

ESTUDO DA CINÉTICA DE RECRISTALIZAÇÃO NOS AÇOS CSN 2710, 2680 E 4130, UTILIZADOS PARA EMBALAGENS¹

Eduardo Amorim Motta²
Hugo Ricardo Zschommler Sandim³

Resumo

No presente trabalho a cinética de recristalização foi determinada no campo ferrítico em três aços de baixo teor de carbono utilizados na fabricação de folhas metálicas para embalagem. Os materiais utilizados foram os aços especificados pela norma NBR 6665 e que possuem teores de carbono distintos: CSN T59 CA LEX, NBR 6665 T61 e NBR 6665 T65. Neste trabalho estes aços foram denominados como aço 4130, aço 2710 e aço 2680, respectivamente. As amostras foram retiradas na entrada das linhas de recozimento contínuo (LRC's), no estado encruado, fixando o percentual de redução a frio para as três composições e mantendo-se a espessura inicial igual a 0,20 mm para os três aços (cerca de 90% de redução a frio). As amostras foram recozidas em fornos de banho de sal em temperaturas entre 550 e 610°C. A caracterização microestrutural das amostras no estado encruado e após o tratamento térmico foi realizada utilizando-se as técnicas de microscopia ótica e eletrônica de varredura. A fração volumétrica recristalizada (X_v) foi determinada com o auxílio de medidas de microdureza Vickers, bem como as curvas da cinética de amolecimento em função da temperatura de recozimento. O modelo JMAK foi utilizado para a determinação dos expoentes de Avrami (n) para os três aços.

Palavras-chave: Cinética; Recristalização; Microdureza; Modelo JMAK.

RECRYSTALLIZATION KINETICS IN CSN 2710, 2680 AND 4130 STEELS USED FOR PACKING

Abstract

The present paper aims to compare the recrystallization kinetics in the ferritic field of three low-carbon steels used in tin mill products for packing. The used materials were the steels specified by the NBR 6665 Standard, which have different carbon contents: CSN T59 CA LEX, NBR 6665 T61 and NBR 6665 T65. In this paper these steels were described as steel 4130, 2710 and 2680, respectively. The samples were taken at the entry side of continuous annealing lines (CAL's), in the annealed state, setting the cold reduction percentage for the three analyses and keeping the incoming thickness equal to 0.20 mm for the three steels (about 90% cold reduction). The samples were annealed in salty bath ovens at temperatures ranging from 550 to 650°C. The microstructural characterization of the samples in the annealed has been performed using scanning electron microscopy (SEM). The recrystallized volume fraction (X_v) has been determined by means of Vickers microhardness measurements that may ultimately be used to build the softening kinetics curves as a function of the annealing temperature. The JMAK model was used to determine the Avrami (n) exponents for the three steels.

Key words: Kinetics; Recrystallization; Microhardness; JMAK model.

¹ Contribuição técnica ao 44º Seminário de Laminação - Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 16 a 19 de outubro de 2007, Campos do Jordão – SP, Brasil.

² Mestrando. Engenheiro Metalúrgico - Companhia Siderúrgica Nacional. Escola de Engenharia de Lorena – Universidade de São Paulo.

³ DSc. Engenheiro Químico - Departamento de Engenharia de Materiais – Escola de Engenharia de Lorena – Universidade de São Paulo.

1 INTRODUÇÃO

Os materiais de simples redução para folhas metálicas são especificados pela norma NBR 6665 por dureza, como T50, T52, T55, T57, T59, T61 e T65. Para o estudo atual, os materiais escolhidos, são os aços de baixo carbono das especificações T59 (4130), T61 (2710) e T65 (2680).

O objetivo principal deste trabalho é avaliar a influência da composição química do aço (variando o percentual de carbono e manganês) na temperatura e na cinética de recristalização de aços para folhas metálicas. Desta forma, poderemos identificar as temperaturas ideais para o processamento industrial dos aços 2710, 2680 e 4130, evitando desta forma dois dos principais problemas relacionados com o recozimento contínuo, quais sejam: “resto de encruamento” e “fora de dureza”. Durante o processo de deformação de metais, microestruturas termodinamicamente instáveis contendo discordâncias, subgrãos ou grãos, são produzidas e estas podem abaixar sua energia através da recuperação, recristalização e crescimento de grão.⁽¹⁾ Neste contexto, a temperatura de recozimento tem que ser suficientemente alta para permitir que a recristalização ocorra num tempo compatível com a velocidade (tempo de residência) das LRC's.

1.1 Cinética de Recristalização

A cinética de recristalização primária, durante o recozimento em condições isotérmicas, pode ser determinada mediante a quantificação da variação da fração volumétrica recristalizada em função do tempo $X_v(t)$. Atualmente existem diversas técnicas para a determinação da fração volumétrica recristalizada (X_v). Conseguem-se os resultados diretamente ou por meio de técnicas indiretas. Dentre elas, destacam-se as medidas de metalografia quantitativa (direta),⁽²⁾ medidas de microdureza (indireta)⁽³⁾ e a distribuição do índice de qualidade em mapeamentos de EBSD (direta).⁽⁴⁾ Estas técnicas diferem entre si quanto ao grau de sofisticação, entretanto, de um modo geral, não existem grandes discrepâncias nos resultados finais. Neste trabalho, utilizaram-se os resultados das medidas de microdureza Vickers, que também foram utilizadas em outro trabalho em função da dificuldade em se quantificar a amostra usando microscopia ótica.⁽⁵⁾

A recristalização, sendo considerada como uma transformação de fase no estado sólido, pode ser tratada como um processo onde ocorrem os fenômenos de nucleação (que corresponde ao aparecimento de novos grãos na microestrutura) e pode ser definida como a formação de cristais livres de tensão em uma matriz deformada, e que são capazes de crescer pelo movimento de contornos de alto ângulo.⁽⁶⁾ E o crescimento (onde os novos grãos substituem o material deformado). Embora esses fenômenos ocorram em vários grãos ao mesmo tempo, ambos, nucleação e crescimento podem ocorrer a qualquer tempo no material.

A recristalização progride com o tempo, durante recozimentos isotérmicos e é representada plotando – se a fração volumétrica recristalizada (X_v), em função do $\log(t)$ e pode ser bem descrita teoricamente pelo modelo JMAK (Johnson – Mell – Avrami – Kolmogorov), conforme a equação 1.

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

A constante B do modelo está relacionada com a velocidade e é diretamente dependente da temperatura e “n” é o expoente de Avrami. A plotagem da curva do

modelo de JMAK é caracterizada pela forma sigmoideal, mostrando o aparecimento de uma etapa de incubação antes da recristalização e pode ser vista esquematicamente a evolução da fração recristalizada (X_v) em função do tempo. O modelo cinético apresentado acima trata da recristalização em condições isotérmicas. O modelo de JMAK assume que o crescimento se dá nas três dimensões, então o expoente “n” na equação 1, é considerado ter o valor igual a 4, assumindo que as taxas de nucleação e crescimento são constantes e que não há restrições ao crescimento de grão, devido ao contato com outros grãos. Para “n” igual a 3, considera-se que a nucleação ocorre com saturação de sítios, ou seja, a nucleação ocorre no início da recristalização, no qual se considera um tempo igual a zero. A cinética de recristalização proposta pelo modelo JMAK fornece os valores do coeficiente de Avrami que corresponde ao tipo de nucleação e crescimento de novos grãos e B, que é a constante cinética e sofre influência das taxas de nucleação e crescimento. O expoente “n” é influenciado pelo tipo de nucleação (homogênea ou heterogênea). O modelo JMAK estabelece que a formação de novos grãos é desenvolvida em um material que sofre aquecimento em regime isotérmico, por um determinado tempo (t) e pode ser correlacionado com a cinética de nucleação e crescimento.

O desvio da linearidade em relação ao modelo JMAK, independentemente da técnica utilizada para determinar $X_v(t)$, observa-se que para tempos de recozimentos longos esta relação não se aplica completamente. Os modelos que tentam descrever $X_v(t)$ mais realisticamente levam em consideração dois aspectos importantes, competição entre recristalização e recuperação e distribuição não-aleatória dos núcleos de recristalização. Estes aspectos foram levados em conta no momento em que os dados de recristalização foram analisados. As principais críticas em relação à equação de Avrami, são: primeiramente B e “n” não permanecem constantes, pois a cinética de recristalização tende a diminuir com o tempo, desviando-se da linearidade. Neste caso “n” diminui à medida que a recristalização ocorre. A segunda crítica se refere à magnitude da constante “n”, onde o modelo JMAK prevê que “n” pode ser maior ou igual a 3, dependendo do modelo adotado, e valores experimentais mostram que materiais altamente deformados apresentam valores de “n” muito menores que 2.⁽⁷⁾ Estudos recentes mostram que os erros associados à determinação de “n” tendem a ser maior no início e no final da transformação. Os maiores desvios da linearidade ocorrem próximos a estes dois extremos.^(8,9) Segundo os autores, os valores mais precisos de “n” são aqueles associados às frações convertidas intermediárias, próximas a 0,6.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização deste trabalho foram utilizados três tipos de aços baixo carbono para embalagem e a composição química nominal para cada aço é apresentada na Tabela 1. As amostras dos materiais foram retiradas das bobinas na seção de entrada das Linhas de Recozimento Contínuo da CSN (LRC'S), após o descarte de material que excedesse a espessura definida para este trabalho que foi de 0,20 mm. Os três aços tiveram a mesma redução a frio (cerca de 90%). O material encruado é proveniente dos laminadores de tiras a frio da CSN (LTF's), composto por um laminador quádruplo de cinco cadeiras (Hitachi), e que atinge velocidades de laminação da ordem de 1500 m/min.

Tabela 1 – Composição química típica dos aços 2710, 2680 e 4130 (% em peso).

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

2.1 Recozimento Isotérmico em Banho de Sal

As amostras foram recozidas em banho de sal em temperaturas compreendidas no intervalo entre 500°C e 700°C dentro do campo ferrítico (abaixo de A_1) para evitar a dissolução das partículas de cementita. Curvas de amolecimento levantadas a partir da variação das durezas Vickers em função da temperatura (condições isócronas, 10 min) foram necessárias para determinar o perfil de amolecimento dos três aços e identificar as respectivas temperaturas de início da recristalização.⁽¹⁾ A partir daí foi possível determinar o melhor intervalo de temperatura para a determinação das curvas da cinética de recristalização dos três aços. Os tratamentos térmicos de recozimento foram realizados em dois tipos de fornos, o primeiro em banho de sal, num forno denominado Tamman, utilizando-se os seguintes sais: 50% de nitrato de potássio (KNO_3) e 50% de nitrito de sódio ($NaNO_2$). O segundo foi um forno tubular resistivo Lindberg/Blue M com temperatura máxima de 1700°C. O primeiro conjunto de experimentos consistiu na determinação das curvas de amolecimento nas temperaturas de 300°C, 350°C, 400°C, 450°C, 500°C, 550°C, 600°C, 650°C e 700°C, com um tempo de 10 min, para que se definisse a faixa de temperaturas adequadas para o estudo da cinética de recristalização dos aços. A partir do exposto acima, e baseado nas curvas de amolecimento (através de dureza HR30T), definiu-se que as temperaturas iniciais para o estudo da cinética seriam: 550°C, 575°C, 600°C, e 650°C, com tempos de 1 s, 3 s, 5 s, 10 s, 15 s, 30 s, 45 s, 60 s, 1 min e 3 min. Em uma etapa posterior do trabalho, mostrou-se necessário a realização de tratamentos térmicos adicionais, nas temperaturas de 610 e 625°C, com a mesma variação de tempo. Ao final de cada tratamento térmico, as amostras foram resfriadas imediatamente em água.

Os três tipos de aço foram caracterizados com o auxílio das técnicas de microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) nas condições encruada e recozida. As medidas de microdureza Vickers foram realizadas nos três tipos de aço, nas condições de totalmente encruado, e recristalizado, possibilitando a construção das curvas de amolecimento. Os ensaios de microdureza foram executados com carga de 100 gf.

A determinação das curvas de cinética de amolecimento foi feita para os três aços em estudo. Foram utilizadas medidas de microdureza para determinação da fração amolecida,⁽¹⁰⁾ desde a situação de totalmente encruada até a totalmente recristalizada. Admitindo que a fração amolecida varia linearmente com a fração recristalizada ($A \propto X_v$), a seguinte expressão permite obter os valores de $X_v(t)$:

$$A = \frac{H_e - H_i}{H_e - H_r} \quad (\text{Equação 2})$$

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

2, foram plotados em gráficos, em função do tempo em escala logarítmica, crescente de “zero” até “um”, e tem o formato sigmoidal. O expoente de Avrami (n), foi calculado, utilizando o modelo de JMAK plotando-se os valores do $\ln [1/(1 - X_v)]$ versus $\ln(t)$. Os gráficos que são obtidos aproximam-se de uma reta, sendo o coeficiente angular da reta, o valor de “ n ” e a determinação da constante cinética (B) foi feita a partir dos mesmos gráficos. A fração volumétrica recristalizada X_v , foi obtida a partir dos valores médios de microdureza.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O primeiro experimento objetivou, a definição das temperaturas para se montar as curvas de amolecimento e estudar a cinética de recristalização para os três aços em questão. A Figura 1 apresenta as variações de microdureza (HV). O tempo de tratamento térmico para esta etapa, foi de 10 min e as temperaturas utilizadas foram de 300°C, 350°C, 400°C, 450°C, 500°C, 550°C, 600°C, 650°C e 700°C. A Figura 1 apresenta a variação dos valores de microdureza Vickers dos três aços, em função da temperatura de recozimento, onde os mesmos se comportam de forma semelhante à variação de temperatura durante o tratamento de recozimento, ou seja, amolecimento com o aumento da temperatura. Verifica-se nesta etapa, durante o primeiro experimento, que consistiu de recozimento isotérmico, utilizando o forno Lindberg, que não houve a ocorrência de um endurecimento significativo dos materiais 2710, 2680 e 4130, para temperaturas elevadas (acima de 625°C), como ocorreu durante o tratamento em banho de sal.

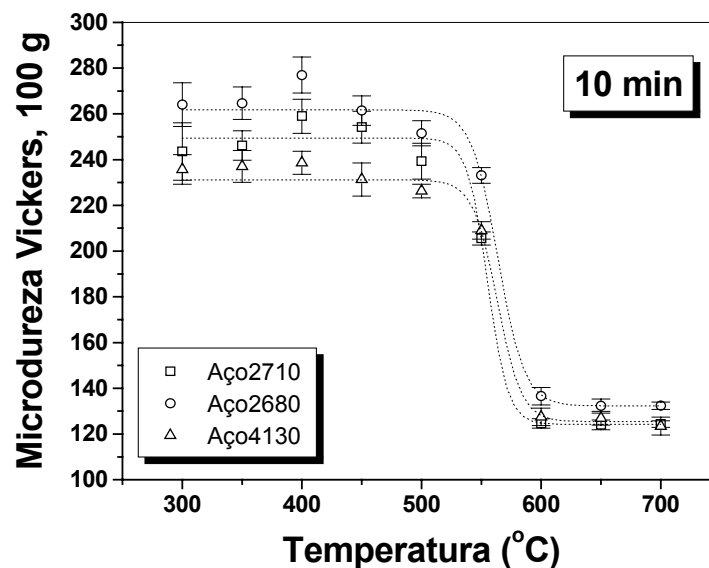


Figura 1 – Variação do valor de microdureza Vickers dos três aços, em função da temperatura de recozimento.

O gráfico da Figura 1 apresenta o amolecimento dos três tipos de aço, tendo um comportamento semelhante, para um tempo de 10 minutos. Até a temperatura de 500°C não se observa um amolecimento significativo, pois as microdurezas se mantêm elevadas. Isto quer dizer que a esta temperatura um tempo de encharque bastante elevado seria necessário para provocar alguma mudança nos materiais. Um aço baixo carbono sendo recozido em uma temperatura de 500°C, mesmo após um encharque de 13,6 h, praticamente fica insensível ao recozimento.⁽¹¹⁾ A partir de 550°C, ocorre uma leve diminuição na dureza, caracterizando o início da

recristalização. Ao se atingir a temperatura de 650°C, os materiais apresentam-se totalmente recristalizados. Para os três aços, com o aumento da temperatura, há uma diminuição nos valores de microdureza. Não há uma diferença marcante com relação aos três aços, caracterizando o início da recristalização próximo de 550°C. O aço 2680 apresentou a maior dureza de partida, devido ao seu mais alto teor de carbono, que atua como elemento endurecedor.⁽¹²⁾ Para os resultados de microdureza, o aço 2680 é o que se apresenta com as maiores microdurezas finais, ao passo que o aço 2710, foi o que obteve o menor valor de microdureza. Nos tratamentos térmicos para os três aços, nas maiores temperaturas, pôde-se notar que há uma velocidade maior de início e final da recristalização.

Em uma segunda etapa, as temperaturas de tratamento utilizadas foram 550°C, 575°C, 600°C, 610°C, 625°C e 650°C, com os tempos variando de 1 s a 300 s. Para os três aços, nos tempos inferiores a 5 s, não se observou, através de análise metalográfica o surgimento de novos grãos, o que passa a ocorrer nos três casos a partir de 10 s de recozimento. Para tempos maiores de recozimento, ocorreu um aumento de dureza. À partir de 180 s, ocorre um acentuado endurecimento nas temperaturas de 625°C e 650°C, resultante do envelhecimento dos aços.^(12,13)

A Figura 2 apresenta os gráficos referentes as microdurezas Vickers, para o segundo experimento, onde se estudou a cinética de recristalização. O amolecimento ocorre de forma semelhante nos três aços, onde existe a necessidade de um tempo maior para a completa recristalização do material a uma temperatura de 550°C. Ao atingir 650°C, a resposta à recristalização é mais intensa, levando a uma redução da dureza de forma mais rápida (aproximadamente 30 s). Porém, para os três casos, existe um aumento acentuado da dureza com o decorrer do tempo, em temperaturas mais elevadas. Apesar do material totalmente recristalizado, a dureza segue em uma crescente, com aumento do tempo e da temperatura. Isto se deve, com temperaturas mais altas, provavelmente à utilização de sal à base de nitrato de potássio, com o nitrogênio se difundindo para a matriz ferrítica.

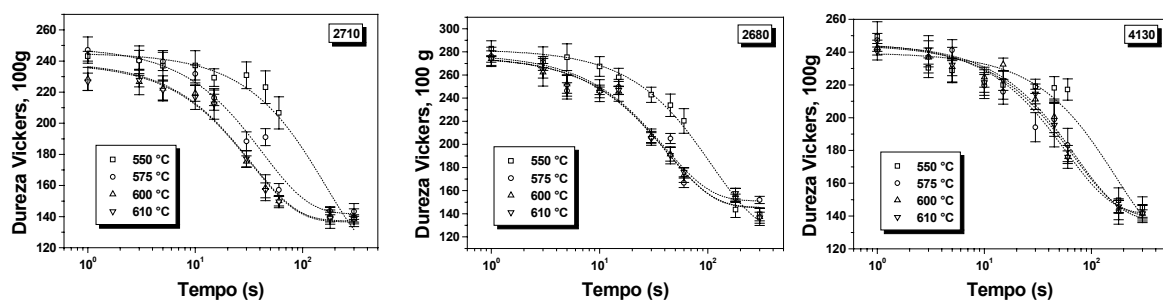


Figura 2 – Amolecimento dos aços 2710, 2680 e 4130 durante o recozimento.

A Figura 3 apresenta algumas micrografias representativas, mostrando a evolução microestrutural das amostras no estado encruado e parcialmente recristalizado, na temperatura de 575°C e com tempo de tratamento, variando de 10 s a 60 s. As microestruturas exibem diferentes características, dependendo do tempo e temperatura de recozimento. Estas apresentam heterogeneidades no estado deformado, principalmente o aparecimento das fibras alfa e gama, que são locais preferenciais para o início da recristalização.^(10,14)

Para a temperatura de 575°C (Figuras 3a a 3c), observa-se o início da recristalização aproximadamente com 10 s, onde os primeiros grãos começam a surgir e com 60 s ainda apresentam regiões que não estão totalmente

recristalizadas. O que para o processo industrial seria ruim, pois o tratamento térmico em linha de recozimento contínuo, nas etapas de aquecimento e encharque, ocorre, dependendo da velocidade da linha, em 54 s. Fica bem clara, a recristalização preferencialmente ocorrendo nas fibras gama, pois vários grãos já estão formados com o tempo de 60 s nessas fibras, enquanto que as fibras alfa, continuam ainda no estado deformado. O material tratado termicamente à temperatura de 650°C, apresentou-se totalmente recristalizado após 45 s.

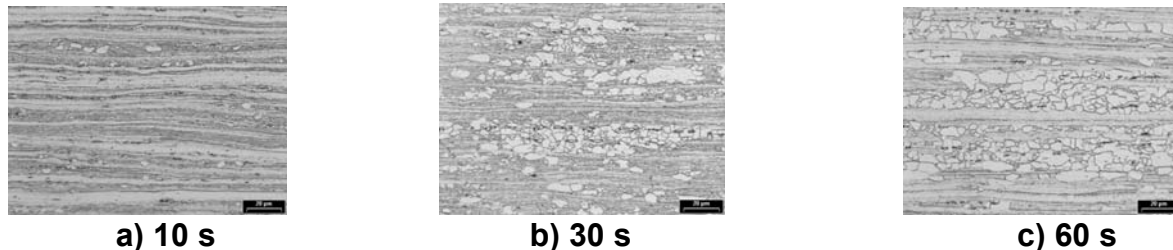


Figura 3 – Vista geral de amostras do aço 4130 recozido a 575°C por diversos tempos (MO).

3.1 Endurecimento Secundário dos Aços

As curvas da Figura 4 mostram o comportamento dos três aços quando se eleva a temperatura de recozimento. A partir de 30 s, observa-se um endurecimento secundário do material, que se intensifica com o aumento do tempo de recozimento. Neste caso, as temperaturas de tratamento foram de 625°C e 650°C. Para o entendimento do fenômeno, foi feita análise química, para a verificação da evolução do carbono e nitrogênio em amostras tratadas na temperatura de 625°C, em função do tempo de tratamento.

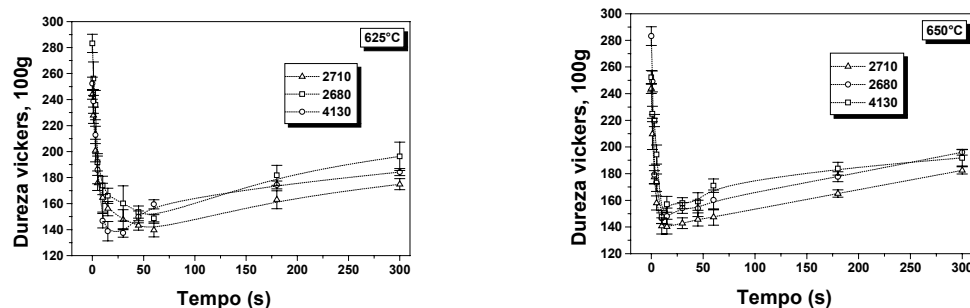


Figura 4 – Evolução da microdureza para os aços 2710, 2680 e 4130 nas temperaturas de 625°C e 650 °C por diversos tempos.

Com relação ao carbono, não se verificou um resultado que possa relacionar o efeito do endurecimento com este elemento, já que com a variação do tempo, o mesmo manteve-se praticamente constante, sofrendo uma pequena descarbonetação com o tempo de 300 s. A Figura 5 mostra a evolução dos teores de carbono e nitrogênio a 625°C, com a variação do tempo. Com relação ao nitrogênio, o efeito foi surpreendente, já que o resultado da análise química mostrou um aumento de até 23 vezes para o aço 2710, 16 vezes para o aço 2680 e 14 vezes para o aço 4130, no teor de nitrogênio, para tempos mais longos. O principal fator da ocorrência deste fenômeno pode estar associado com o tipo de sal utilizado (mistura de nitrito e nitrato). Em função desta composição, durante o tratamento térmico, por difusão,⁽¹²⁾ ocorreu uma nitrogenação dos aços. Em estudo em aço IF, Shen et al.,⁽¹⁵⁾ utilizaram banho de sal com nitrato de potássio. No tratamento térmico, o sal era

decomposto gerando nitrogênio e oxigênio. O oxigênio reagia na superfície, formando uma camada de óxido, enquanto o nitrogênio era difundido para dentro do aço, aumentando substancialmente o limite de resistência, bem como a dureza.⁽¹⁵⁾ Portanto, como o sal utilizado era baseado em nitrato de potássio, houve um incremento de dureza nos aços 2710, 2680 e 4130, nas temperaturas acima de 625°C. Em função desta constatação, o estudo de cinética de recristalização deste trabalho, foi feita utilizando as temperaturas de 550°C, 575°C, 600°C e 610 °C.

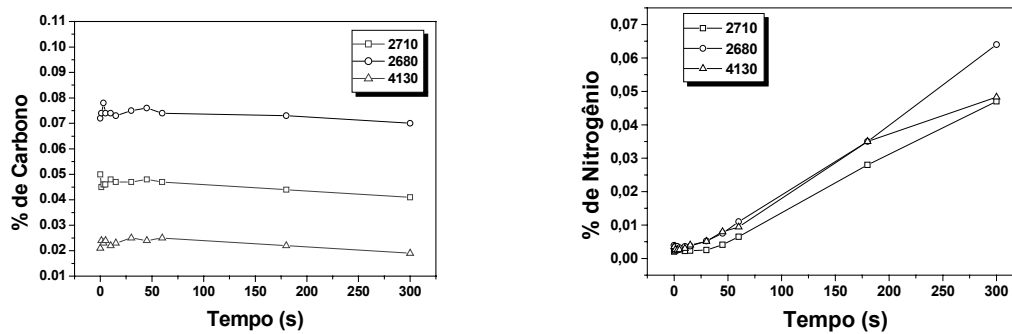


Figura 5 – Evolução dos teores de carbono e nitrogênio para os aços 2710, 2680 e 4130, na temperatura de 625°C por diversos tempos.

3.2 Cinética de Recristalização

O amolecimento do material tem grande correlação com a fração volumétrica recristalizada em tratamentos térmicos, o que pode se assegurar que a fração recristalizada (X_v), é igual à fração amolecida (A),⁽³⁾ e são apresentadas na Figura 6.

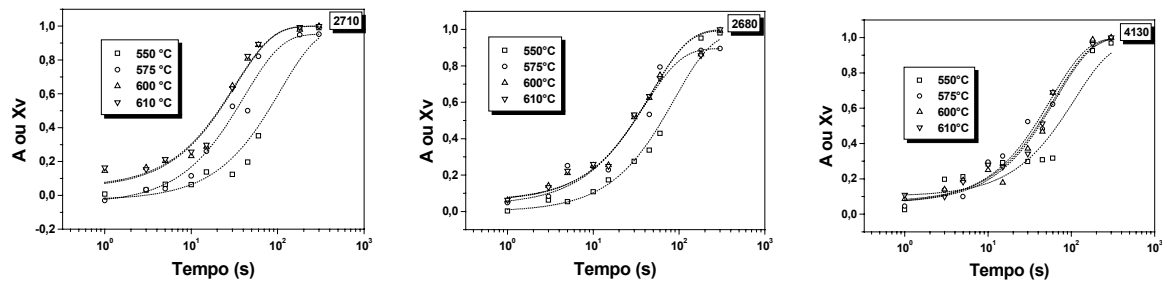


Figura 6 – Fração recristalizada para os aços 2710, 2680 e 4130 de 550 a 610°C.

A partir disto, foram feitas curvas para representar a cinética de recristalização dos três materiais, através do modelo de JMAK (Johnson – Mehl – Avrami – Kolmogorov), calculando o valor experimental “n”, bem como o valor da constante “B”, plotando-se $\ln(t)$ contra $\ln[\ln(1/(1-X_v))]$. Os resultados são apresentados no gráfico da Figura 7.

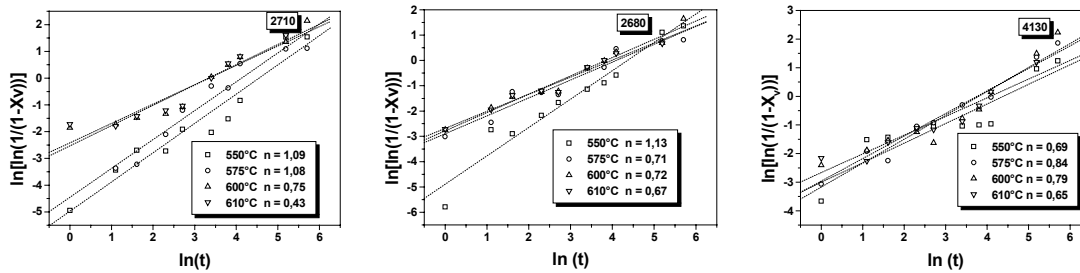


Figura 7 – Relação entre $\ln(t)$ contra $\ln[\ln(1/(1-X_v))]$, para os aços 2710, 2680 e 4130.

Os três aços estudados apresentaram curvas de amolecimento semelhantes, ou seja, no tempo de 60 s e nas temperaturas de 550°C, 575°C, 600°C e 610°C, a recristalização apenas se iniciou, não sendo totalmente completada. A 600°C para o mesmo tempo, o aço 2710 apresentou aproximadamente 80% da fração volumétrica recristalizada, indicando estar bem próximo da temperatura ideal de recristalização para este aço, e com 180 s, se completou a recristalização a esta temperatura. Os aços 2680 e 4130 por sua vez, mesmo com 180 s segundos de tratamento térmico, não recristalizou totalmente, isto se deve ao fato destes aços apresentarem teores de carbono mais elevado e mais baixo, respectivamente, retardando a recristalização, devido a átomos de soluto ou partículas de carboneto de ferro dificultando a migração de contornos de alto ângulo, para o aço 2680 e pela reduzida quantidade de solutos na matriz, reduzindo a quantidade de sítios de nucleação para o 4130. A cinética de recristalização dos três aços, está mostrada na Figura 7, através do modelo de JMAK. A Tabela 2 mostra os valores calculados de “n” e B. O expoente de Avrami apresenta-se com valores bem abaixo do que o proposto pelo modelo de JMAK. Isto se deve ao não atendimento de suas premissas simplificadoras, que são: manutenção das taxas de nucleação e crescimento constantes, nucleação aleatória e crescimento isotrópico de novos grãos durante a recristalização. Os baixos valores se assemelham aos encontrados por Reglé em aço IF. Baixos valores de “n” podem ter sido influenciados pela presença de átomos substitucionais como o manganês e o silício,⁽⁵⁾ que dificultam a difusão, tornando-se barreira para a migração de contornos.

Tabela 2 – Tabela apresentando os valores calculados de n e B.

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

Considerando os resultados do coeficiente de Avrami encontrados, apresentando valores menores para temperaturas mais baixas, realizou-se um tratamento estatístico dos dados baseado em três premissas:

- Como ilustrado na Figura 7, os coeficientes de Avrami foram calculados considerando todos os tempos de recozimento;
- Numa segunda condição, restringiu-se o tempo máximo até 60 s, pois trata-se de uma condição próxima da realidade industrial, onde um tempo de tratamento médio aproxima-se dos 60 s;

- c) Na terceira condição (Valencia Morales et al.⁽⁸⁾ e Muraleedharan,⁽⁹⁾) admite-se que existem erros associados ao cálculo do coeficiente de Avrami e que estes erros são maiores no início e no final da recristalização, portanto eliminaram-se os tempos de 1 s, 3 s, 5 s, 180 s e 300 s.

A Tabela 3 apresenta os resultados dos coeficientes de Avrami considerando as condições citadas acima.

Tabela 3 – Tabela apresentando os resultados dos coeficientes de Avrami para as aproximações.

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

Os resultados da tabela mostraram que para todos os casos, os expoentes de Avrami apresentaram baixos valores.⁽¹⁷⁾ Humphreys et al.,⁽¹⁷⁾ concluíram que a heterogeneidade na recristalização é responsável pelos baixos valores do expoente de Avrami do que o previsto pelo modelo teórico de JMAK. De acordo com Doherty et al.,⁽¹⁶⁾ o expoente de Avrami seria reduzido substancialmente devido à aleatoriedade da distribuição da energia armazenada na deformação. Como é mostrado pelos autores, freqüentemente foram observados baixos valores de “n” durante a recristalização, embora o crescimento fosse aparentemente em duas ou três dimensões. Conforme Vandermeer et al.,⁽¹⁶⁾ valores de “n” para aços baixo carbono variam entre 0,5 e 1,2.

3.3 Tamanho de Grão

A Tabela 4 apresenta os resultados de medidas de tamanho de grão ferrítico médio, para as amostras dos aços 2710, 2680 e 4130, totalmente recristalizados após o tratamento térmico de recozimento à temperatura de 610°C, com o tempo de 300 s. Os resultados mostraram que o tratamento térmico de recozimento promove um refino de grão após a recristalização, isto se deve à elevada redução a frio a que o material é submetido (aproximadamente 90%), com isso a taxa de nucleação de novos grãos é aumentada, gerando grãos mais refinados. Este fenômeno ocorreu igualmente nos os três aços. Os resultados estão de acordo com a literatura para os aços tratados termicamente via recozimento contínuo, ou seja, tamanho de grão ASTM entre 10 e 12⁽¹⁸⁾.

Tabela 4 –Tamanho de grão ferrítico dos aços após recozimento a 610°C por 5 min.

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

4 CONCLUSÕES

- Para os três aços estudados, ocorreu um aumento na dureza, com o aumento da temperatura, sendo bem pronunciado às temperaturas de 625°C e 650°C. Este fenômeno está relacionado com a nitretação ocorrida nas amostras ao se utilizar o sal a base de KNO₃. Por se tratar de amostras com espessuras finas (0,20 mm), o aquecimento ocorre de forma muito rápida, permitindo por difusão a nitretação dos aços. Não sendo, portanto, este sal adequado para tratamentos isotérmicos em folhas metálicas com baixo teor de carbono.
- Considerando que no processo industrial, um tempo de 60 s e uma temperatura de 650°C são suficientes para a completa recristalização dos materiais, os resultados deste trabalho mostram que a temperatura de recristalização para os três aços se posiciona entre 625°C e 650°C.
- Os baixos valores de “n” encontrados mostraram que as cinéticas de recristalização dos três aços não atenderam às premissas simplificadoras do modelo JMAK.
- Não se observou diferença significativa no tamanho de grão final entre os três aços.
- Independente da aproximação utilizada para o cálculo do coeficiente de Avrami, os valores encontrados para os três aços foi baixo, devido provavelmente à nucleação heterogênea e à competição entre recuperação e recristalização.

Agradecimentos

À CSN pela doação dos aços deste trabalho e ao PPG-EM da EEL – USP.

REFERÊNCIAS

- 1 HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M., Recrystallization and related annealing phenomena. Pergamon, 1996.
- 2 ORSETTI ROSSI, P., L., SELLARS, C., M., Quantitative metallography of recrystallization, *Acta Materialia*, v. 45, pp.137-148, 1997.
- 3 PETITGAND, H., RÉGLE; H., ZIMMERMANN, U., Recrystallization and grain growth in batch annealing Ti-IF steels, *Materials Science Forum*, Vols 467–470, pp.1099–1104, 2004.
- 4 TARASIUK, J., GERBER, P.; BACROIX, B., Recrystallized volume fraction analysis, Proceedings of the Joint International Conference “Recrystallization and Grain Growth”, Aachen, v.1, pp. 613-618, 2001.
- 5 CARVALHO, C. R. G, Estudo da cinética de recristalização num aço IF estabilizado ao titânio com adição de silício, PPG-EM, FAENQUIL, 2004.
- 6 ZAEFFERER, S., Experimental techniques for the study of nucleation processes during recrystallization, Proceedings of the First Joint International Conference, “Recrystallization and Grain Growth”, Springer – Verlag, pp. 751-764, 2001.
- 7 VANDERMEER, R.A., Advances in the study of recrystallization kinetics, Proceedings of the Joint International Conference, “Recrystallization and Grain Growth”, Aachen, v.1, pp. 645-657, 2001.
- 8 VALENCIA MORALES, E.; VEGA, L., J.; VILLAR, C., E.; ANTIQUERA, M., J.; FADRAGAS, R., C. Some comments about the errors in the Avrami plots, *Scripta Materialia*, v. 52, pp. 217 – 219, 2005.

- 9 MURALEEDHARAN R.V., Variation of slope in Avrami plots. *Scripta Materialia*, Vol. 40, No. 12, pp. 1367–1370, 1999.
- 10 RÉGLÉ, H., Mechanisms of microstructure and texture evolution during recrystallization of ferritic steels sheets, Proceedings of the Joint International Conference, “Recrystallization and Grain Growth”, Aachen, v.1, pp. 707-717, 2001.
- 11 MARTÍNES-DE-GUERENU, A., ARIZTI, F., GUTIÉRREZ, I., Recovery during annealing in a cold rolled low carbon steel. Part I: Kinetics and microstructural characterization, *Acta Materialia*, vol 52, pp 3665 – 3670, 2004.
- 12 HONEYCOMBE, R. W. K., Aços – Microestrutura e propriedades, Ed. Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, Portugal, 1982.
- 13 ZHAO, J. ,Z., DE, A., K., DE COOMAN, B., C., Kinetics of Cottrell atmosphere formation during strain aging of ultra-low carbon steels. *Materials Letters*, v. 44, pp 374-378, 2000.
- 14 HUTCHINSON, B., ARTYMOWICZ, D., Mechanisms and modeling of microstructure/texture evolution in interstitial-free steel sheets, *ISIJ International*, vol. 41, n° 6, pp. 533 – 541, 2001.
- 15 SHEN, Y., Z., OH, K., H., LEE, D., N., Nitriding of interstitial free steel in potassium-nitrate salt bath, *ISIJ International*, vol. 46, n° 1, pp. 111 – 120, 2006.
- 16 VANDERMEER, R.A., RATH, B., B., Modeling recrystallization kinetics in a deformed iron single crystal, *Metallurgical Transactions*, v.20A, pp.391-401 1989.
- 17 ZWAAG, S., LUO, H., SIETSMA , J. , Effect of inhomogeneous deformation on the recrystallization kinetics of deformed metals, *ISIJ International*, Vol. 44 (2004), No. 11, pp. 1931–1936.
- 18 JABS, S., Comparison of continuous annealing/batch annealing for tinplate. Review of annealing technology, Brussels, 1996.