

# EFEITO DA ADIÇÃO DE TI NA CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO DINÂMICA DE AÇOS LIVRES DE INTERSTICIAIS<sup>1</sup>

Roney Eduardo Lino<sup>2</sup>  
Ronaldo Barbosa<sup>3</sup>

## Resumo

Ti ou outros elementos como por exemplo o Nb e o V, quando adicionados como microligantes, exercem um efeito retardador na cinética de recristalização estática provocando panqueamento da austenita quando deformada a temperaturas compatíveis com as de acabamento na laminação comercial. O efeito dessas adições na cinética de recristalização dinâmica é menos conhecido. O objetivo deste trabalho é avaliar se o Ti como microligante seria capaz de igualmente atrasar a cinética de recristalização dinâmica. Resultados preliminares indicam que, similarmente ao caso da recristalização estática, a recristalização dinâmica é também atrasada significativamente pela adição de Ti.

**Palavras-chave:** Aços livres de intersticiais; Recristalização dinâmica; Tratamentos termomecânicos avançados; Ensaio de torção a quente.

## EFFECT OF TI ADDITIONS ON THE KINETICS OF DYNAMIC RECRYSTALLIZATION OF IF STEELS

### Abstract

Ti or other elements as, for instance, Nb and V, when added as microalloyings, cause a retarding effect in the kinetics of static recrystallization leading to pancaking of austenite when deformed at temperatures compatible to those found during finishing of industry hot rolling. The aim of this work is to assess if Ti as microalloying element is equally capable of delaying dynamic recrystallization kinetics. Preliminary results indicate that, similarly to the case of static recrystallization, dynamic recrystallization is also delayed significantly by the addition of Ti.

**Key words:** IF steels; Dynamic recrystallization; Advanced thermomechanical treatments; Hot torsion testing.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.*

<sup>2</sup> *Membro da ABM, Técnico em Instrumentação, Estudante do Curso de Engenharia Metalúrgica da UFMG*

<sup>3</sup> *Membro da ABM, Engenheiro Mecânico, Mestre, Dr., Professor Adjunto do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG*

## 1 INTRODUÇÃO

Recristalização dinâmica é um processo de amaciamento que ocorre durante deformação de materiais com baixas energias de falha de empilhamento, tais como a austenita. Uma vez disparada, a recristalização dinâmica ocorre através de reação de nucleação e crescimento, de modo similar à recristalização estática, mais conhecida. Uma das diferenças entre as duas, entretanto, é que a recristalização dinâmica, por ocorrer sob a aplicação de tensões, tende, sob condições idênticas, a ser mais rápida que a recristalização estática. Por outro lado, a imposição de deformação concomitante à ocorrência de recristalização faz com que o crescimento de grão se recristalizando se desacelere rapidamente, produzindo, como conseqüência, grãos mais finos que sua congênere estática.

A importância tecnológica da recristalização dinâmica se revela no refino de grão da austenita e, por conseqüência, no refino de grão ferrítico, com amplamente demonstrado em simulações de processos de laminação de tubos sem costura<sup>(1)</sup> e de tiras a quente.<sup>(2)</sup> Recristalização dinâmica também determina os valores de carga de laminação e quedas súbitas nessas cargas de cadeira a cadeira, principalmente no caso de tiras a quente têm sido atribuídas à ocorrência desse tipo de amaciamento.<sup>(2)</sup>

Não obstante sua clara importância tecnológica, o estudo da cinética de recristalização dinâmica tem iludido esforços dos melhores pesquisadores por razões conhecidas. Primeiramente, torna-se sempre difícil a preservação de microestruturas decorrentes desse tipo de recristalização através de resfriamentos rápidos, seja porque essas microestruturas se transformam no resfriamento, seja porque os tempos requeridos para resfriamento, por mais curtos, tendem a permitir alguma transformação antes que a microestrutura seja de fato revelada. Dessa forma, até os dias de hoje, uma medição da cinética de recristalização por vias indiretas, através de mudanças na taxa de encruamento, parece ser o método mais simples e promissor.

Nesse aspecto, avanços foram introduzidos por Ryan e McQueen<sup>(3)</sup> quando propuseram uma maneira de se medir o valor de uma deformação crítica necessária para se dar início ao processo de amaciamento por recristalização dinâmica. Poliak e Jonas<sup>(4)</sup> mostraram claramente que essa deformação poderia ser medida mesmo nos casos onde um pico de tensões não estivesse presente. Mais recentemente, Stewart et al.<sup>(5)</sup> mostraram que não só essa deformação crítica podia ser medida, mas também a deformação onde ocorre máximo amaciamento pós-pico poderia ser medida e que, além disso, com essas medições seria possível acompanhar quantitativamente a cinética de recristalização dinâmica.

O presente trabalho aplica a metodologia descrita acima para medir a cinética de recristalização dinâmica ocorrendo em duas ligas. Uma, praticamente ferro puro, é um aço com baixos teores de C e N (da ordem de partes por milhão) sem a adição de qualquer microligante. A segunda liga é um aço “Livre de Intersticiais” (LI) com a mesma base da primeira liga com uma estabilização de Ti. O uso dessas ligas advém do fato de serem as mesmas as que deveriam mostrar as cinéticas mais rápidas de recristalização dinâmica, quando comparadas a de qualquer outro tipo de aço.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Duas composições químicas foram utilizadas no presente trabalho: uma denominada de  $\alpha$ -Fe, representa aqui o material base, sem adições de microligantes e outra, um aço “Livre de Intersticiais” estabilizado com adição de Ti, denominado aqui por TI LI. Detalhes das composições são dadas abaixo, conforme se vê na Tabela 1.

**Tabela 1:** Composição química das ligas utilizadas na presente pesquisa. Todos os números são em porcentagem do peso, exceto onde mencionado explicitamente.

Ligas	C (ppm)	Mn	Si	P	S	Al	Ti	N (ppm)
$\alpha$ -Fe	89	0,13	0,01	0,008	0,010	0,058	-	22
TI LI	28	0,15	0,01	0,013	0,009	0,058	0,083	38

A liga  $\alpha$  – Fe é, na verdade, um aço de baixíssimo teor de C sem adições de microligantes. A liga TI LI é, por sua vez, similar à primeira com exceção da adição de 0,083% de Ti. Este se encontra aqui adicionado com o propósito de se reter crescimento de grão da austenita no re-aquecimento e retirar C e N de solução sólida no resfriamento durante o processo de conformação. Como se sabe,<sup>(6)</sup> o Ti forma precipitados de N e C, retirando esses elementos de solução sólida.

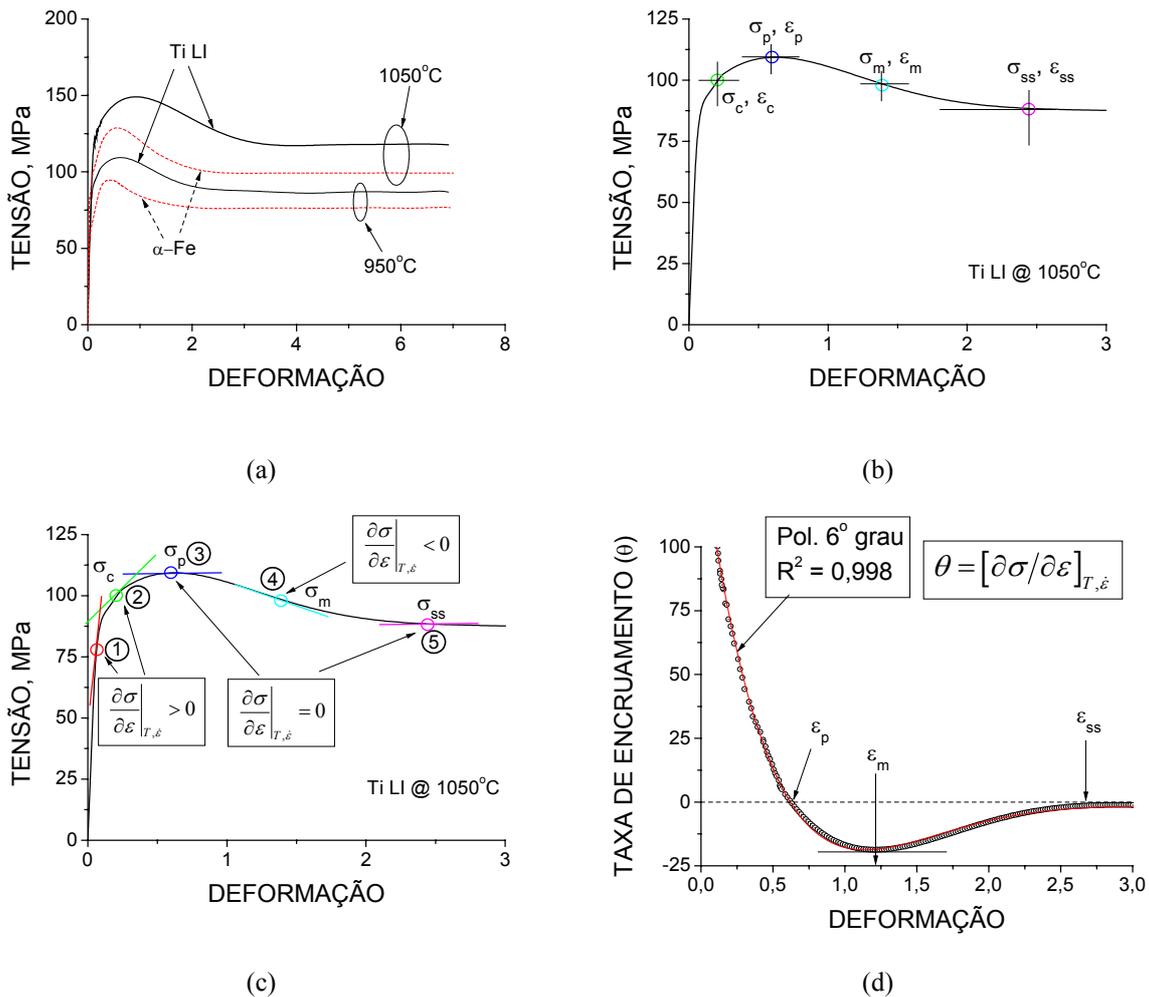
O estudo da cinética de recristalização dinâmica foi conduzido fazendo-se uso de ensaios mecânicos de torção. Esta técnica foi utilizada porque permite aplicação de deformações elevadas sem a ruptura, como na tração, ou sem barrilamento, como na compressão. Esta característica foi particularmente importante aqui porque se pretendeu acompanhar neste trabalho a cinética de recristalização dinâmica na sua totalidade e, como será visto, deformações equivalentes da ordem de 4 foram necessárias para garantir completa recristalização durante processo de deformação. Amostras com formato cilíndrico medindo na sua parte útil 16 mm de comprimento e 6,2 mm de diâmetro foram usadas nos ensaios de torção a quente. Estes consistiram, primeiramente, do aquecimento das amostras até uma temperatura de encharque de 1200°C, permanecendo a amostra nesta temperatura pelo período de 15min. As amostras foram então resfriadas à taxa 1°C/s até que a temperatura de ensaio fosse atingida, sendo essas 1050 e 950°C. Os corpos de prova foram então mantidos à temperatura de ensaio por um período de 180s com o propósito de se homogeneizar a temperatura interna e retirar qualquer gradiente advindo do resfriamento. Os experimentos foram então conduzidos deformando-se essas amostras à taxa constante de 1s<sup>-1</sup>.

Os ensaios foram realizados em máquina de ensaios MTS equipada com uma unidade de torção com torque máximo de 250 Nm. O equipamento é comandado por uma interface digital e os dados de torque e posição angular são adquiridos durante ensaio e armazenados para pós-processamento, sendo então convertidos em valores de tensão e de deformação equivalente, usando-se o procedimento de Fields e Backofen.<sup>(7)</sup> As amostras ficaram, durante todo o ensaio, imersas em gás Argônio com o propósito de se evitar oxidação superficial bem como decarbonetação e desnitretação.

### 3 RESULTADOS

#### Forma das Curvas Tensão-deformação e Avaliação de Pontos Críticos

A Figura 1a mostra resultados obtidos dos ensaios realizados. Nota-se que as curvas apresentam formatos similares, isto é, todas mostram um pico de tensões seguido por amaciamento dinâmico com queda de tensões e por um estado “estacionário” em que essas tensões permanecem independentes da deformação. Salienta-se, também, que as curvas do aço TiLi apresentaram níveis de tensão sempre maiores que os da liga  $\alpha - Fe$ .



**Figura 1.** a) Curvas tensão-deformação para amostras ensaiadas, b e c) Pontos tensão-deformação necessários à descrição da cinética de recristalização dinâmica, d) descrição da metodologia utilizada na medição desses pontos críticos.

As Figuras 1b e 1c mostram os pontos críticos relevantes à descrição da cinética de recristalização dinâmica. Inicialmente a tensão cresce com a deformação até que um ponto crítico para início de recristalização dinâmica é atingido em  $\epsilon_c$ . Até este ponto, a taxa de encruamento decresce em função da ocorrência de recuperação dinâmica apenas. A partir dessa deformação crítica, entretanto, a taxa de encruamento acelera seu decréscimo atingindo um valor nulo na deformação de pico, conforme se vê na Fig. 1c. Deformação após  $\epsilon_p$  leva a decréscimo da tensão até que um

estado estacionário de tensões é atingido em  $\varepsilon_{ss}$ . A partir desse ponto, o nível da tensão não mais depende da deformação aplicada.

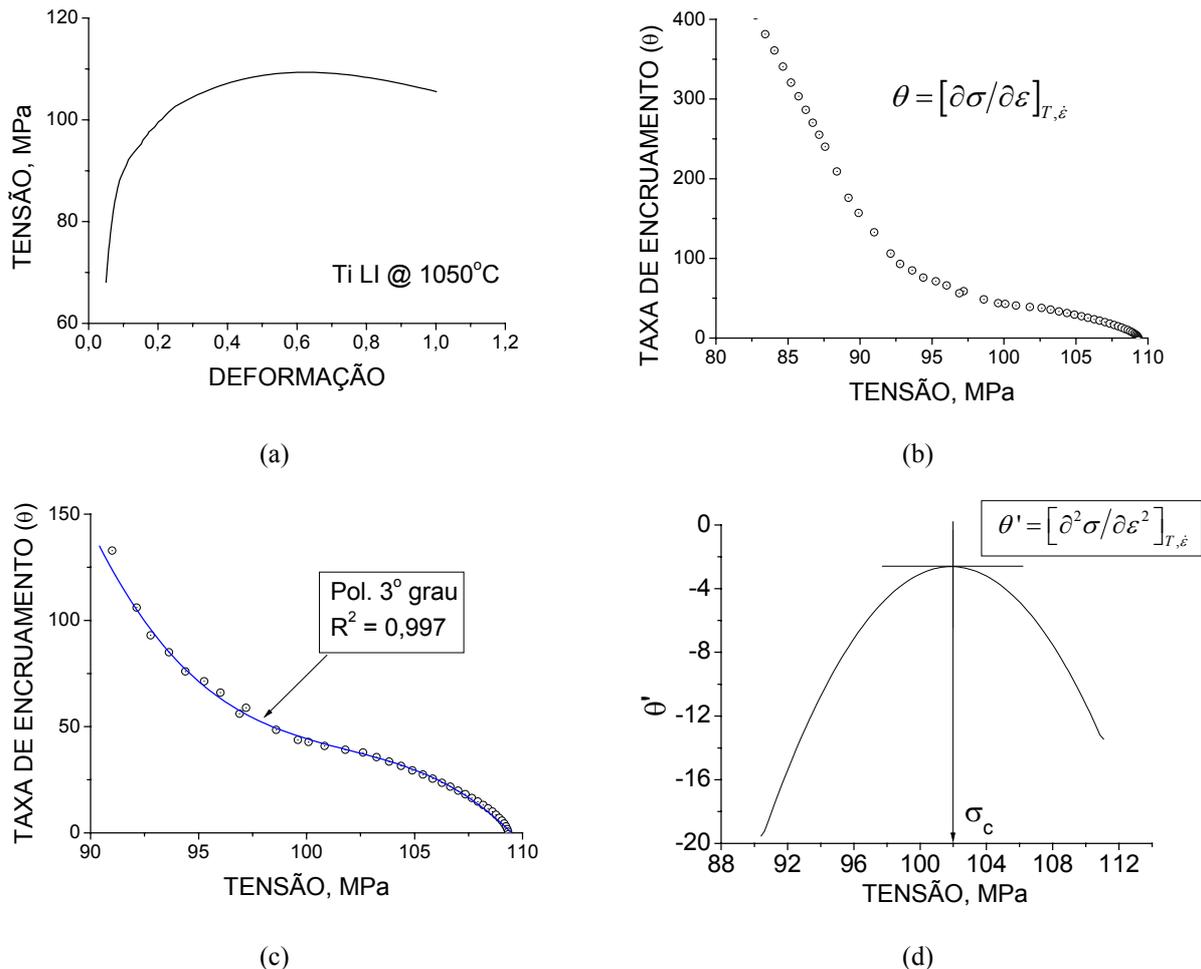
O amaciamento por recristalização dinâmica, como se vê, se inicia em  $\varepsilon_c$  e se estende até 100% de amaciamento quando  $\varepsilon_{ss}$  é atingido. A recristalização dinâmica, como característica de reações de nucleação e crescimento, apresenta um período de taxas lentas de transformação no início e no final de transformação. A taxa máxima de transformação se dá então em  $\varepsilon_m$ , que pode ser obtido conforme se mostra na Fig. 1d. Uma vez obtidos essas quatro quantidades, quais sejam,  $\varepsilon_c$ ,  $\varepsilon_p$ ,  $\varepsilon_m$  e  $\varepsilon_{ss}$ , a cinética de recristalização pode ser calculada, como será visto.

### **Medição da Deformação Crítica para Início de Recristalização Dinâmica**

De todas as deformações recém listadas,  $\varepsilon_c$ , a deformação crítica para início de recristalização dinâmica é a de mais difícil medição. A Figura 2 mostra como essa medição pode ser feita diretamente de curvas tensão-deformação.

A Figura 1a mostra uma ampliação da curva tensão-deformação na área de interesse próxima de onde se inicia a recristalização dinâmica. Sabe-se que o valor de  $\varepsilon_c$  se encontra entre 50 e 80% de  $\varepsilon_p$ , sendo que a deformação de pico não é difícil de se obter. Neste caso,  $\varepsilon_p \sim 0,60$ . Logo  $\varepsilon_c$  estará entre 0,30 e 0,48. Traça-se então um gráfico conforme se mostra na Figura 2b, isto é, da taxa de encruamento versus a tensão aplicada durante a deformação. A taxa de encruamento reflete a maneira como deslocamentos são inseridas na subestrutura através da deformação e a maneira como essas deslocamentos são eliminadas dessa mesma subestrutura. Inicialmente, essa retirada se dá pelo mecanismo de recuperação dinâmica, isto é, pela eliminação de deslocamentos em eventos individuais, sem movimentos de contornos de novos grãos. Esse mecanismo provoca uma variação na inclinação da curva taxa de encruamento versus tensão até um valor de tensão próximo de 100MPa, como se mostra na Figura 2b. A partir daí, a inclinação dessa curva diminui até a taxa de encruamento atingir um valor nulo a tensões pouco acima de 100MPa. Essa diminuição da taxa de encruamento é causada pelo mecanismo de retirada de deslocamentos da subestrutura devido ao início da eliminação dessas em eventos coletivos, ou seja, pelo movimento de contornos de novos grãos.

O ponto exato em que essa mudança ocorre não é claramente visível da Figura 2b e por isso faz-se necessário primeiro ampliá-la na região de interesse, conforme se mostra na Figura 2c, e depois derivar essa curva, mais uma vez, em função da deformação, conforme se mostra na Figura 2d. O valor da deformação crítica para início da recristalização dinâmica pode ser obtido do máximo da curva da Figura 2d. Uma vez medidas as deformações pertinentes ao processo de recristalização dinâmica diretamente de curvas tensão-deformação, a cinética de recristalização pode ser calculada mediante uso da equação de Avrami, conforme se mostra abaixo.



**Figura 2.** a) ampliação de curva tensão deformação na região de início de recristalização dinâmica, b) Dependência da taxa de encruamento com a tensão durante deformação na região ampliada, c) Ajuste polinomial de parte da curva mostrada em (b) com a finalidade de se medir o valor de  $\varepsilon_c$ , d) Medição de  $\varepsilon_c$  a partir de gráfico da derivada da taxa de encruamento em função da tensão aplicada.

### Cinética de Recristalização Dinâmica

A cinética de recristalização dinâmica pode ser acompanhada a partir da Eq. de Avrami modificada, ou seja,

$$X = 1 - \exp \left[ -0,693 \left( \frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_m - \varepsilon_c} \right)^2 \right] \quad (1)$$

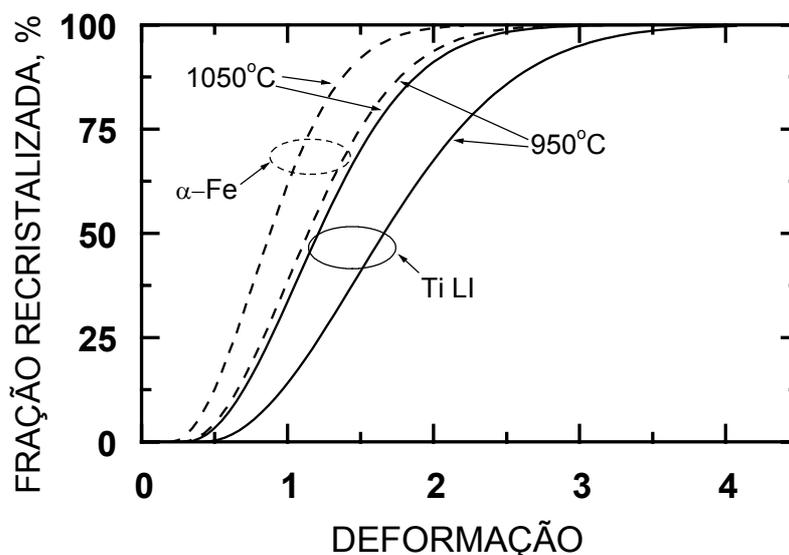
Aqui, as deformações são as definidas anteriormente e, uma vez conhecidos esses valores a dada temperatura e taxa de deformação, a cinética de recristalização pode ser calculada. Os valores utilizados para este fim nas medições realizadas nas condições de ensaios realizados neste trabalho podem vistos na Tabela 2.

**Tabela 2:** Coeficientes utilizados no cálculo da cinética de recristalização dinâmica em amostras ensaiadas neste trabalho.

Aço	T, °C	$\epsilon_c$	$\epsilon_p$	$\epsilon_m$
$\alpha$ - Fe	950	0,28	0,58	1,14
	1050	0,20	0,43	0,88
TiLi	950	0,42	0,92	1,66
	1050	0,30	0,64	1,21

Nota-se que os valores de deformação seja do pico, crítica ou de estado estacionário aumentam com a queda na temperatura e com a adição de Ti. Por outro lado, nota-se também que a deformação crítica para início de recristalização dinâmica parece ser menos sensível a variações na temperatura e na taxa de deformação que as demais deformações “críticas”. Isso é interessante, pois pode sugerir que o nível de densidade médio de deslocamentos necessário para deflagrar recristalização dinâmica pode não ser muito elevado, não importando aí as condições de deformação, isto é, de temperatura e de taxa de deformação.

Uma vez estabelecidos, os valores mostrados na Tabela 2, podem os mesmos, com já mencionado, serem usados no cálculo de uma fração transformada como função do tempo, ou da deformação, se a taxa de deformação, como é o caso aqui, for mantida constante durante o ensaio. A Figura 3 mostra a evolução da fração recristalizada dinamicamente como função da deformação.

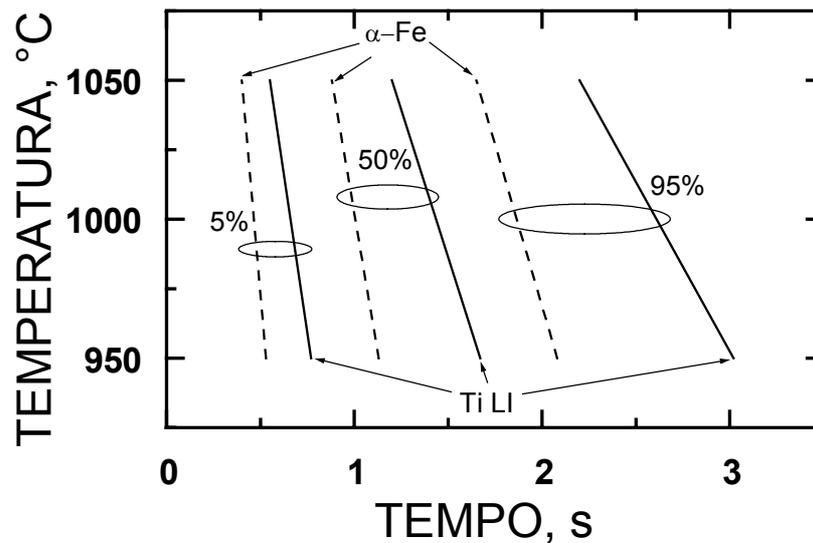


**Figura 3.** Curvas de Avrami para reação de recristalização dinâmica nas composições químicas estudadas no presente artigo. Nota-se que a cinética de aços TiLi é mais lenta que a do  $\alpha$  - Fe.

#### 4 DISCUSSÃO

A Figura 3 mostra que a adição de Ti à base de liga com poucos ppm de C e de N atrasa significativamente o desenvolvimento da recristalização dinâmica. Dois efeitos são mostrados: um devido à composição química e outro devido a queda da temperatura. Nos dois casos, entretanto, é importante observar que se leva pelo menos 1,5s para que a recristalização dinâmica se complete. Este é o caso de deformar-se  $\alpha$  - Fe a 1050°C. Note-se que este é o menor tempo possível para se

atingir algo em torno de 100% de recristalização para ligas sem qualquer adição de microligantes. Qualquer adição, de qualquer natureza, causará um acréscimo no tempo necessário para se completar tal recristalização. No outro extremo, adição de liga e decréscimo de temperatura para 950°C leva a tempos de pelo menos 3 a 3,5s para se completar 100% de recristalização dinâmica, conforme mostrado na Figura 3. A Figura 4 mostra mais claramente os tempos necessários para início e final de recristalização dinâmica no caso das duas ligas estudadas e das temperaturas em que os ensaios foram realizados.



**Figura 4.** Curvas de início e de final de recristalização dinâmica em função da deformação aplicada.

Nota-se mais explicitamente nesta Figura que atrasos ocorrem no início e no final do processo de recristalização. Esses **atrasos, porém, aumentam** tanto com a fração recristalizada como também com a queda na temperatura. A relação entre deformações necessárias para se atingir 50% de fração recristalizada cresce, por exemplo, de 0,90 para 1,20 no caso de  $\alpha$ -Fe e TiLI deformados a 1050°C, um fator de 1,39, para uma relação de deformações da ordem de 1,13 e 1,67, isto é, uma relação próxima a 1,48 à temperatura de 950°C.

Os resultados aqui obtidos parecem pois indicar que mesmo no caso de uma liga como  $\alpha$ -Fe e temperaturas elevadas de deformação, como 1050°C, seriam necessárias deformações (ou tempos) da ordem de 1 a 1,5s para que 100% de recristalização dinâmica fosse atingida. Além disso, mostra-se claramente que adições pequenas de Ti, por exemplo, resultam em atrasos significativos na cinética de recristalização dinâmica.

## 5 CONCLUSÕES

Este trabalho abordou o caso do amaciamento dinâmico que ocorre por recristalização quando deformação aplicada excede um certo valor crítico. Duas ligas foram utilizadas: uma com pouco C e N e sem adições de microligantes e outra, um aço “Livre de Intesticiais” com microadição de Ti. Algumas conclusões podem ser retiradas deste estudo. São elas:

- a) A cinética de recristalização dinâmica pode ser avaliada diretamente de curvas tensão-deformação, como se demonstra no estudo;
- b) Essa cinética revela que a recristalização dinâmica leva pelo menos 1,5s para ocorrer a temperaturas elevadas (1050°C) mesmo em ligas sem adições. O tempo necessário para que ocorra aproximadamente 100% de recristalização cresce significativamente com o decréscimo de temperatura a 950°C para 2,5 a 3,0s;
- c) Adições de microligantes como o Ti afeta a cinética de recristalização dinâmica, atrasando-a. Os tempos necessários para que ocorra 100% de recristalização passam a 2,5 e a de 3,5 a 4,0s no caso de deformações a 1050 e 950oC, respectivamente.

## **Agradecimentos**

Os autores agradecem ao CNPq e à FAPEMIG pelo apoio financeiro e este projeto.

## **REFERÊNCIAS**

- 1 L.N. PUSSEGODA E J.J. JONAS, Comparison of dynamic recrystallization and conventional controlled rolling schedules by laboratory simulation. **ISIJ International**, v31, p. 278-288, 1991
- 2 F. SICILIANO JR, K. MINAMI, T.M. MACCAGNO, J.J. JONAS. Mathematical modeling of the mean flow stress and grain size during the hot strip rolling of C-Mn steels. **ISIJ International**, v36, n12, p. 1500-1506, 1988
- 3 H.J. McQUEEN E N.D. RYAN, Constitutive analysis in hot working. **Materials Science and Engineering A**, v322, p. 43-63, 2002
- 4 J.J. JONAS E E.I. POLIAK, The critical strain for dynamic recrystallization in rolling mills. **Materials Science Forum**, v426-432, p. 57-66, 2003
- 5 G.R. STEWART, A.M. ELWAZRI, S. YUE E J.J. JONAS, Modelling of dynamic recrystallization kinetics in austenitic stainless and hypereutectoid steels. **Materials Science and Technology**, v22, n5, p. 519-524, 2006
- 6 A. NAJAFII-ZADEH, S. YUE e J.J. JONAS. Influence of hot strip rolling parameters on austenite recrystallization in interstitial free steels, **ISIJ International**, v32, n2, p. 213-221, 1992
- 7 W.A. BACKOFEN E D.S. FIELDS, Determination of strain-hardening characteristics by torsion testing. **American Society for Testing and Materials**, v57, p1259-1272, 1957