi de $12,1 \times 10^{-4}$.

Conforme Magnusson et al.,⁽¹⁰⁾ a taxa de crescimento dos grãos decresce à medida que o material vai sendo recristalizado, e isso pode estar associado a falta de homogeneidade da energia armazenada na matriz deformada ou pela ocorrência da recuperação simultânea. Quando a força motriz decresce, a velocidade de migração dos contornos de grãos também decresce. Outra explicação pode ser devido a textura, ou seja, a orientação cristalina dos novos grãos em relação à matriz deformada. A diferença de orientação entre novos grãos e a matriz deformada influencia a mobilidade de contornos.

Segundo Ye *et al.*,⁽¹¹⁾ o modelo JMAK assume que os núcleos são formados a uma taxa constante N e que os grãos crescem a uma taxa linear, porém, em processos de recristalização reais, os novos grãos eventualmente se chocam uns com outros e a taxa de recristalização decresce. Assim, algumas das suposições feitas para o modelo JMAK não se aplicam em processos de recristalização real.

No caso do aço 2 talvez não seja obedecida plenamente JMAK por se tratar de nucleação heterogênea seguida de ancoramento de contornos. Em um primeiro momento, a maior quantidade de precipitados (e também de contornos de grão), causada pelo maior teor de Nb, levaria a uma maior nucleação. Em um segundo momento esses mesmos precipitados atuariam bloqueando a movimentação de contornos e atrasando a cinética do processo.

As Tabelas 7 e 8 mostram um decréscimo da dureza dos aços à medida que se aumenta o tempo de tratamento térmico até este valor chegar em um patamar (em $t \sim 60$ min), confirmando a previsão de tempo de recristalização da curva JMAK apresentada nas figuras 4 e 5. Portanto, para $t=60$ min a recristalização primária já está completa e tem início crescimento de grão, vide o aumento do tamanho de grão para os tempos de 60 minutos, 90 minutos e 120 minutos apresentado na tabela 4.

5 CONCLUSÕES

Devido a presença de nióbio no aço 2, o mesmo apresenta um refino de grão o que leva a uma maior dureza comparada ao aço 1, o qual não contém nióbio em sua composição química.

A curva da cinética de recristalização foi mais rápida para a temperatura de 750°C comparada com a temperatura de 700°C . A curva do modelo JMAK se ajustou melhor para o aço 1. É possível que, no caso do aço 2, a teoria JMAK não se aplique plenamente por se tratar de caso onde ocorre em um primeiro momento nucleação heterogênea em precipitados e contornos de grão, seguida de ancoramento de contornos em precipitados.

A partir de $t=60$ min, foi observado o crescimento dos grãos, uma vez que para os tempos praticados neste segundo tratamento, os materiais já haviam recristalizado completamente. A teoria JMAK permitiu prever com acerto o tempo necessário para completar a recristalização primária.

Agradecimentos

Os autores agradecem à ArcelorMittal Tubarão (Jose Augusto dos Santos Servino, Elisabeth Demonier da Silva Dona, Ricardo Porto, Rogério Paim Dias, Yukio Nishida, Luciana Xavier da Cruz e Sueli Bazoni dos Santos Pereira) pelo fornecimento de materiais para a execução deste trabalho, agradecem a Luiz Carlos de Andrade Vieira e Prof.^a Andersan dos Santos Paula pela realização do tratamento térmico e esclarecimentos teóricos, agradecem também ao IPT (Sandra Munarim e Prof. Marcelo Gonçalves) pela realização da laminação a Frio. MF de Campos agradece ao CNPq proc. 306925/2009-5.

REFERÊNCIAS

- 1 PADILHA, A. F.; JUNIOR, F. S. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura, 2. ed. São Paulo: ABM, 1996.
- 2 LAN, H. F.; LIU, W. J.; LIU, X. H. Ultrafine ferrite grains produced by tempering cold-rolled martensite in low carbon and microalloyed steels, *ISIJ International*, v. 47, n.11, p. 1652–1657, 2007.
- 3 CALLISTER, W, *Materials science and engineering, An introduction*, New York: Jonh Wiley and Sons, Inc, 1991.
- 4 HULKA, K. The role of Niobium in multi-phase steel, Niobium products company GmbH, steinstrasse 28, D-40210 Düsseldorf, Germany. Disponível em: <http://www.cbmm.com.br/portug/sources/techlib/report/novos/pdfs/the_role2.pdf Acesso em: 10 dec. 2009.
- 5 PROKHOROV, E.; TRAPAGÁ. G.; HERNÁNDEZ, J. G. Isothermal phase transformation kinetics in stoichiometric and eutectic Ge:Sb:Te films, 2009. Disponível em: <http://iopscience.iop.org/1742-6596/144/1/012089/pdf/1742-6596_144_1_012089.pdf Acesso em: 04 jan. 2010.
- 6 CHAWLA, K.; MEYERS, M. *Mechanical behavior of materials*, Sao Paulo: Edgard Blucher, 1982.
- 7 LANDGRAF, F. J. G.; CASTRO, N. A.; FALLEIROS, I. G.S.; YONAMINE, T.; CAMPOS, M. F. de. Efeito do recozimento na microestrutura de aços elétricos semi-processados, In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 60, 2005, Belo Horizonte, MG, p. 1707-1714.
- 8 HAZRA, S. S.; GAZDER, A. A.; PERELOMA, E. V. Stored energy of a severely deformed interstitial free steel, *Materials science and engineering*: v. 524, Issues 1-2, , p. 158-167, oct 2009.
- 9 KAZEMINEZHAD, M. Relationship between the stored energy and indentation hardness of copper after compression test: models and measurements, p. 3500–3504, 2008.
- 10 MAGNUSSON, H.; JENSEN, D. J.; HUTCHINSSON, B. growth rates for different texture components during recrystallization of IF steel, *Scripta Mmaterialia*, v. 44, Issue 3, p. 435-441, 2001.
- 11 YE, W.; GALL, R. L.; SAINDRENAN, G. A study of the recrystallization of an IF steel by kinetics models, *Materials science and engineering A332* p. 41–46, 2002.