UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

GABRIEL GODINHO ALVES

Recristalização do aço ARBL microligado ao nióbio CSN 2336

Lorena – SP

2009

GABRIEL GODINHO ALVES

Recristalização do aço ARBL microligado ao nióbio CSN 2336

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de **“Mestre em Engenharia de Materiais”**

Área de Concentração: Materiais metálicos, cerâmicos e poliméricos

Orientador: Prof. Dr. Hugo Ricardo Zschommler Sandim

Lorena – SP

2009

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha Catalográfica

Elaborada pela Biblioteca Especializada em Engenharia de Materiais
USP/EEL

Alves, Gabriel Godinho

Recristalização do aço ARBL microligado ao nióbio CSN 2336. / Gabriel Godinho Alves; orientador Hugo Ricardo Zschommler Sandim - Lorena, 2009.
152f.: il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo.

1. Aços alta resistência baixa liga 2. Microligado ao nióbio 3. Recristalização 4. Modelo JMAK 5. Textura I. Título.

CDU 669.018

AGRADECIMENTOS

À Deus, pela saúde e sabedoria em toda minha vida.

Ao Prof. Dr. Hugo Ricardo Zschommler Sandim, que, nos anos de convivência, muito me ensinou, contribuindo para meu crescimento científico e intelectual, e pela atenção e apoio durante a orientação.

À Escola de Engenharia de Lorena (EEL-USP) pela oportunidade de realização do Mestrado em Engenharia de Materiais. A todos os professores do Mestrado pelos conhecimentos transmitidos e aos colegas Heide Bernardi, Reny Renzetti e Rodrigo Siqueira pela ajuda.

Ao Prof. Dr. Raul E. Bolmaro, do Instituto de Física de Rosário (Argentina), pela realização dos ensaios de textura.

À Companhia Siderúrgica Nacional, pelos recursos disponibilizados (equipamentos e matéria-prima), que permitiram a realização deste trabalho. Aos colegas do Centro de Pesquisas da CSN, em especial a Wilson Azevedo, Paulo Carneiro e David Gonçalves (Laboratório de Matérias-Primas), Cláudio Veríssimo, Marcos Valério, Priscila Carvalho e Andersan Paula (Laboratório de Metalografia) e Gerson Leite, Gilson Paula, Júlio Silva e Tiago Martins (Laboratório de Ensaios Mecânicos) que ajudaram de alguma forma durante a realização do trabalho.

Aos amigos Carlos Roberto Guinâncio Carvalho, Eduardo Amorim Motta e Rogério Ferreira, pelo apoio.

À minha esposa Francine Garcia Fagundes Alves e aos meus filhos (Gustavo e Gabriela), pela compreensão, carinho, presença e incansável apoio ao longo do período de elaboração deste trabalho. À minha mãe Dora, meu pai José (minha referência), irmãos e irmãs que sempre me apoiaram.

A todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização deste trabalho.

RESUMO

ALVES, G. G. Recristalização do aço ARBL microligado ao nióbio CSN 2336. 2009.152f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2009.

No presente trabalho estudou-se a recristalização do aço de alta resistência baixa liga (ARBL) microligado ao nióbio (160 ppm em peso) da Companhia Siderúrgica Nacional 2336 utilizado na fabricação de reforços estruturais para a indústria automobilística. A grande utilização deste tipo de aço pelas indústrias tem motivado o desenvolvimento de novas ligas capazes de atender a requisitos críticos de estampagem combinado com alta resistência mecânica. Amostras deste aço no estado laminado a quente foram deformadas posteriormente a frio em escala piloto com reduções de 50 e 70%, reduções típicas na indústria, e recozidas em banho de sal em temperaturas variando entre 600 e 700°C em diferentes tempos. A evolução microestrutural das amostras no estado encruado e na condição recozida foi acompanhada utilizando-se as técnicas de microscopia ótica e eletrônica de varredura. As texturas de deformação e de recristalização foram determinadas via difração de raios X. A fração volumétrica recristalizada (X_v) e o tamanho de grão foram determinados com o auxílio de metalografia quantitativa nas amostras recozidas. Medidas de microdureza Vickers foram utilizadas para construir as curvas de encruamento e da cinética de amolecimento em função da temperatura de recozimento e comparadas com curvas construídas pelo primeiro método. Os resultados mostram que a recristalização ocorre em temperaturas acima de 650°C. Com auxílio de um gráfico de X_v contra A (fração amolecida), podemos observar a ocorrência de um desvio da idealidade a 650°C e 700°C. A explicação mais provável é a ocorrência de precipitação, especialmente para o aço menos deformado. Os valores do expoente de Avrami obtidos a partir das duas abordagens (medidas de microdureza e metalografia quantitativa) são apresentados e discutidos.

Palavras-chave: Aços alta resistência baixa liga. Microligado ao nióbio. Recristalização. Modelo JMAK. Textura.

ABSTRACT

ALVES, G. G. Recrystallization of a Nb-added High Strength Low Alloy CSN 2336 steel. 2009. 152f. Dissertation (Master of Science in Materials Engineering) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2009.

The recrystallization of a high strength low alloy steel (HSLA) containing niobium (160 wt-ppm) was investigated. The HSLA steel, named CSN 2336, is used in the manufacture of structural parts for automotive industry. The increasing use of this application type of steels in automotive industries has motivated the development of new alloys able to gather the critical requirements for deep drawing combined with high strengths. Samples of this steel in hot-rolled condition were cold-rolled with reductions of 50% and 70%, commonly used in most of applications, and isothermally annealed in salt bath at temperatures between 600 and 700°C. The microstructure of the samples in both cold-worked and annealed states was imaged using light optical (LOM) and scanning electronic microscopies (SEM). Deformation and recrystallization textures were determined by X-ray diffraction. The recrystallized volume fraction (X_v) and the mean grain size were determined by quantitative metallography in the annealed samples. Vickers microhardness testing was used to determine the work hardening and the softening kinetics behaviors. The results show that recrystallization occurs at temperatures above 650°C for the most deformed steel. By plotting X_v against A (softening fraction), we observe the occurrence of a deviation from ideality at 650°C and 700°C, likely caused by solid-state precipitation, especially for the less deformed steel. The values of n (Avrami exponent) obtained from both approaches (softening curves and quantitative metallography) are presented and discussed.

Key words: High strength low alloy steels. Steel containing niobium. Recrystallization. Texture. JMAK Model.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Relação entre a diminuição do peso do veículo e a quantidade de CO ₂ emitida na atmosfera.	26
Figura 2	Esquema do recozimento em caixa do tipo HPH da CSN.	27
Figura 3	Esquema da linha de recozimento contínuo da CSN.	28
Figura 4	Alterações microestruturais durante a laminação. Quando não ocorre recristalização da austenita, obtêm-se grãos austeníticos menores e / ou alongados. A nucleação da ferrita é favorecida nestas condições, resultando em grãos ferríticos mais finos no produto da laminação controlada.	30
Figura 5	Faixas de propriedades típicas dos modernos aços planos de alta resistência. A nomenclatura faz referência, em geral, ao mecanismo de aumento da resistência.	31
Figura 6	Precipitação de Nb(C,N) aço 0,90%C e 0,07%Nb, reauecido a 1250°C, laminado 25% a 950°C e resfriado ao ar (MET, técnica do campo escuro - 120.000X).	34
Figura 7	Diagrama Recristalização – Tempo – Temperatura da austenita deformada de um aço com 0,18%C, 0,65%Mn e 0,065%Nb após redução de 40 e 60%.	36
Figura 8	Comparação entre valores teóricos (Modelo de Ashby-Orowan) e experimentais do incremento da tensão de escoamento, com o tamanho e densidade das partículas de carbonitretos de Nb, V e Ti.	36
Figura 9	Efeito da temperatura de laminação e da adição de 0,026%Nb nas propriedades mecânicas de um aço com 0,2%C. Aço com Nb (C-Nb) e sem Nb (C).	38
Figura 10	Fração de nióbio em solução na austenita para aços com 0,2%C aquecidos em diferentes temperaturas.	38
Figura 11	Microestrutura dos aços 0,2%C, com (C-Nb) e sem adição de nióbio (C), após laminação em diferentes temperaturas. Nital. 600X.	39
Figura 12	Representação esquemática de microestruturas no estado encruado: a) deformações intermediárias e b) grandes deformações ($\epsilon > 1$).	42
Figura 13	Desenho esquemático mostrando uma banda de transição num material deformado.	44

Figura 14	Estágios da recuperação de metal deformado a frio: a) emaranhado de discordâncias, b) formação de células, c) aniquilação de discordâncias em paredes de célula e d) formação de subgrãos.	46
Figura 15	Heterogeneidade na distribuição das regiões recristalizadas. Recristalização ocorrendo preferencialmente nos grãos da fibra γ , enquanto que os grãos da fibra α continuam apenas recuperados. Aço extra-baixo carbono com redução a frio de 90% recozido a 575°C por 60 s (MO 500X, gentileza, E. A. Motta, EEL-USP, Lorena, SP).	48
Figura 16	Curva típica da cinética de recristalização durante recozimento isotérmico.	48
Figura 17	(a) Efeito da temperatura de recozimento na liga Fe-3,5%Si deformada 60%; (b) Gráfico de Arrhenius do tempo para 50% de recristalização.	51
Figura 18	Relação entre fração amolecida e fração recristalizada para o alumínio (maior EDE) e para o cobre (menor EDE).	53
Figura 19	Gráfico JMAK para o aço CSN 2710 com redução a frio de 90% recozido nas temperaturas indicadas (gentileza, E. A. Motta, EEL-USP, Lorena, SP).	56
Figura 20	Textura $\{001\} \langle 110 \rangle$ numa chapa laminada.	58
Figura 21	Seção $\varphi_2 = 45^\circ$ para um aço encharcado a 1250°C e laminado até 90% de redução. (T_f) é a temperatura final de laminação.	60
Figura 22	Seções $\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$ de um aço baixo carbono laminado a frio 60%, notação de Bunge.	61
Figura 23	Seções $\varphi_2 = 0^\circ$ (adaptado) e $\varphi_2 = 45^\circ$ mostrando a posição das fibras α e γ em aços baixo carbono.	62
Figura 24	Seções $\varphi_2 = 45^\circ$ das FDOCs obtidas por difração de raios X de amostras de aço IF laminado a frio (redução de 77%) tratado termicamente em recozimento contínuo a 720°C.	64
Figura 25	Ângulos de Euler (φ_1 , Φ e φ_2) conforme notação de Bunge.	66
Figura 26	Ábacos de $\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$ para interpretar as FDOCs.	67
Figura 27	Representação esquemática do modo de amostragem adotado no presente trabalho.	70
Figura 28	Representação esquemática dos corpos-de-prova reduzidos preparados para o estudo da recristalização.	73

Figura 29	Desenho esquemático: (a) corte realizado nas amostras recozidas e (b) superfície preparada para análise metalográfica e medição de microdureza.	76
Figura 30	Desenho esquemático dos pontos de medição de microdureza nas amostras.	77
Figura 31	Exemplo do método via metalografia quantitativa (fração de pontos) utilizado para determinação de X_v . Corpo-de-prova recozido a 700°C por 15 s com redução de 70% (MO – 500X).	80
Figura 32	Dilatação em função da temperatura para taxa de aquecimento de 1°C/s.	83
Figura 33	Dilatação em função da temperatura para taxa de aquecimento de 15°C/s.	83
Figura 34	Dilatação em função da temperatura para taxa de aquecimento de 30°C/s.	84
Figura 35	Curva de encruamento do aço ARBL CSN 2336.	85
Figura 36	Curva de amolecimento do aço ARBL CSN 2336.	87
Figura 37	Amolecimento com o progresso da recristalização para recozimento a 650°C.	89
Figura 38	Amolecimento com o progresso da recristalização para recozimento a 700°C.	90
Figura 39	Cinética de recristalização do aço recozido a 650°C via fração amolecida.	94
Figura 40	Cinética de recristalização do aço recozido a 700°C via fração amolecida	95
Figura 41	Determinação dos expoentes de Avrami para o aço recozido a 650°C.	96
Figura 42	Determinação dos expoentes de Avrami para o aço recozido a 700°C.	97
Figura 43	Cinética de recristalização do aço recozido a 650°C via metalografia quantitativa.	99
Figura 44	Cinética de recristalização do aço recozido a 700°C via metalografia quantitativa.	100

Figura 45	Determinação dos expoentes de Avrami para o aço recozido a 650°C.	101
Figura 46	Determinação dos expoentes de Avrami para o aço recozido a 700°C.	102
Figura 47	Correlação entre A e X_v para o aço recozido a 650°C e 50% de redução a frio.	105
Figura 48	Correlação entre A e X_v para o aço recozido a 650°C e 70% de redução a frio.	106
Figura 49	Correlação entre A e X_v para o aço recozido a 700°C e 50% de redução a frio.	107
Figura 50	Correlação entre A e X_v para o aço recozido a 700°C e 70% de redução a frio.	108
Figura 51	Microestrutura da BQD CSN 2336. Ataque Nital 4% (MO - 500X).	112
Figura 52	Micrografia da BQD na região destacada na figura anterior - perlita - (MEV, elétrons secundários).	112
Figura 53	Microestrutura da seção DL – DN do aço ARBL CSN 2336 no estado “ <i>laminado a quente</i> ” e “ <i>encruado</i> ” após reduções a frio indicadas acima (MO – 500X).	114
Figura 54	Microestrutura da seção DL – DN do aço ARBL CSN 2336 após reduções a frio de 50 e 70%, respectivamente (MO – 500X).	115
Figura 55	Microestrutura da seção DL – DN do aço ARBL CSN 2336 após recozimento durante 15 min para cada temperatura acima – redução a frio de 50% (MO – 500X).	117
Figura 56	Microestrutura da seção DL – DN do aço ARBL CSN 2336 após recozimento durante 15 min para cada temperatura acima – redução a frio de 70% (MO – 500X).	118
Figura 57	Microestrutura da seção DL – DN das seguintes condições: A – recozida a 575°C com 50% de redução e B – recozida a 600°C com 70% de redução (MO – 500X).	119
Figura 58	Análise via MEV do corpo-de-prova com 50% de redução recozido a 575°C por 15 min (imagens de elétrons retroespalhados e secundários). Note a ausência de grãos recristalizados nesta condição.	120

Figura 59	Análise via MEV do corpo-de-prova com 70% de redução recozido a 600°C por 15 min (imagens de elétrons retroespalhados e secundários). Note a ocorrência de recristalização parcial e do alinhamento de partículas de cementita.	121
Figura 60	Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 600°C e com 50% de redução a frio (MO – 500X).	124
Figura 61	Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 600°C e com 70% de redução a frio (MO – 500X).	125
Figura 62	Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 650°C e com 50% de redução a frio (MO – 500X).	126
Figura 63	Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 650°C e com 70% de redução (MO – 500X).	127
Figura 64	Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 700°C e com 50% de redução (MO – 500X).	128
Figura 65	Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 700°C e com 70% de redução (MO – 500X).	129
Figura 66	Micrografia dos corpos-de-prova recozidos a 650°C e com 50% de redução a frio. A – início da recristalização com 180 s e B – ainda observa-se restos de encruamento com 600 s (MO – 500X).	130
Figura 67	Micrografia dos corpos-de-prova recozidos a 650°C e com 70% de redução. A – início da recristalização com 45 s (MO – 500X) e B – totalmente recristalizada com 300 s (MO – 1000X).	131
Figura 68	Micrografia dos corpos-de-prova recozidos a 700°C e com 50% de redução. A – início da recristalização com 20 s e B – totalmente recristalizada com 180 s (MO – 500X).	132
Figura 69	Micrografia dos corpos-de-prova recozidos a 700°C e com 70% de redução. A – início da recristalização com 15 s (MO – 1000X) e B – totalmente recristalizada com 120 s (MO – 500X).	133
Figura 70	Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 700°C, 70% de redução e com 60 s, retiradas ao longo da espessura do material (MO – 500X). Não se observa variação microestrutural significativa ao longo da espessura dos corpos-de-prova.	134
Figura 71	Micrografias do corpo-de-prova com 70% de redução, recozido a 700°C por 15 s (imagens de elétrons retroespalhados e secundários). Nota-se nucleação em bandas (fibra γ) e heterogeneidade da recristalização.	135

Figura 72	Figuras de pólo do aço ARBL CSN 2336 na condição “laminado a quente” (BQ) obtidas por difração de raios X.	138
Figura 73	Figuras de pólo do aço ARBL CSN 2336 na condição “laminado a frio” com 50% de redução obtidas por difração de raios X.	138
Figura 74	Figuras de pólo do aço ARBL CSN 2336 na condição “laminado a frio” com 70% de redução obtidas por difração de raios X.	139
Figura 75	Figuras de pólo do aço ARBL CSN 2336 na condição “laminado a frio” com 70% de redução e recozida a 700°C por 15 min em banho de sais fundidos obtidas por difração de raios X.	139
Figura 76	FDOC do aço ARBL CSN 2336 na condição “laminado a quente” mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$, em intervalos de 5° e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória.	140
Figura 77	FDOC do aço ARBL CSN 2336 na condição “laminado a frio” com 50% de redução mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$, em intervalos de 5° e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória.	141
Figura 78	FDOC do aço ARBL CSN 2336 na condição “laminado a frio” com 70% de redução mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$, em intervalos de 5° e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória.	142
Figura 79	FDOC do aço ARBL CSN 2336 na condição “laminado a frio” com 70% de redução e recozido a 700°C por 15 min (100% recristalizada) mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$, em intervalos de 5° e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória.	143

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Propriedades mecânicas típicas de alguns aços ARBL.	48
Tabela 2	Tipos de precipitados reportados em aços microligados ao nióbio e ao titânio.	34
Tabela 3	Principais componentes de textura presentes nos aços ferríticos.	67
Tabela 4	Composição química do aço CSN 2336 (% em peso).	69
Tabela 5	Seqüência de laminação a frio do aço ARBL para 50% de redução de espessura.	72
Tabela 6	Seqüência de laminação a frio do aço ARBL para 70% de redução de espessura.	72
Tabela 7	Temperaturas de transformação de fases, Ac_1 , Ac_3 , Ar_1 e Ar_3 em função da taxa de aquecimento.	83
Tabela 8	Variação da microdureza Vickers com a redução a frio.	85
Tabela 9	Variação da microdureza Vickers após tratamento térmico por 15 min.	87
Tabela 10	Variação da microdureza Vickers no recozimento do aço a 650°C.	89
Tabela 11	Variação da microdureza Vickers no recozimento do aço a 700°C.	90
Tabela 12	Evolução da fração recristalizada no aço recozido a 650°C.	94
Tabela 13	Evolução da fração recristalizada no aço recozido a 700°C.	95
Tabela 14	Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço recozido a 650°C.	96
Tabela 15	Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço recozido a 700°C.	97
Tabela 16	Evolução da fração recristalizada no aço recozido a 650°C.	99
Tabela 17	Evolução da fração recristalizada no aço recozido a 700°C.	100
Tabela 18	Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço recozido a 650°C.	101
Tabela 19	Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço recozido a 700°C.	102
Tabela 20	Tabela apresentando os valores calculados de n e B.	104

Tabela 21	Fração amolecida (A) <i>versus</i> fração volumétrica recristalizada (X _v) a 650°C 50% de redução.	105
Tabela 22	Fração amolecida (A) <i>versus</i> fração volumétrica recristalizada (X _v) a 650°C 70% de redução.	106
Tabela 23	Fração amolecida (A) <i>versus</i> fração volumétrica recristalizada (X _v) 700°C 50% de redução.	107
Tabela 24	Fração amolecida (A) <i>versus</i> fração volumétrica recristalizada (X _v) 700°C 50% de redução.	108
Tabela 25	Tamanho médio de grão (em µm) das amostras recristalizadas.	136

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

A	Fração amolecida
ARBL	Alta resistência baixa liga
ARF	Alta resistência a frio
B	Constante cinética no modelo de JMAK
BA	Recozimento em caixa (<i>Box Annealing</i>)
BFF	Bobina fina a frio
BFH	Bobina <i>full hard</i>
BQ	Bobina laminada quente
BQD	Bobina laminada a quente e decapada
CAPL	Recozimento contínuo
CCC	Cúbico de corpo centrado
CFC	Cúbico de faces centradas
CP	<i>Complex Phase</i>
DDW	<i>Dense dislocation walls</i>
DDWD	<i>Dislocation dense walls</i> (paredes de discordâncias)
DL	Direção de laminação
DN	Direção normal à direção de laminação
DP	<i>Dual Phase</i>
DT	Direção transversal à direção de laminação
$\dot{\epsilon}$	Taxa de deformação
EBSD	<i>Electron Backscatter Diffraction</i> (difração de elétrons retroespalhados)
EDE	Energia de defeito de empilhamento
e_f	Espessura final após laminação a frio
e_i	Espessura inicial antes da laminação a frio
FDOC	Função de distribuição de orientações cristalinas
$\bullet$	
G	Taxa de crescimento
HPH	Alta convecção a hidrogênio
HSLA	<i>High Strength Low Alloy</i>
IF	<i>Interstitial Free</i> (livre de intersticiais)
JMAK	Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov
LE	Limite de escoamento
LR	Limite de resistência à tração

LRCC	Linha de recozimento contínuo de chapas
MB	<i>Microbands</i>
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MO	Microscopia óptica
$\dot{N}$	Taxa de nucleação constante
n	Expoente de Avrami
n _{av}	Expoente médio local
SE	Elétrons secundários (topografia)
T _f	Temperatura absoluta de fusão
T _{nr}	Temperatura de não-recristalização da austenita
TRIP	<i>Transformation Induced Plasticity</i>
ULSAB	<i>Ultra Light Steel Autobody</i>
X _v	Fração volumétrica recristalizada
ε	Deformação verdadeira
ρ	Densidade de discordâncias
σ	Desvio-padrão

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	23
2	REVISÃO DA LITERATURA	29
2.1	Aços de alta resistência baixa liga (ARBL)	29
2.2	Elementos microligantes (características gerais)	31
2.3	Precipitação	32
2.4	Propriedades e características do nióbio como microligante	35
2.5	Estado encruado	40
2.6	Evolução microestrutural durante a deformação	41
2.7	Fatores que afetam a microestrutura do material deformado	43
2.8	Recuperação e recristalização	45
2.9	Cinética de recristalização (modelo JMAK)	52
2.10	Textura cristalográfica	57
3	MATERIAIS E MÉTODOS	68
3.1	Material	68
3.2	Métodos	69
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	82
4.1	Composição química do aço	82
4.2	Determinação das temperaturas Ar_1 e Ar_3 por dilatometria	82
4.3	Redução a frio	84

4.4	Amolecimento dos aços	86
4.5	Cinética de amolecimento	88
4.6	Cinética de recristalização	92
4.7	Evolução da microestrutura	110
4.8	Tamanho de grão recristalizado	136
4.9	Textura cristalográfica	137
5	CONCLUSÕES	144
	REFERÊNCIAS	147

1 Introdução

Os aços microligados formam um grupo de aços de alta resistência e baixa liga (ARBL), onde os elementos de liga além do carbono, manganês e silício estão presentes em teores típicos inferiores a 0,1% em peso cada. O nióbio, o zircônio, o titânio, o vanádio e o boro são os elementos comumente adicionados.

A indústria automobilística e diversos setores industriais necessitam de aços com características adequadas à manufatura de peças com geometrias complexas e alta precisão dimensional, além da redução de espessura via aumento de resistência mecânica, objetivando economia de combustível e redução na emissão de gases na atmosfera. A literatura reporta que o uso de aços com microadições de elementos de liga, juntamente com um processamento termomecânico controlado, permite a obtenção de materiais com excelentes valores de propriedades mecânicas (GERMANO, 1994; MARTINS, 1995). Deste modo, estruturas mais leves podem ser construídas diminuindo o peso dos veículos. A Figura 1 mostra a relação entre a diminuição do peso do veículo e a quantidade de CO₂ emitida na atmosfera (PRICE, 2001).

O material escolhido para este estudo foi um aço ARBL microligado ao nióbio. Trata-se de um aço com matriz ferrítica associada com perlita juntos aos contornos de grão e endurecido por partículas finas, em geral nitretos e carbonitretos de nióbio. Dependendo do tamanho e de sua distribuição no material (espaçamento interpartículas e fração volumétrica), estas partículas podem retardar ou acelerar a recristalização neste material.

Atualmente a Companhia Siderúrgica Nacional (CSN), com foco no segmento automobilístico, vem desenvolvendo aços de alta resistência mecânica (ARBL). Uma faixa de propriedades mecânicas típicas destes materiais é apresentada na Tabela 1.

As especificações CSN ARF315 e ARF355 referem-se a aços carbono-manganês microligados ao nióbio comerciais, cujo percentual em peso visado é de 200 e 250 ppm-p, respectivamente. O aço ARBL em estudo, o CSN 2336, possui um teor de nióbio ligeiramente mais baixo (160 ppm-p).

O produto final na linha de produção deste material é uma Bobina Fina a Frio (BFF), que tem sua origem na etapa de laminação a quente. O processo começa com a laminação de placas no campo austenítico com aproximadamente de 257 mm de espessura para se obter uma bobina a quente (BQ) com espessura que pode variar de 3,00 a 3,90 mm. Após esse processo, a BQ passa por um processo de decapagem onde são retirados os óxidos oriundos da laminação. Posteriormente, o material sofre um processo de trabalho a frio, onde a espessura é reduzida de 50 a 70%, dependendo da aplicação no cliente final.

Após a laminação a frio, a microestrutura e a ductilidade da tira metálica são bastante afetadas. A energia armazenada no cristal deformado aumenta devido à multiplicação e à interação de discordâncias durante a deformação plástica, resultando no aumento considerável da densidade de discordâncias. Esta energia de natureza elástica armazenada no material encruado é a força-motriz para a recuperação e a recristalização do metal. Para uso posterior, o material deve ter sua microestrutura totalmente recristalizada com tamanho de grão e textura adequados para a posterior conformação das chapas. O recozimento deste material em estudo é realizado atualmente na CSN mediante recozimento isotérmico em caixa (BA) do tipo HPH (alta convecção a hidrogênio). Na Figura 2, observa-se um esquema do forno de recozimento em caixa da CSN. Cabe ressaltar que já é objeto de estudo, com vários lotes experimentais já produzidos em escala industrial, o recozimento deste material via linha de recozimento contínuo (CAPL). Estes equipamentos estão instalados na CSN em Volta Redonda – RJ.

O recozimento contínuo consiste de uma seção de limpeza eletrolítica, para a retirada de óleos e sujidades oriundos da laminação a frio, e de um forno com as seguintes seções: aquecimento, encharque, resfriamento primário, envelhecimento e resfriamento rápido, conforme esquema apresentado na Figura 3. Neste forno, o material percorre uma trajetória sempre na vertical. É interessante fomentar o desenvolvimento deste aço via recozimento contínuo, uma vez que o material obtido apresenta maior uniformidade das propriedades, forma e superfície, além de ser mais adequado para a fabricação de aços mais resistentes e de menor custo de transformação (MOTTA, 2007).

O objetivo fundamental desta Dissertação é o estudo da recristalização estática do aço ARBL microligado ao nióbio CSN 2336 para avaliar as melhores condições de operação¹ para atendimento das normas nacionais e internacionais deste material (CSN ARF 315, CSN ARF355, FIAT FEE355, DIN EN10268 H360LA, H380LA, H420LA, dentre outras).

Neste trabalho as microestruturas são observadas com o auxílio de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), tanto no modo de elétrons retroespalhados como por elétrons secundários. A fração recristalizada foi determinada com o auxílio de metalografia quantitativa ou de forma indireta, por meio de medidas de microdureza Vickers (CARVALHO, 2004; MOTTA, 2007).

Além disso, a caracterização microestrutural das amostras permitiu determinar a natureza da microestrutura no estado “*recozido*” (recuperada, parcialmente recristalizada e totalmente recristalizada) e o tamanho de grão final.

São apresentados também os resultados e as discussões sobre as curvas de X_v (em função da fração amolecida (A) obtida por meio das medidas de microdureza Vickers e via metalografia quantitativa) e os valores do expoente de Avrami (n).

¹ Tais como tempo de residência (velocidade da linha), temperatura de recozimento e/ou redução a frio e suas combinações.

Os resultados deste trabalho podem contribuir para o aumento da produtividade dos equipamentos envolvidos na produção deste aço, assim como aumentar a demanda e agregar valor ao portfólio de produtos laminados a frio com aços de alto valor tecnológico.

Tabela 1 – Propriedades mecânicas típicas de alguns aços ARBL

PROPRIEDADE MECÂNICA	AÇO	
	ARF 315	ARF 355
LE (MPa) mínimo	315	355
LR (MPa)	380 / 520	415 / 530
Alongamento (% - base 50) mínimo	24	20
Dureza (HRb) máximo	84	87

Limite de resistência (LR) e limite de escoamento (LE)

Figura 1 – Relação entre a diminuição do peso do veículo e a quantidade de CO₂ emitida na atmosfera (PRICE, 2001).

Figura 2 – Esquema do recozimento em caixa do tipo HPH da CSN (DOTTI, 1997).

Figura 3 – Esquema da linha de recozimento contínuo da CSN (LINHARES, 1994).

2. Revisão da literatura

2.1. Aços de alta resistência e baixa liga (ARBL)

As últimas décadas viram grandes desenvolvimentos na tecnologia dos aços ARBL (*High Strength Low Alloy – HSLA*). Estes desenvolvimentos foram baseados, em sua maioria, na compreensão da correlação entre propriedades e microestrutura.

Historicamente, os projetos de aços e de outras ligas ferrosas eram baseados no limite de ruptura e o carbono era o principal elemento de liga a ser considerado. Apesar do baixo custo, a tenacidade e a soldabilidade eram baixas. Com o advento das modernas técnicas de soldagem, exigiu-se a redução do teor de carbono nos aços. Para manter a resistência, o teor de manganês foi aumentado. Falhas catastróficas de estruturas soldadas levaram ao reconhecimento da importância do controle ao limite de escoamento. O teor de carbono foi reduzido ainda mais, mantendo-se o teor de manganês elevado. A importância do tamanho de grão na resistência e na tenacidade foi reconhecida. A redução do tamanho de grão permitia aumentar a resistência e a tenacidade sem comprometer a soldabilidade e a ductilidade, levando à pesquisa de meios de se obter grãos cada vez mais finos.

O uso de elementos microligantes, como o nióbio, dissolvidos na austenita ou precipitados na forma de carbonitretos, aumenta a temperatura de recristalização e retarda o crescimento de grão austenítico. Juntamente com um processamento termomecânico controlado (laminação controlada), permite a obtenção de materiais com excelentes propriedades mecânicas (GERMANO, 1994; MARTINS, 1995). A Figura 4 apresenta, esquematicamente, as alterações estruturais que causam a formação de grão ferríticos finos nos aços submetidos à laminação controlada (SILVA, 2006).

Figura 4 – Alterações microestruturais durante a laminação. Quando não ocorre recristalização da austenita, obtêm-se grãos austeníticos menores e / ou alongados. A nucleação da ferrita é favorecida nestas condições, resultando em grãos ferríticos mais finos no produto da laminação controlada (SILVA, 2006).

A classificação dos diversos graus de aços via limite de resistência utilizada pelo projeto ULSAB (*Ultra Light Steel Autobody*), desenvolvido a partir de 1994 por um consórcio de usinas siderúrgicas de vários países, classifica os aços em três categorias: aços de baixa resistência ($LR < 270$ MPa), aços de alta resistência (LR entre 270 a 700 MPa) e aços de ultra-alta resistência ($LR > 700$ MPa).

O projeto também faz uma diferenciação entre os aços de alta resistência convencionais, como *Bake Hardening*, aços ligados ao manganês (C-Mn), **aços alta resistência baixa liga (ARBL)** e os aços de alta resistência avançados (aços TRIP - *Transformation Induced Plasticity*, aços DP - *Dual Phase*, aços CP - *Complex Phase* e os martensíticos), como mostra a Figura 5.

Os aços ARBL vêm sendo bastante utilizados em diversas aplicações, como tubulações (oleodutos e gaseodutos), construção naval e vasos de pressão, dentre outras.

Figura 5 – Faixas de propriedades típicas dos modernos aços planos de alta resistência. A nomenclatura faz referência, em geral, ao mecanismo de aumento da resistência (SILVA, 2006).

2.2. Elementos microligantes (características gerais)

A adição controlada de elementos de liga promove melhorias significativas nas propriedades dos aços. Este efeito benéfico deve-se à ligação com elementos residuais nocivos e à formação de novas fases. Suas concentrações são limitadas a cerca de 0,001-0,1% e, por esta razão, são chamados de elementos microligantes. Os principais elementos microligantes usados em aços são o nióbio, o titânio, o vanádio e o boro. Seus aspectos característicos são concentração muito baixa (0,001-0,1%), a forte interação com o carbono, o nitrogênio e o enxofre e a precipitação de outras fases na matriz (HONEYCOMBE, 1980; CHAWLA, 1982; RANDLE, 1996).

A afinidade dos microligantes por estes elementos (carbono, nitrogênio e enxofre) conduz à precipitação de novas fases em temperaturas de processo relativamente baixas.

Em temperaturas elevadas, isto é, no campo austenítico, os compostos tendem a se dissolver, total ou parcialmente, na matriz (MEYER, 1987; MARTINS, 1995; RANDLE, 1996).

Os parâmetros microestruturais, que podem ser controlados ou alterados por meio dos microligantes são o tamanho e a forma dos grãos; o tamanho dos precipitados; a estrutura de ferrita (ferrita, bainita e martensita); a densidade de discordâncias e a fração volumétrica de inclusões não-metálicas (MEYER, 1986, 1987; RANDLE, 1996).

Os elementos microligantes retardam a recristalização da austenita provocando ganhos de propriedades mecânicas e de tenacidade em aços submetidos a tratamento termomecânico. Pode-se dizer que a adição de microligantes retarda a migração dos contornos de grão na austenita devido à segregação dos elementos de liga nos contornos e à precipitação de carbonetos, nitretos e carbonitretos nos contornos de grão.

2.3. Precipitação

À medida que se diminui a temperatura no campo austenítico, a precipitação dos carbonetos e carbonitretos é favorecida devido à redução da solubilidade dos elementos microligantes (RANDLE, 1996; ARIETA, 1998).

A precipitação de compostos contendo elementos microligantes pode ocorrer também na ferrita, durante a transformação de fases. Neste caso ela ocorre preferencialmente na interface austenita-ferrita. Esses precipitados interfaciais possuem como características principais o fato de se apresentarem muito finos e alinhados, além de causarem um aumento considerável no endurecimento da ferrita. A Figura 6 apresenta

precipitados de Nb (C, N) em um aço contendo 0,90% de carbono e 0,07% de nióbio, reaquecido a 1250°C, laminado até 25% de redução a 950°C e resfriado ao ar.

Em um trabalho pioneiro sobre a precipitação em aços ARBL ao nióbio no Brasil, Brito (BRITO, 1978) reportou a existência de outro mecanismo responsável pelo aumento da resistência mecânica em aços com adição de nióbio, quando comparado com aços ao carbono de mesma granulagem. Este endurecimento era até então creditado apenas ao efeito refinador do nióbio no grão ferrítico (mecanismo de Hall-Petch). Os resultados da caracterização microestrutural realizados por Brito (BRITO, 1978) mostram a ocorrência de endurecimento por precipitação no estado sólido. Se após a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ ainda houver uma supersaturação de microligantes em solução sólida na ferrita, ocorrerá nova precipitação (partículas mais finas) causando um endurecimento adicional na ferrita (BRITO, 1978; MARTINS, 1995).

Uma revisão dos diferentes tipos de precipitados nos aços é apresentada na Tabela 2. Os precipitados exibem uma grande variedade de tamanhos e morfologias, dependendo da composição química do aço, da natureza dos precipitados e da temperatura de precipitação (MEYER, 1987).

A dissolução e a precipitação de fases contendo microligantes são de importância decisiva nas propriedades do aço. É importante entender que a dissolução e a precipitação são governadas não somente pela concentração dos elementos presentes, mas também pelos parâmetros de processo aplicados durante a laminação. As propriedades do aço são, por esta razão, ditados pelos efeitos diretos ou indiretos dos microligantes.

Os processos de precipitação e segregação no contorno de grão austenítico, além de retardarem a recristalização, controlam o crescimento do grão durante a laminação. O efeito da precipitação é mais marcante que o da segregação (SILVA, 2006).

Tabela 2 – Tipos de precipitados reportados em aços microligados ao nióbio e ao titânio (MEYER, 1987).

Temperatura de precipitação decrescente ↓	Tipo e tamanho dos precipitados	Tipo de precipitado	Exemplos
	Inclusões grosseiras ($\simeq 10^4$ nm)	Precipitação antes ou durante a solidificação	TiN, ZrN, Ti ₄ C ₂ S ₂ Zr ₄ C ₂ S ₂
	Precipitados finos ($\simeq 10^1$ nm)	Baixo Ti Precipitação na fase- α	TiN
	Precipitados de tamanho médio ($\simeq 10^2$ nm)	Precipitados nos contornos de γ e subestruturas	NbC TiC BN
	Precipitados de tamanho médio ($\simeq 10^2$ nm)	Precipitação introduzida por deformação	NbC TiC
	Fileiras de finos precipitados ($\simeq 10^1$ nm)	Precipitação na interface γ / α	NbC TiC V(C,N)
	Precipitados e agrupamentos extremamente finos, semi-coerentes ($< 10^1$ nm)	Precipitação na fase- α	NbC TiC V(C,N)

Figura 6 – Precipitação de Nb(C,N) aço 0,90%C e 0,07%Nb, reauecido a 1250°C, laminado 25% a 950°C e resfriado ao ar (MET, campo escuro - 120.000X) (SANTELLA, 1981).

2.4. Propriedades e características do nióbio como microligante

O elemento microligante nióbio tem como característica o fato de produzir efeitos particularmente marcantes, mesmo em baixas concentrações. Isso se deve à dispersão bastante fina de precipitados que são formados na austenita ou ferrita. Na austenita o nióbio contribui fortemente no retardamento da recristalização devido aos precipitados induzidos por deformação. Lebon (LEBON, 1975) reportou que a adição de nióbio em aços com baixo carbono ($C < 0,20\%$) provoca a formação de um “nariz reverso” na curva de recristalização, Figura 7. Posteriormente, Jonas (JONAS, 1979), Akben (AKBEN, 1981) e Weiss (WEISS, 1979) confirmaram que esse efeito se devia à precipitação de Nb (C, N) e ao nióbio em solução sólida na austenita. Já na ferrita, o endurecimento é causado pela precipitação de partículas semi-coerentes. Tais precipitados são os carbonitretos com alto carbono do tipo Nb (C, N), no qual a porcentagem de carbono e nitrogênio é governada pela composição base e pela temperatura de precipitação. A deformação na faixa inferior de temperatura da austenita leva à precipitação assistida por deformação de carbonitretos finamente dispersos que são extremamente efetivos em retardar a recristalização. A transformação da austenita ocorre sem que qualquer recristalização tenha ocorrido. Esse mecanismo, em especial, leva ao refino de grão da ferrita. Na prática, a quantidade de Nb (C, N) precipitada antes, durante e após a laminação a quente pode ser controlada através de ajustes na composição química, temperatura de aquecimento, programa de laminação e velocidade de resfriamento, melhorando assim as propriedades específicas para cada aplicação (MEYER, 1986, 1987; GERMANO, 1994; ARIETA, 1998). O aumento da resistência mecânica provocado pela precipitação de carbonitretos será tão maior quanto menor e mais numerosas forem as partículas (ver Figura 8).

Figura 7 – Diagrama Recristalização – Tempo – Temperatura da austenita deformada de um aço com 0,18%C, 0,65%Mn e 0,065%Nb após redução a frio de 40 a 60% (LEBON, 1975).

Figura 8 – Comparação entre valores teóricos (Modelo de Ashby-Orowan) e experimentais do incremento da tensão de escoamento, com o tamanho e densidade das partículas de carbonitretos de Nb, V e Ti (SILVA, 2006).

Na Figura 9 observa-se que a adição de nióbio eleva os valores dos limites de resistência e de escoamento num aço de 0,2% de C, por meio da redução do tamanho do grão austenítico. Esses efeitos são mais pronunciados à medida que a temperatura de laminação (a quente) aumenta. Com o aumento da temperatura de laminação, há uma maior fração de nióbio dissolvida na ferrita (Figura 10) que precipita no resfriamento formando finas partículas de NbC.

A Figura 11 apresenta a microestrutura dos aços 0,2% C, com e sem adição de nióbio, após laminação em diferentes temperaturas. Verifica-se que o nióbio em solução na austenita favorece a formação de estruturas aciculares de maior dureza. Quanto maior a temperatura de laminação, maior é sua fração dissolvida e maior o efeito de acicularização da estrutura (SILVA, 2006).

O nióbio confere aumento da resistência mecânica por meio da combinação de refino de grão (mecanismo *Hall-Petch*) e endurecimento por precipitação. O refino de grão é importante, pois é o único mecanismo que proporciona, simultaneamente, o aumento da resistência mecânica e da tenacidade (PAPALÉO, 1983).

Figura 9 – Efeito da temperatura de laminação e da adição de 0,026%Nb nas propriedades mecânicas de um aço com 0,2%C (SILVA, 2006). Aço com Nb (C-Nb) e sem Nb (C).

Figura 10 – Fração de nióbio em solução na austenita para aços com 0,2%C aquecidos em diferentes temperaturas (SILVA, 2006).

Figura 11 – Microestrutura dos aços 0,2%C, com (C-Nb) e sem adição de nióbio (C), após laminação em diferentes temperaturas. Nital. 600X (SILVA, 2006).

2.5. Estado encruado

A deformação plástica resulta do trabalho mecânico realizado num dado material. A maior parte da energia utilizada é perdida na forma de calor e som. Apenas cerca de 1% dessa energia utilizada na deformação é armazenada no metal na forma de defeitos cristalinos (HUMPHREYS, 2004; PADILHA, 2005).

Os defeitos de linha (discordâncias) são introduzidos no metal durante a deformação plástica. Estes defeitos interferem diretamente nas propriedades mecânicas, levando ao aumento na resistência mecânica e à diminuição da ductilidade (CALLISTER, 2000; HUMPHREYS, 2004). Do ponto de vista microestrutural, o material encruado se caracteriza por apresentar grãos alongados na direção de laminação e um aumento expressivo na área de contornos de grão (RANDLE, 1996). A densidade de discordâncias (ρ) em um metal não-deformado (bem recozido) é da ordem de 10^8 m^{-2} enquanto que em metais bastante deformados este valor satura em torno de 10^{15} m^{-2} . As discordâncias tendem a formar configurações de baixa energia (células ou subgrãos), dependendo da energia de defeito de empilhamento (EDE) do metal, do grau de deformação e da temperatura de trabalho. A energia armazenada durante a deformação plástica fornece o potencial para a recuperação e a recristalização (HAESSNER, 1978; DOHERTY, 1997; HUMPHREYS, 2004).

As microestruturas desenvolvidas durante a deformação plástica de um metal dependem de vários fatores, dentre eles a estrutura cristalina, a temperatura de deformação, a deformação aplicada (ϵ), a composição química, o modo e a taxa de deformação ($\dot{\epsilon}$). Outro fator de grande importância é a EDE, que dita o tipo de estrutura de discordâncias (celular ou floresta de Taylor) e a propensão à recuperação e à recristalização. A recristalização pode ser tratada sob certos aspectos como uma

transformação de fase. A rigor, trata-se de uma reação no estado sólido onde a etapa de nucleação não é regida pela formação de núcleos mediante a ocorrência de flutuações térmicas. Os chamados “núcleos” de recristalização são, na realidade, regiões pré-existent no material no estado encruado delineadas por contornos de alto ângulo capazes de migrar mediante ativação térmica durante o recozimento. A fração de núcleos potenciais para recristalização depende da deformação e está relacionada com a orientação destes cristais e de seu comportamento durante a deformação.

2.6. Evolução microestrutural durante a deformação

A microestrutura de um metal sofre sucessivas mudanças durante a deformação plástica. A primeira delas é a mudança no formato dos grãos, que se tornam mais alongados, acompanhada de um considerável aumento na área total dos contornos de grão. Simultaneamente, discordâncias são geradas continuamente durante a deformação e passam a interagir entre si levando à formação de subestruturas mais complexas (HUMPHREYS, 2004).

A deformação plástica em metais com média e alta EDEs ocorre em duas escalas de acordo com o modelo da subdivisão dos grãos proposto por Hansen e colaboradores (HANSEN, 1990, 1992; BAY, 1992). Macroscopicamente, os grãos grosseiros subdividem-se em diferentes componentes cristalográficos, por exemplo, pela formação de bandas de deformação e de cisalhamento (HUGHES, 1993). Numa escala microscópica, o cristal continua a subdividir-se com a multiplicação de discordâncias e a formação de contornos geometricamente necessários (KUHLMANN-WILSDORF, 1991). Estes contornos geometricamente necessários são relativamente complexos. Células de

discordâncias com morfologia equiaxial são os menores volumes desta subdivisão. Numa escala maior, grupos de células de discordâncias separadas por densas paredes de discordâncias (DDW – *dense dislocation walls*) e microbandas (MB – *microbands*) surgem na microestrutura após pequenas e médias deformações. Com o aumento da deformação aplicada, as células de discordâncias tornam-se mais achatadas e as DDWs e MBs são substituídas por **estruturas lamelares**. Uma fração significativa dos contornos lamelares possui caráter de alto ângulo ($\psi > 15^\circ$). Com o aumento da deformação, estes contornos lamelares alinham-se com a direção de laminação. Além disso, a diferença de orientação entre as regiões delimitadas por esses contornos aumenta com a deformação. O modelo desenvolvido por Hansen e colaboradores tem sido usado com sucesso para descrever a evolução microestrutural de diversos metais com estruturas CFC e CCC, com médias e altas EDE, durante a deformação plástica sob taxas de deformação moderadas, ou seja, inferiores a 500 s^{-1} (HANSEN, 1990, 1992; HUGHES, 1997). A Figura 12 mostra a evolução microestrutural típica de acordo com o modelo da subdivisão dos grãos.

Figura 12 – Representação esquemática de microestruturas no estado encruado: a) deformações intermediárias e b) grandes deformações ($\epsilon > 1$) (HUGHES, 1997; SANDIM, 2003).

2.7. Fatores que afetam a microestrutura do metal deformado

As microestruturas formadas durante a deformação plástica de um metal dependem de vários fatores, dentre estes a energia de defeito de empilhamento (EDE). A distribuição de discordâncias em um metal encruado é fortemente dependente da EDE, pois quando um metal com baixa EDE é deformado, suas discordâncias têm baixa mobilidade. Isto ocorre, pois as discordâncias parciais estão muito afastadas entre si dificultando o escorregamento. Por outro lado, metais com alta EDE possuem discordâncias separadas em parciais próximas uma das outras (na prática não se dissociam), o que permite ter discordâncias com alta mobilidade. Com isto, dependendo da deformação, um metal com alta EDE, apresenta menor densidade de discordâncias que um metal com baixa EDE. Isto ocorre, porque a mobilidade e conseqüentemente a aniquilação e rearranjo de discordâncias é mais freqüente em metais e ligas com alta EDE (PADILHA, 2005). Cabe ressaltar que a presença de soluto modifica a EDE do material, influenciando a distribuição de discordâncias após a redução a frio. A mobilidade das discordâncias é diminuída em função da interação com os átomos de soluto.

Na prática a deformação plástica raramente ocorre de modo homogêneo. Algumas características encontradas em metais durante a recristalização podem ser explicadas pela distribuição heterogênea da deformação plástica dentro do mesmo grão e de um grão para outro. Dentro de um mesmo grão, estas diferenças são mais acentuadas quando se comparam as estruturas de discordâncias desenvolvidas nos interior dos grãos e nas regiões próximas aos contornos de grão (HIRTH, 1972; RANDLE, 1996). As heterogeneidades de deformação tendem a ocorrer com maior freqüência em metais com estrutura de grãos grosseiros (HANSEN, 1992). As heterogeneidades de deformação são regiões que apresentam maior densidade de defeitos cristalinos e geralmente exibem

maiores diferenças de orientação. Conseqüentemente, estas regiões são locais preferenciais para a “nucleação” da recristalização.

Variações de quantidades de defeitos cristalinos podem ocorrer dentro de um mesmo grão (componente intragranular), como entre grãos (componente intergranular). As heterogeneidades principais são as bandas de cisalhamento, que são heterogeneidades que tem como característica principal, atravessar vários grãos ao passo que as bandas de transição (ver Figura 13) são heterogeneidades formadas entre partes de um mesmo grão e por último, as maclas de deformação que são heterogeneidades que ocorrem preferencialmente em estruturas com poucos sistemas de deslizamento (baixa simetria), deformação em baixas temperaturas e altas taxas de deformação (LEE, 1993; MARQUIS, 1997; KUHLMANN-WILSDORF; CHEN, 1999; PADILHA, 2005).

Figura 13 – Desenho esquemático mostrando uma banda de transição num material deformado (PADILHA, 2005).

2.8. Recuperação e Recristalização

As mudanças microestruturais que ocorrem durante o recozimento de metal deformado a frio acontecem de modo a diminuir a energia armazenada na deformação plástica. Essa diminuição de energia se dá por mecanismos de rearranjo e eliminação de defeitos cristalinos, especialmente as discordâncias.

As principais modificações microestruturais que ocorrem durante o recozimento são: a) aniquilação de lacunas em excesso; b) aniquilação de dipólos e encolhimento dos anéis de discordâncias; c) rearranjo de discordâncias de modo a formar configurações de menor energia; d) formação de contornos de alto ângulo; e) absorção de lacunas e discordâncias por contornos de alto ângulo em migração e f) redução da área total de contornos de grão (PADILHA, 2005).

As modificações microestruturais acima (a, b, c e d) são classificadas como recuperação e as modificações (e e f) são classificadas como recristalização e crescimento de grão, respectivamente.

Recuperação é o conjunto de processos que leva à diminuição da quantidade de defeitos microestruturais sem que ocorra a migração de contornos de alto ângulo (BAY, 1992). Estes processos são indicadores da restauração parcial das propriedades do material a valores anteriores ao processo de deformação. Isso se deve a uma diminuição da energia armazenada mediante a formação de uma subestrutura onde predominam configurações de menor energia. A aniquilação e o rearranjo dos defeitos pontuais e das discordâncias são os processos responsáveis pela minimização da energia. O principal processo durante o recozimento é o crescimento de subgrãos que acontece mediante

migração de contornos de baixo ângulo (HUANG, 2000; HUMPHREYS, 2004). A recuperação estática ocorre após a deformação plástica mediante ativação térmica. Por sua vez, a chamada recuperação dinâmica ocorre durante o processo de deformação e comumente leva o material a uma estrutura de subgrãos (BLUM, 1996; McQUEEN, 1998; HUMPHREYS, 2004). Em temperaturas maiores que $0,2T_f$ (onde T_f é a temperatura absoluta de fusão) ocorrem principalmente a aniquilação de lacunas e a migração de defeitos puntiformes para contornos de grãos e discordâncias. Temperaturas na faixa de $0,2$ a $0,3T_f$ promovem a aniquilação de discordâncias de sinais opostos assim como o rearranjo das mesmas, delineando os contornos de baixo ângulo (JONAS, 1979; AKBEN, 1981; PAPALÉO, 1983). A formação de subgrãos requer maior ativação térmica devido à necessidade de ocorrência em grande escala de escorregamento com desvio e escalada, acontecendo geralmente em temperaturas maiores que $0,4T_f$.

A restauração parcial das propriedades do material durante a recuperação pode ser avaliada pelas mudanças nas propriedades mecânicas, na resistividade elétrica e nas tensões residuais (CHISTIAN, 1965).

A Figura 14 apresenta os vários estágios de recuperação a partir de um emaranhado de discordâncias, até uma estrutura de subgrãos.

Figura 14 – Estágios da recuperação de metal deformado a frio: a) emaranhado de discordâncias, b) formação de células, c) aniquilação de discordâncias em paredes de célula e d) formação de subgrãos (HUMPHREYS, 2004).

A recristalização, por sua vez, envolve a formação de uma nova estrutura de grãos em um material deformado pela formação e migração de contornos de alto ângulo visando diminuir a energia armazenada na deformação plástica (DOHERTY, 1997). Na recristalização, o potencial termodinâmico também é a energia elástica armazenada na deformação. Até que a recristalização se complete, a microestrutura será composta de regiões recristalizadas e não recristalizadas (recuperadas) como mostra a Figura 15.

Tal como ocorre com a recuperação, a recristalização pode ser estática ou dinâmica. A recristalização estática ocorre após a deformação plástica durante o recozimento. Por sua vez, a recristalização dinâmica ocorre simultaneamente com a deformação plástica, geralmente durante o trabalho a quente.

A recristalização pode ser dividida em duas etapas: a nucleação, que corresponde ao aparecimento de novos grãos na microestrutura deformada² e o crescimento, que ocorre por meio da migração de contornos de alto ângulo. Estas etapas podem ser descritas graficamente pela evolução da fração recristalizada em função do tempo, cuja curva tem a forma sigmoidal (curva de X_v em função do $\log t$) como mostra a Figura 16.

A etapa de incubação envolve o surgimento de novos grãos que possam ser detectados na microestrutura. O crescimento compreende a etapa em que os novos grãos vão se expandindo, aumentando de tamanho e consumindo a matriz deformada. Há uma diminuição da taxa de recristalização quando a fração recristalizada se aproxima de 1. Este decréscimo deve-se ao impingimento mútuo dos grãos e à diminuição da força motriz para a recristalização.

² Regiões pré-existent no estado deformado.

Figura 15 – Heterogeneidade na distribuição das regiões recristalizadas. Recristalização ocorrendo preferencialmente nos grãos da fibra γ , enquanto que os grãos da fibra α continuam apenas recuperados. Aço extra-baixo carbono com redução a frio de 90% recozido a 575°C por 60 s (MO 500X, gentileza, E. A. Motta, EEL-USP, Lorena, SP) (MOTTA, 2007).

Figura 16 – Curva típica da cinética de recristalização durante recozimento isotérmico (DECKER, 1950; HUMPHREYS, 2004).

Podemos citar as variáveis que influenciam na recristalização (KIAEI, 1995; VERBEKEN, 2003; CARVALHO; HUMPHREYS, 2004; SILVA, 2006):

- **Quantidade de deformação:** influencia diretamente na quantidade de energia armazenada no material e a formação dos locais preferenciais para nucleação da recristalização;
- **Modo de deformação:** determina a distribuição da deformação através dos sistemas de deslizamento. A história do processamento (rotas diferentes) dita o comportamento frente à recristalização;
- **Orientação dos grãos:** A recristalização seletiva dos diferentes componentes de textura leva a diferenças significativas na cinética de recristalização (não homogênea). O caminho de deformação utilizado afeta a quantidade de energia armazenada e as heterogeneidades microestruturais observadas após a deformação. Por exemplo, os grãos deformados que nucleiam primeiro são aqueles que têm orientações tipo fibra- γ . A explicação é baseada na observação que as desorientações locais entre as células de deformação são maiores nos grãos com orientação tipo fibra- γ do que aqueles do tipo fibra- α .
- **Tamanho de grão inicial:** materiais com grãos finos recristalizam mais rápido que aqueles com grãos grosseiros. Isto é baseado no seguinte: a) materiais com grãos mais finos armazenam mais energia quando submetidos a pequenas deformações; b) materiais com grãos mais finos apresentam menos formação de heterogeneidades de deformação, como bandas de deformação e bandas de transição, típicas para grãos grosseiros; c) Contornos de grãos são sítios favoráveis à nucleação de novos grãos durante o recozimento.

- **Presença de soluto:** de uma maneira geral, a presença de solutos atrasa a recristalização, pois dificultam a mobilidade de discordâncias, afetando desta forma a taxa de crescimento dos núcleos na recristalização. Os solutos podem segregar para os contornos e formar atmosferas de soluto que influenciam na mobilidade dos contornos.
- **Presença de partículas:** exercem efeitos importantes, com reflexo na cinética de recristalização e no tamanho de grão final, pois: a) aumentam a força motriz para a recristalização pelo aumento da energia armazenada na deformação; b) partículas grosseiras podem atuar como sítios de nucleação da recristalização; c) partículas finas e dependendo do espaçamento entre elas, podem exercer um grande efeito de “ancoramento” dos contornos de baixo e alto ângulos.

As partículas podem também afetar a formação da microestrutura durante a deformação, com reflexos no comportamento do material durante o recozimento, por exemplo: a) influenciando na densidade global de discordâncias, com reflexo na força motriz para a recristalização; b) influenciando na heterogeneidade da deformação da matriz, com reflexo na quantidade de sítios para a nucleação da recristalização; c) influenciando na natureza da estrutura de deformação na vizinhança das partículas, com reflexo na possibilidade de nucleação estimulada por partículas.

- **Temperatura de deformação:** a migração de contornos de alto ângulo é um mecanismo tipicamente difusional. Se a deformação é realizada em temperaturas onde atuam mecanismos de recuperação (geralmente $T > 0,4 T_f$), então a taxa de recristalização poderá ser afetada. A maior e a mais rápida aniquilação de discordâncias devido à atuação destes mecanismos termicamente ativados,

reduzirá a força motriz para a ocorrência da recristalização. Temperaturas mais elevadas favorecerão a ocorrência da recristalização.

- **Temperatura de recozimento:** tem um efeito muito pronunciado na cinética de recristalização. A Figura 17 ilustra que, para uma mesma quantidade de deformação, o aumento da temperatura de recozimento eleva a taxa de recristalização, enquanto o tempo de incubação diminui sensivelmente.

Figura 17 – (a) Efeito da temperatura de recozimento na liga Fe-3,5%Si deformada 60%; (b) Gráfico de Arrhenius do tempo necessário para 50% de recristalização *versus* $1/T$ (HUMPHREYS, 2004).

2.9. Cinética de recristalização (modelo JMAK)

A cinética de recristalização pode ser descrita de modo bem simplificado pela variação de X_v em função do tempo, geralmente em condições isotérmicas. Atualmente existem diversas técnicas para a determinação da fração volumétrica recristalizada (X_v). Estes resultados podem ser obtidos diretamente ou por meio de técnicas indiretas. Dentre elas, destacam-se as medidas de metalografia quantitativa (direta) (ORSETTI ROSSI, 1997), medidas de microdureza (indireta) (PETITGAND, 2004) e a distribuição do índice de qualidade em mapeamentos de EBSD (direta) (TARASIUK, 2001). Estas técnicas diferem entre si quanto ao grau de sofisticação, e os resultados podem apresentar discrepâncias entre si. Neste trabalho, utilizaram-se as medidas de metalografia quantitativa, assim como as medidas de microdureza Vickers para estimar X_v . Para o segundo caso, este tipo de abordagem foi utilizado com sucesso em outros trabalhos (CARVALHO; PETITGAND, 2004; MOTTA, 2007).

Petitgand e colaboradores (PETITGAND, 2004), estudaram a cinética de recristalização de diferentes tipos de aços *Interstitial Free* (IF). Os autores observaram que havia uma grande correlação entre o amolecimento e a recristalização observada no material durante o recozimento. Estes autores determinaram então a fração volumétrica recristalizada a partir dos valores experimentais de dureza do material recristalizado e da matriz deformada, usando a Equação 1 mostrada a seguir.

$$A = \frac{H_e - H_x}{H_e - H_r} \quad (\text{Equação 1})$$

Onde:

H_e = dureza do material encruado;

H_r = dureza do material recristalizado;

H_x = dureza da amostra em questão.

Outros autores (PADILHA, 2005) relatam correlações semelhantes, entre as características de amolecimento e a quantidade de recristalização nos materiais, em trabalhos com alumínio e o cobre, conforme Figura 18. Nota-se que o cobre amolece quase que exclusivamente por recristalização enquanto o alumínio apresenta considerável amolecimento por recuperação. Nos metais CCC, também ocorre acentuado amolecimento por recuperação. O grau de amolecimento (A) da Figura 18 foi calculado através da relação mostrada na Equação 1. Admitindo-se que todo o amolecimento do material durante o recozimento seja devido à recristalização está fica, $A = X_v$.

Figura 18 - Relação entre fração amolecida e fração recristalizada para o alumínio (maior EDE) e para o cobre (menor EDE) (PADILHA, 2005).

Dos tratamentos teóricos existentes na literatura, o modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) foi o pioneiro na tentativa de descrever matematicamente a cinética de recristalização em metais deformados. Este modelo assume que os novos grãos são formados com uma taxa de nucleação constante $\dot{N}$ e que os grãos crescem para dentro da matriz deformada com uma taxa de crescimento $\dot{G}$, cuja definição é a derivada do espaço que a interface percorre na direção normal a ela mesma em relação ao tempo (CARVALHO, 2004; MOTTA, 2007).

O modelo é simples e considera a formação de um núcleo esférico de raio “r”, crescendo em condições isotrópicas a uma velocidade G para um tempo t qualquer, como pode ser verificado na Equação 2.

$$r = G \times t \quad (\text{Equação 2})$$

Com o passar do tempo, a fração volumétrica recristalizada pode ser expressa por:

$$\frac{dX}{dt} = \frac{4\pi r^3}{3} \dot{N}(1 - X) \quad (\text{Equação 3})$$

Com o desenvolvimento da Equação 3, surgiu a necessidade de se adicionar o termo $(1 - X)$, para compensar o surgimento de vários núcleos ao mesmo tempo e próximos (PADILHA, 2005). O desenvolvimento então se processa, fazendo as substituições de r por G em função de t e integrando seus termos:

$$\int \frac{dX}{(1-X)} = \int \frac{4}{3} \pi G^3 t^3 \dot{N} dt \quad (\text{Equação 4})$$

Obtém-se então a Equação 5, conforme abaixo:

$$-\ln(1-X) = \left(-\frac{\pi}{3} G^3 t^4 \dot{N} \right) \quad (\text{Equação 5})$$

A Equação 5 é conhecida sob a forma de:

$$X = 1 - \exp(-Bt^n) \quad (\text{Equação 6})$$

A Equação 6 é conhecida como equação JMAK. A constante B do modelo está relacionada com a velocidade e é diretamente dependente da temperatura. Nesta equação o **n** é o expoente de Avrami e vale quatro, pois é assumido que o grão cresce igualmente nas três direções, com taxas de nucleação e de crescimento constantes, e que não existe restrição ao crescimento pela interação ou contato com outros grãos (crescimento isotrópico). As curvas geradas a partir do modelo JMAK são caracterizadas pelo formato sigmoidal. Nela percebe-se o aparecimento de uma etapa de incubação antes da recristalização (na Figura 17a). O modelo cinético apresentado acima trata da recristalização em condições isotérmicas.

Uma forma de se comparar os dados medidos experimentalmente com os calculados pelo modelo JMAK, é por meio da construção um gráfico, chamado gráfico JMAK, o $\ln[\ln(1/(1-X_v))]$ em função de $\ln t$. Com a linearização da função, a inclinação da reta obtida é igual ao expoente de Avrami (n) (Figura 19).

Figura 19 – Gráfico JMAK para o aço CSN 2710 com redução a frio de 90% recozido nas temperaturas indicadas (gentileza, E. A. Motta, EEL-USP, Lorena, SP) (MOTTA, 2007).

Num trabalho similar realizado num aço IF-Ti (YE, 2002), os autores reportaram valores de n variando de 1,3 a 2,6. Poucos dados experimentais mostram concordância total com o modelo cinético proposto por JMAK, ou seja, $n=3$ para saturação de sítuos numa configuração tridimensional (3D) (CARVALHO, 2004). Estes desvios podem ser, em grande parte, atribuídos a heterogeneidades da microestrutura, pois estas levam a uma distribuição heterogênea de sítios de nucleação e de energia armazenada e à diminuição da taxa de crescimento com o tempo.

Réglé (RÉGLÉ, 2001) realizou trabalho com aço baixo-carbono onde o processo de recozimento foi interrompido com a amostra parcialmente recristalizada. Observou-se que a recristalização acontece de forma muito heterogênea. Enquanto alguns grãos deformados mostram o desenvolvimento de colônias de novos grãos, outros não apresentam evidências de qualquer nucleação aparente.

Conforme mencionado anteriormente, os sítios preferencias de nucleação são basicamente os contornos de grãos, as bandas de deformação, as bandas de transição, as bandas de cisalhamento e nas regiões ao redor de partículas grosseiras. A maior ou menor heterogenidade da distribuição dos núcleos vai depender da relação entre o número de núcleos formados e a quantidade de sítios de nucleação reais existentes. A presença de partículas, é também um fator muito importante que contribui para a heterogeneidade microestrutural após recristalização.

2.10. Textura cristalográfica

A textura se caracteriza pela existência de uma distribuição de orientações dos grãos num policristal não aleatória, ou seja, uma fração significativa dos grãos possui orientações individuais próximas a uma dada componente de textura. Materiais com textura fraca ou aleatória são aqueles onde se observa ausência de textura.

Uma chapa de aço usada em estampagem profunda, por exemplo, precisa de textura adequada. Por outro lado, a anisotropia pode ser benéfica se a própria operação de estampagem é assimétrica e se a chapa pode ser posicionada de modo que o direcionamento a favoreça.

Em geral, a textura é formada por mais de uma componente principal. Estas componentes são representadas em relação a uma orientação cristalina ideal nas quais diversas orientações semelhantes se agrupam no material. No caso de chapas laminadas, a componente é representada pelo plano cristalino $\{hkl\}$, que é paralelo ao plano da chapa, e pela direção $\langle uvw \rangle$, pertencente ao plano $\{hkl\}$, que é paralela à direção de laminação

(DL). Assim, fixa-se a posição do cristal em relação aos eixos DL, DT (direção transversal) e DN (direção normal) da chapa. Na Figura 20, por exemplo, a componente ali representada é a chamada cubo girado, $\{001\}\langle 110\rangle$ (VIANA, 2003).

Figura 20 – Textura $\{001\}\langle 110\rangle$ numa chapa laminada (VIANA, 2003).

2.10.1. Texturas após trabalho a quente

Para temperaturas de laminação a quente mais baixas (por exemplo, a temperatura de acabamento), dependendo da composição do aço, a laminação é seguida de recristalização estática (em aços carbono e semelhantes) ou, na ausência de recristalização ocorre o achatamento e o alongamento dos grãos austeníticos (como nos aços ao nióbio). Este achatamento dos grãos ocorre quando há tempo suficiente para ocorrer a precipitação de carbonitreto de modo a prevenir a recristalização estática. A presença de solutos como o nióbio evita a recristalização estática rápida, iniciando-se o processo de recristalização dinâmica.

Como dito anteriormente, para se obter uma textura mais intensa, é necessário que a laminação controlada termine na região abaixo da temperatura de não-recristalização (T_{nr}) da austenita.

A forte textura da ferrita presente na Figura 21, por exemplo, deve-se à herança da orientação preferencial presente na austenita, imediatamente antes da transformação alotrópica. A componente $\{001\}\langle 110 \rangle$ na ferrita é formada a partir da principal componente de textura de recristalização da austenita, a orientação cubo ou $\{001\}\langle 100 \rangle$, que não possui boas propriedades em termos de estampagem. Por este motivo, deve-se evitar a recristalização da austenita durante a laminação controlada. Pelo mesmo motivo, deve-se evitar a laminação intensa na região da ferrita, pois isto também conduz ao fortalecimento da orientação $\{001\}\langle 110 \rangle$.

Figura 21 – Seção $\phi_2 = 45^\circ$ para um aço encharcado a 1250°C e laminado até 90% de redução. (T_f) é a temperatura final de laminação (PAULA, 2002).

2.10.2. Texturas de laminação a frio

A Figura 22 mostra a textura de um aço com baixo carbono laminado a frio, típica dos materiais CCC. A textura observada é característica de aços ferríticos e tende a ser consumida durante a recristalização. Este tipo de comportamento é o esperado para outros materiais CCC e demais aços ferríticos (PAULA, 2002).

As texturas de laminação a frio dos materiais cúbica de corpo centrado (CCC) se caracterizam por apresentarem suas orientações principais localizadas em duas fibras parciais: $\{hkl\}\langle 110 \rangle$ e $\{111\}\langle uvw \rangle$ (Figura 23). A primeira é chamada de fibra α e

possui várias orientações com direção $\langle 110 \rangle$ paralelas à DL. A segunda é chamada de fibra γ por ter várias componentes com as normais dos planos $\{111\}$ paralelas à DN. As fibras α e γ são mais bem visualizadas na seção de $\varphi_2 = 45^\circ$. Esta seção, juntamente com a seção $\varphi_2 = 0$, serão usadas para análise das texturas por conterem todas as componentes de interesse.

Figura 22 – Seções $\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$ de um aço baixo carbono laminado a frio 60%, notação de Bunge (PAULA, 2002).

Figura 23 – Seções $\phi_2 = 0^\circ$ (adaptado) e $\phi_2 = 45^\circ$ mostrando a posição das fibras α e γ em aços de baixo carbono (PAULA, 2002).

2.10.3. Texturas de recristalização

Há um grande interesse em se controlar a textura em aços com o objetivo de aplicações para estampagem profunda e fins elétricos. No caso de aços para estampagem, a necessidade tecnológica é maximizar a fibra γ (ver Figura 24). O fator de Taylor das componentes da fibra γ é o mais alto nas componentes da textura de laminação (portanto tem maior energia armazenada) (DOHERTY, 1997; HUMPHREYS, 2004).

Os metais CCC apresentam a textura de fibra γ , proveniente da textura de deformação que também é de fibra γ , similar à da recristalização. Já os metais CFC apresentam a ocorrência de textura de recristalização tipo cubo, $\{100\}\langle 001\rangle$, em matrizes com texturas de deformação contendo orientações $\{110\}\langle 112\rangle$ e $\{112\}\langle 111\rangle$, diferentes das texturas de recristalização (PAULA, 2002).

Os fatores tecnológicos que afetam a textura são as variáveis de processo na laminação a quente e a frio e no recozimento em caixa ou contínuo. Ela também é influenciada pela composição química (BARRET, 1966).

A morfologia e distribuição dos precipitados e o tamanho de grão na tira laminada a quente têm uma forte influência sobre a recristalização e, mais importante, sobre as propriedades do produto laminado a frio e recozido.

Após laminação a frio, a tira é recozida, normalmente em linha de recozimento contínuo, para produzir uma microestrutura recristalizada e desenvolver as propriedades necessárias para boa conformação do material.

Figura 24 – Seções $\phi_2 = 45^\circ$ das FDOCs obtidas por difração de raios X de amostras de aço IF laminado a frio (redução de 77%) tratado termicamente em recozimento contínuo a 720°C (PAULA, 2002).

A forma mais tradicional de determinação da textura cristalográfica de materiais é a utilização de difração de raios X num goniômetro de precisão. Em um policristal, milhares de grãos são analisados simultaneamente, proporcionando uma medida volumétrica e estatisticamente representativa. Devido à pequena profundidade de penetração da radiação incidente, a maioria dos grãos amostrados se encontra na superfície da amostra. Deste modo, há necessidade de que a preparação metalográfica seja esmerada para evitar a presença de artefatos (deformação plástica introduzida durante o corte e o lixamento).

Uma das maneiras de se representar a distribuição das orientações é a figura de pólos inversa, onde se faz o registro da densidade dos pólos dos planos $\{hkl\}$ paralelos a uma determinada superfície da amostra, sobre um triângulo estereográfico característico

do sistema cristalino do material. Esta densidade de pólos pode ser obtida por difração de raios X ou por EBSD (*Electron Backscatter Diffraction*). Esta técnica é realizada com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura para a determinação de orientações individuais de grãos.

Outra maneira de representação é a figura de pólos direta, onde é registrada a densidade dos pólos de um plano $\{hkl\}$ específico sobre uma projeção estereográfica que apresenta como referência as direções dos eixos macroscópicos do material. A distribuição da densidade de probabilidade é normalizada pelas densidades do mesmo plano $\{hkl\}$ de uma amostra sem textura, em unidades vezes o padrão aleatório (PINTO, 2003).

A maneira mais adequada de se representar a textura de policristais de modo quantitativo é com auxílio da chamada “*Função de Distribuição de Orientações Cristalinas*” (FDOC) (VIANA, 2003). A FDOC especifica a frequência de ocorrência ou a probabilidade de encontrar determinadas orientações $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ no material. Esta probabilidade, numa amostra sem textura, é igual a 1. A orientação de um cristal pode ser definida por três ângulos de Euler, que constituem três rotações consecutivas que quando, aplicadas aos eixos $[100]$, $[010]$ e $[001]$ de uma célula cristalina do cristal, torna-os coincidentes com os eixos DL, DT e DN, respectivamente, da amostra do determinado material. A notação mais utilizada nos dias atuais, para os ângulos de Euler foi a proposta por Bunge, que utiliza os ângulos de translação ϕ_1 , Φ e ϕ_2 como indicado na Figura 25.

A intensidade da textura na FDOC é normalmente expressa em valores que representam a razão entre a quantidade que certa orientação estaria presente no material com textura em relação ao material com distribuição aleatória (*times random*).

O uso da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) permite a determinação da orientação individual de cada grão de modo bastante rápido. A técnica EBSD faz com que a amostra seja posicionada com um ângulo próximo a 70° com relação a um feixe de elétrons para maximizar a intensidade das linhas de Kikuchi (resultantes da difração dos elétrons). As imagens captadas são processadas e enviadas a um sistema que identifica os padrões captados de um modo automático (PINTO, 2003).

Após a realização da varredura por EBSD, a primeira forma de análise de dados é a representação da textura obtida em uma região, onde os gráficos podem ser obtidos através da utilização do MEV. Esta é uma técnica de medida pontual de orientação, enquanto que por difração de raios X ocorre uma estimativa da média das orientações sobre um volume apreciável do material.

Com o intuito de facilitar a análise dos resultados de textura (Capítulo 4), a Tabela 3 e a figura 26 apresentam as principais componentes de textura em aços ferríticos, incluindo as coordenadas do espaço de Euler (ODF) (HUMPHREYS, 2004).

Figura 25 – Ângulos de Euler (ϕ_1 , Φ e ϕ_2) conforme notação de Bunge (VIANA, 2003).

Tabela 3 – Principais componentes de textura presentes nos aços ferríticos (HUMPHREYS, 2004).

$\{hkl\}\langle uvw \rangle$	Nome da componente	Símbolo	Notação de Bunge (Φ, ϕ_1, ϕ_2)
$\{001\}\langle 001 \rangle$	Cubo	C	$(0^\circ, 0^\circ, 0^\circ)$ ou $(0^\circ, 45^\circ, 45^\circ)$
$\{001\}\langle 011 \rangle$	Cubo girado	H	$(0^\circ, 45^\circ, 0^\circ)$ ou $(0^\circ, 0^\circ, 45^\circ)$
$\{001\}\langle 021 \rangle$	-	CH	$(0^\circ, 26^\circ, 0^\circ)$
$\{011\}\langle 001 \rangle$	Goss	G	$(45^\circ, 0^\circ, 0^\circ)$ ou $(90^\circ, 90^\circ, 45^\circ)$
$\{011\}\langle 211 \rangle$	Brass	B	$(45^\circ, 35^\circ, 0^\circ)$
$\{021\}\langle 001 \rangle$	-	CG	$(26^\circ, 0^\circ, 0^\circ)$
$\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8 \rangle$	Taylor	T	$(27^\circ, 90^\circ, 45^\circ)$

Figura 26 – Ábacos de $\phi_2 = 0^\circ$ e $\phi_2 = 45^\circ$ para interpretar as FDOCs (VIANA, 2003).

3. Material e Métodos

3.1 Material

Amostras do aço ARBL CSN 2336, acalmado com alumínio e microligado ao nióbio, foram utilizadas neste trabalho.

As amostras do material de partida foram retiradas de uma bobina a quente decapada (BQD) com espessura de 3,65 mm. A BQD foi obtida de acordo com o seguinte procedimento industrial, até a etapa de amostragem:

- a) Reaquecimento da placa até cerca de 1250°C (espessura inicial de aproximadamente 257 mm);
- b) Laminação de desbaste, com redução da espessura de 257 mm para 35 mm (obtendo-se o esboço);
- c) Processamento adicional de laminação de acabamento, reduzindo a espessura de 35,00 mm para 3,65 mm em sete passes consecutivos mediante laminação controlada. A velocidade típica de laminação neste estágio é de aproximadamente 1000 m.min⁻¹ e a temperatura varia de 1000°C até 900°C, seguida de resfriamento até cerca de 730°C.

A composição química nominal do aço é apresentada na Tabela 4 e exemplifica um dos aços de alta resistência baixa liga microligado (ARBL) destinado à fabricação de peças estruturais utilizadas na indústria automobilística. A análise da BQD foi realizada com espectrômetro ótico marca ARL modelo 3460 AES. Os teores de carbono e enxofre foram determinados por meio de um aparelho LECO modelo CS-444, todos instalados no Centro de Pesquisas da CSN em Volta Redonda – RJ.

A dureza média do material de partida foi igual a 134 ± 4 (HV-0,2). Os valores de limite de escoamento e de ruptura são respectivamente, 334 MPa e 448 MPa. O alongamento percentual foi da ordem de 33%.

Tabela 4 – Composição química do aço CSN 2336 (% em peso).

AÇO	ELEMENTOS								
	C	Mn	P	S	Si	Al	N	Nb	Ti
2336	0,073	0,503	0,016	0,008	0,035	0,035	0,0035	0,016	0,001

3.2 Métodos

3.2.1 Análise dilatométrica

Para limitar os estudos da recristalização apenas no campo ferrítico determinaram-se as temperaturas A_{r1} e A_{r3} , via dilatometria. Três corpos-de-prova cilíndricos de dimensões $1,2 \pm 0,2$ mm x 10,0 mm, confeccionados conforme padrão CSN PP120026 para os ensaios.

Os corpos-de-prova foram aquecidos com taxas de 1, 15 e 30°C/s até a temperatura de 1.100°C e mantidos nesta por aproximadamente 60 s (tempo de austenitização) para completa homogeneização. Após este tempo, os corpos-de-prova foram resfriados a uma taxa de 10°C/s, com auxílio do gás hélio ou ar comprimido. Os ensaios foram realizados no laboratório de propriedades térmicas (dilatometria) da Fundação Centro Tecnológico de Minas Gerais (CETEC) em Belo Horizonte – MG.

3.2.2 Preparação das amostras para redução a frio

Para confecção dos corpos-de-prova para redução a frio, as amostras de BQD foram seccionadas em seis partes na direção da largura, ficando cada pedaço com dimensão aproximada de 3,65 x 100 x 500 mm. As bordas da chapa foram descartadas e os corpos-de-prova da região central foram selecionados num total de dez placas (Figura 27).

Figura 27– Representação esquemática do modo de amostragem adotado no presente trabalho.

3.2.3 Redução a frio

A laminação a frio foi realizada por meio de múltiplos passes em um laminador reversível marca FENN, com cilindros de 135 mm de diâmetro e velocidade de laminação de aproximadamente $8 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$, com potência de motor de 15 HP do Centro de Pesquisas da CSN.

As reduções de 50% e 70%, utilizadas para os estudos da recristalização, correspondem a deformações verdadeiras (ϵ) de 0,70 e 1,20 respectivamente. Estes valores são aqueles normalmente utilizados em escala industrial. Após a redução a frio, os corpos-de-prova foram preparados para ensaio de microdureza e metalografia ótica. A espessura inicial dos corpos-de-prova (e_i) era de 3,65 mm e as espessuras finais obtidas (e_f) após reduções aplicadas foram de 1,83 mm (50% de redução) e 1,09 mm (70% de redução). As seqüências de laminação a frio são apresentadas nas Tabelas 5 e 6. Utilizou-se óleo lubrificante entre passes e respeitou-se a direção de laminação (DL).

Tabela 5 – Sequência de laminação a frio do aço ARBL CSN 2336 para 50% de redução de espessura.

Passe	Esp. Inicial (e_i) mm	Esp. Final (e_f) mm	Redução (%) *	Redução acumulada (%)
1	3,65	3,38	7,3	7,3
2	3,38	3,10	8,3	15,6
3	3,10	2,76	11	26,6
4	2,76	2,33	15,8	42,4
5	2,33	1,83	7,5	49,9

$$* \text{Redução no passe (\%)} = [(e_i - e_f) / e_i] \times 100$$

Tabela 6 – Sequência de laminação a frio do aço ARBL CSN 2336 para 70% de redução de espessura.

Passe	Esp. Inicial (e_i) mm	Esp. Final (e_f) mm	Redução (%) *	Redução acumulada (%)
1	3,65	3,36	7,9	7,9
2	3,36	3,07	8,8	16,7
3	3,07	2,77	9,8	26,5
4	2,77	2,42	12,5	39,0
5	2,42	2,19	9,5	48,5
6	2,19	1,93	11,8	60,3
7	1,93	1,09	9,5	69,8

$$* \text{Redução no passe (\%)} = [(e_i - e_f) / e_i] \times 100$$

3.2.4 Preparação dos corpos-de-prova (reduzidos) para recozimento

Os corpos-de-prova laminados a frio foram cortados com um disco diamantado sob refrigeração. Após descarte das bordas, foram separados, para cada redução (50% e 70%), onze corpos-de-prova para determinar a curva de amolecimento e cinquenta para determinar a cinética de recristalização, com dimensões aproximadas de 10 mm de

largura x 20 mm de comprimento x espessura (e_f) mm dos corpos-de-prova laminados a frio, para a realização dos tratamentos térmicos de recozimento nas diferentes temperaturas e tempos predeterminados (ver item 3.2.5). A Figura 28 apresenta um desenho esquemático dos corpos-de-prova produzidos. O furo na extremidade auxiliou a fixação dos corpos-de-prova durante o tratamento térmico no banho de sal.

Figura 28 – Representação esquemática dos corpos-de-prova reduzidos preparados para o estudo da recristalização.

3.2.5 Recozimentos isotérmicos

Com objetivo inicial de se determinar o perfil de amolecimento e identificar as respectivas temperaturas de início da recristalização, os corpos-de-prova com 50% e 70% de redução a frio foram recozidos num forno tubular resistivo marca Lindberg / Blue M na EEL-USP. Este tratamento térmico foi realizado nas temperaturas de 300, 350, 400, 450, 500, 550, 575, 600, 625, 650 e 680°C, com um tempo fixo de 15 min, para que se definissem as temperaturas adequadas para o estudo da cinética de recristalização do aço. Estes parâmetros foram estabelecidos com base na literatura disponível e experiência industrial. Os corpos-de-prova foram encapsulados em tubos de quartzo em atmosfera de

argônio. Para caracterização foi utilizado metalografia ótica, microdureza e MEV. Curvas de amolecimento levantadas a partir da variação das durezas Vickers (HV-0,2) em função da temperatura (condições isócronas, 15 min) foram necessárias para determinar o perfil de amolecimento deste aço e identificar as respectivas temperaturas de início da recrystalização (HUMPHREYS, 2004). A partir daí foi possível determinar o melhor intervalo de temperatura para a determinação da curva de cinética de recrystalização do aço.

Para o estudo de cinética de recrystalização os corpos-de-prova foram recozidos em banho de sal (50% de KNO_3 e 50% NaNO_2) nas temperaturas de 600, 650 e 700°C para 50 e 70% de redução a frio, com tempos de 15 s, 20 s, 30 s, 45 s, 60 s, 120 s, 180 s, 300 s e 600 s (também foram tratados por 5 e 10 segundos nas temperatura e reduções informadas acima, porém não foram utilizados por não ter iniciado a recrystalização). Ao final de cada tratamento térmico, as amostras foram resfriadas imediatamente em água. Neste tratamento térmico foi utilizado um forno elétrico Tamman do Centro de Pesquisas da CSN, do fabricante Combustol, com temperatura máxima de 2.500°C utilizando para controle de temperatura um microprocessador Therma TH2131P. Os corpos-de-prova com redução de 50% e 70% foram tratados em cada temperatura, simultaneamente, ou seja, a condição de recozimento era idêntica para todos os corpos-de-prova deformados. Confeccionou-se um “cadinho” de aço inoxidável ABNT 304, tipo cesta, para os tratamentos térmicos em banho de sal fundido. Um termopar tipo B (Pt-30% Rh / Pt-6% Rh), foi imerso no banho de sal, junto aos corpos-de-prova, para um monitoramento completo do tratamento térmico. Durante todo o tratamento térmico, a temperatura se manteve praticamente constante em relação aos valores especificados, com variação real de $\pm 5^\circ\text{C}$. Utilizou-se nitrogênio como gás de proteção.

3.2.6 Caracterização microestrutural

Para a caracterização metalográfica as amostras foram cortadas sob refrigeração com disco diamantado, aproximadamente no meio da largura e ao longo do comprimento destes (ver Figura 29). As amostras então foram caracterizadas com o auxílio das técnicas de microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) nas seguintes condições: laminada a quente (material de partida), encruada (com 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 e 90% de redução - para estudo da cinética de amolecimento e recristalização foram utilizados os corpos-de-prova com 50% e 70%), e parcialmente recristalizadas (recozidas a 600, 650 e 700°C).

Após o corte, os corpos-de-prova foram embutidos em baquelite e lixados com lixas à base de SiC, na sequência de 220, 320, 400, 500 e 1000 mesh. Para o polimento, utilizou-se uma suspensão de alumina e depois pastas de diamante com 6 μm , 3 μm e 1 μm . O ataque foi realizado com o reagente Nital a 3% (HNO_3) durante cerca de 20 s. Em seguida os corpos-de-prova foram lavados com álcool etílico P.A. e secados com ar quente. A utilização deste método de ataque foi necessária para permitir uma boa visualização da microestrutura ferrítica e distinguir os grãos recristalizados da matriz recuperada. Esta técnica de ataque é bastante utilizada na indústria para caracterização de aços ARBL.

A observação das microestruturas foi realizada utilizando um microscópio da marca Axio Phot – Zeiss, do centro de pesquisas da CSN. Para a aquisição de imagens das micrografias, foi utilizado um microscópio ótico com analisador de imagens Analysis 3.0. As microestruturas das amostras foram fotografadas com aumentos de 200 e 500 vezes. A medição do tamanho de grão (TG) ferrítico nas condições “*laminado a quente*” e “*recozido*”, para cada condição de redução a frio, foi realizada através deste mesmo

analisador de imagens, empregando métodos estereológicos convencionais. Utilizou-se o método dos interceptos para determinação da cinética de recristalização deste material. Foi possível também observar as heterogeneidades do estado encruado e o início da recristalização associada a essas regiões de mais alta energia.

As amostras também foram caracterizadas num microscópio eletrônico de varredura LEO 1450-VP com filamento de tungstênio e tensão de aceleração de 20 kV instalado na EEL-USP.

Figura 29 – Desenho esquemático: (a) corte realizado nas amostras recozidas e (b) superfície preparada para análise metalográfica e medição de microdureza.

3.2.7 Medidas de microdureza Vickers

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados num microdurômetro Micromet da Buehler com carga de 200 gf instalado na EEL-USP em Lorena – SP. As medições foram realizadas numa região da seção longitudinal correspondente ao meio do comprimento dos corpos-de-prova e na região central da espessura, para se evitar efeitos de recristalização devido a deformações provenientes de outros meios que não a redução a frio, conforme norma ASTM E 92 – 82. Foram feitas também diversas medidas ao longo da direção da espessura com o objetivo de verificar se a variação de dureza era significativa nesta seção. Foram feitas dez medidas por condição de tratamento térmico e redução (ver Figura 30), após preparação metalográfica adequada (item 3.2.6). As medidas de microdureza Vickers foram realizadas nos corpos-de-prova, nas condições de totalmente encruado e recristalizado, objetivando a construção das curvas de amolecimento (valores médios da microdureza Vickers contra a temperatura de recozimento – tempo constante) e da cinética de recristalização (valores da fração recristalizada, calculado por meio das medições de microdureza, contra o tempo de recozimento para cada temperatura).

Figura 30 – Desenho esquemático dos pontos de medição de microdureza nas amostras.

3.2.8. Cinética de amolecimento

Foram realizadas medições de microdureza Vickers com carga de 200 gf, para cada condição de redução a frio (50% e 70%), tempo e temperatura de recozimento. Os dados foram então tratados de forma gráfica com ajuste das curvas para o tipo sigmoidal, correlacionando-os da seguinte forma:

- As curvas de amolecimento foram construídas mediante o valor médio de microdureza *versus* a temperatura de recozimento (variando de 300 a 680°C) para um tempo fixo de 15 min para ambas as reduções a frio de 50% e 70%;
- A cinética de amolecimento foi determinada mediante o valor médio de microdureza *versus* tempo de recozimento (variando de 0 a 600 s) para cada condição de tratamento térmico – temperatura de 650°C e 700°C e redução a frio de 50 e 70%.

3.2.9. Cinética de recristalização

Foram utilizadas duas técnicas distintas para determinação da cinética de recristalização, a saber:

3.2.9.1. Via fração amolecida

De forma indireta, por meio de medidas de microdureza onde os valores médios foram analisados *versus* o tempo de recozimento em escala logarítmica, tanto para as amostras na condição “apenas deformada” até os maiores tempos de recozimento. Para cada condição, foi ajustada uma curva do tipo sigmoidal.

Conforme visto no item 2.9 na Revisão da Literatura, admite-se que a fração amolecida varie linearmente com a fração recristalizada ($A \propto X_v$) (RÉGLÉ, 2001), com o auxílio da Equação 1. Nesta Dissertação, utilizou-se o valor de H_r como sendo o valor médio da microdureza do material de partida no estado “*laminado a quente*”.

A fração recristalizada foi determinada através dos valores de A encontrados, a partir da Equação 1, em função do tempo em escala logarítmica. As condições dos corpos-de-prova aqui analisados foram: Redução a frio com 50% e 70% recozidos a 650 e 700°C por tempo variando de 15 a 600 s, além das amostras do material de partida (BQD) e no estado totalmente encruado com 50% e 70% de redução.

3.2.9.2. Via metalografia quantitativa

A técnica direta utilizada para a determinação de X_v foi a contagem da fração de pontos via microscopia ótica pelo método dos interceptos. Utilizou-se um microscópio ótico marca Zeiss Axiophot dotado de recursos de análise de imagens e registro fotográfico. Utilizou-se ampliação de 500X com fotos em três (3) posições diferentes do corpo-de-prova para cada condição (próximo à superfície superior, meio da espessura e próximo a superfície inferior). Para construir o gráfico, utilizaram-se os valores médios para cada condição dos corpos-de-prova. A fração recristalizada foi determinada por meio de uma grade quadrada com 408 pontos equidistantes (Figura 31). As condições dos corpos-de-prova aqui analisados foram: 50% e 70% de redução, seguido de recozimento a 650 e 700°C por tempos variando de 15 a 600 s.

Figura 31 – Exemplo do método via metalografia quantitativa (fração de pontos) utilizado para determinação de X_v . Corpo-de-prova recozido a 700°C por 15 s com redução de 70% (MO – 500X).

3.2.10. Cálculo do expoente de Avrami (n)

O expoente de Avrami (n) foi calculado utilizando o modelo JMAK, mediante a linearização de X_v em função do tempo, $\ln [\ln (1/1 - X_v)]$ versus $\ln t$. O coeficiente angular da reta obtida dá o valor de **n**. A determinação da constante cinética (B) foi feita a partir dos mesmos gráficos. A fração volumétrica recristalizada X_v foi obtida de duas formas (via fração amolecida e via metalografia quantitativa), para efeito de comparação.

3.2.11. Textura cristalográfica

A textura cristalográfica foi determinada em amostras do aço ARBL CSN 2336 nas seguintes condições:

- “*laminado a quente*”;
- “*laminado a frio*” até 50% de redução;
- “*laminado a frio*” até 70% de redução; e
- “*laminado a frio*” até 70% mais recozimento a 700°C por 15 min.

As amostras foram lixadas e polidas cuidadosamente até cerca de metade da espessura para evitar medidas de textura incorretas (efeitos de superfície). Para ajudar na identificação das componentes de textura presentes nos aços, os mapas de orientação com a notação de Bunge para $\varphi_2 = \text{constante}$ (seções $\varphi_2 = 0^\circ$ e $\varphi_2 = 45^\circ$) apresentados na Figura 25 e Tabela 3, foram utilizados.

Foi utilizado para a realização das medidas de textura, obtidas por difração de raios X, um equipamento MPD Philips instalado no Instituto de Física de Rosário, Argentina. As figuras de pólo das amostras foram processadas pelo *software* do MTM-FHM versão 2 (Prof. Paul Van Houtte) e pelo *software* popLA. As FDOCs foram geradas utilizando também o *software* do MTM-FHM versão 2.

4. Resultados e discussão

4.1. Composição química do aço

Os teores dos elementos químicos mostrados na Tabela 4 indicam que o aço em questão pertence à classe dos ARBL (alta resistência baixa liga) microligado ao nióbio e acalmado com alumínio. Este aço também possui elementos endurecedores por solução sólida substitucional, como o silício e o manganês. O silício traz efeitos benéficos atuando como elemento estabilizador de ferrita e forte endurecedor por solução sólida. A sua adição também reduz a influência do manganês na obtenção de componentes de textura de recristalização indesejáveis no material. O fósforo, que é uma impureza e sempre está presente na produção em escala industrial, pode também contribuir para o endurecimento do aço por solução sólida substitucional (CARVALHO, 2004). Todos esses elementos em solução sólida no aço podem influenciar na cinética de recristalização, porém o efeito individual de cada soluto não será discutido nesta Dissertação.

4.2. Determinação das temperaturas A_{r1} e A_{r3} por dilatometria

As temperaturas A_{r1} e A_{r3} , assim como A_{c1} , A_{c3} (Tabela 7) do material de partida (BQD), foram determinadas por meio de ensaios de dilatometria, analisando-se a curva de temperatura *versus* dilatação registrada durante o ensaio (Figuras 32 a 34). Os valores encontrados confirmam que os tratamentos térmicos foram realizados no campo ferrítico, sem que tenha havido a austenitização do aço no recozimento.

Tabela 7 – Temperaturas de transformação de fases, A_{c1} , A_{c3} , A_{r1} e A_{r3} em função da taxa de aquecimento.

Taxa ($^{\circ}\text{C/s}$)	$A_{c1}(^{\circ}\text{C})$	$A_{c3}(^{\circ}\text{C})$	$A_{r3}(^{\circ}\text{C})$	$A_{r1}(^{\circ}\text{C})$
1	735	915	735	600
15	750	930	730	590
30	760	960	735	585

Figura 32 - Dilatação em função da temperatura para taxa de aquecimento de 1°C/s.

Figura 33 - Dilatação em função da temperatura para taxa de aquecimento de 15°C/s.

Figura 34 - Dilatação em função da temperatura para taxa de aquecimento de 30°C/s.

4.3. Redução a frio

A Tabela 8 e a Figura 35 mostram o encruamento do material de partida (BQD) durante a laminação a frio. À medida que aumenta a redução a frio, ocorre um aumento da resistência do material. Observa-se que este aumento de resistência é bastante acentuado até aproximadamente 50% de redução a frio (com deformação verdadeira na ordem de 0,70). Para reduções maiores, com a continuação do trabalho a frio, observa-se que a dureza do material aumenta discretamente até que, para reduções elevadas, não se observam ganhos significativos na dureza no material.

Tabela 8 – Variação da microdureza Vickers com a redução a frio.

Redução a frio (%)	Deformação Verdadeira (ϵ)	Microdureza (Hv-0,2)	
		Média	σ
0	0	133,7	4,4
10	0,11	172,4	6,0
20	0,22	194,2	3,0
30	0,36	220,4	5,3
40	0,51	219,1	7,0
50	0,70	225,6	6,1
60	0,92	242,2	6,0
70	1,20	249,0	4,5
80	1,61	259,6	5,6
90	2,30	272,3	7,0

HV - Dureza Vickers (média); σ – Desvio-padrão

Figura 35 – Curva de encruamento do aço ARBL CSN 2336.

4.4. Amolecimento dos aços

O primeiro experimento exploratório teve como objetivo definir o intervalo de temperaturas para a construção das curvas de amolecimento e de cinética de recristalização do aço ARBL CSN 2336. As amostras foram encapsuladas em quartzo em atmosfera de argônio e recozidas. A Tabela 9 e a Figura 36 apresentam as variações de microdureza Vickers (HV-0,2) e o comportamento geral do amolecimento do aço CSN 2336, após um tempo de patamar de 15 min para diferentes temperaturas de recozimento e nas duas reduções investigadas. Observa-se que até a temperatura de 540°C a dureza do material pouco se altera para ambas reduções, sendo que a recristalização não é observada para temperaturas mais baixas. No item 4.7 esta afirmação será comprovada por análise metalográfica.

Até cerca de 500°C, o amolecimento é bastante discreto e ocorre via recuperação estática. O início da recristalização deste material em estudo se dá a aproximadamente 610 °C para amostras com 50% de redução e aproximadamente 550°C para 70% de redução. Acima de 700°C o processo de recristalização termina para as duas condições de redução a frio. Acima desta temperatura inicia-se o processo de crescimento de grão, que não é objeto de estudo desta Dissertação.

Tabela 9 – Variação da microdureza Vickers após tratamento térmico por 15 min.

Temperatura (°C)	Dureza (HV-0,2)			
	50%	σ	70%	σ
300	231	7	253	7
350	227	9	253	4
400	239	4	265	3
450	240	9	258	7
500	236	5	254	7
550	229	7	243	5
575	218	6	231	8
600	222	9	208	5
625	183	8	151	4
650	142	3	145	3
680	139	2	141	3

HV - Dureza Vickers (média); σ – Desvio-padrão

Figura 36 – Curva de amolecimento do aço ARBL CSN 2336.

4.5. Cinética de amolecimento

Conforme descrito no item anterior, com o auxílio das curvas de amolecimento foi possível planejar a segunda etapa (cinética de recristalização), onde as temperaturas de recozimento utilizadas foram 600, 650 e 700°C, com tempos variando de 15 a 600 s. Os recozimentos foram realizados em banho de sal fundido (conforme descrito no item 3.2.5) para assegurar rápida transferência de calor aos corpos-de-prova investigados.

Para as duas condições de laminação a frio (50 e 70%), não se observou, através de análise metalográfica (conforme item 4.7 desta Dissertação) o surgimento de novos grãos em recozimentos abaixo de 600°C por tempos de até 600 s. Assim, como para corpos-de-prova tratados por 5 e 10 s nas temperaturas e reduções informadas, não sendo detalhado evidentemente neste capítulo estas condições.

As Tabelas 10 e 11 mostram os resultados de microdureza Vickers para as temperaturas de 650 e 700°C e com o tempo variando de 15 a 600 s. As Figuras 37 e 38 apresentam os gráficos referentes à cinética de amolecimento em banho de sal.

Tabela 10 – Variação da microdureza Vickers no recozimento do aço a 650°C.

Tempo (s)	Redução (%)			
	50		70	
	(HV-0,2)	σ	(HV-0,2)	σ
0	226	6	249	5
15	226	3	248	8
20	226	8	246	6
30	226	5	239	6
45	226	6	233	5
60	225	8	224	4
120	215	4	185	4
180	211	6	172	3
300	186	6	153	6
600	166	5	136	4

HV - Dureza Vickers (média); σ - Desvio-padrão

Figura 37 – Amolecimento com o progresso da recristalização para recozimento a 650°C.

Tabela 11 – Variação da microdureza Vickers no recozimento do aço a 700°C.

Tempo (s)	Redução (%)			
	50		70	
	(HV-0,2)	σ	(HV-0,2)	σ
0	226	6	249	5
15	224	5	247	4
20	217	7	220	5
30	210	5	163	4
45	207	5	156	3
60	204	6	154	6
120	185	4	148	3
180	169	3	142	4
300	165	2	141	2
600	163	3	135	3

HV - Dureza Vickers (média); σ - Desvio-padrão

Figura 38 – Amolecimento com o progresso da recristalização para recozimento a 700°C.

O amolecimento ocorre de forma semelhante nas duas reduções, sendo que o tempo para a completa recristalização do material é maior a 650°C (ocorre com tempo superior a 180 s). Já para a temperatura de 700°C, a resposta à recristalização é mais rápida, levando a um amolecimento completo mais rápido (aproximadamente 30 s).

Para uma mesma redução a frio, o tempo transcorrido para se ter uma percepção do início da recristalização cresce com a diminuição da temperatura. Isso é possivelmente, devido ao retardo da recristalização pelo efeito da recuperação que ocorre em temperaturas mais baixas e a menor ativação térmica. A mobilidade dos contornos de alto ângulo é a responsável pela recristalização do material (HUMPHREYS, 2004), e é afetada tanto pela ativação térmica como pela deformação (energia armazenada). Neste caso a força motriz para o processo de recristalização é drenada pela recuperação e / ou a ativação térmica da amostra é insuficiente para permitir a movimentação de contornos de alto ângulo. Outro fator de forte influência no atraso da recristalização é a presença de solutos, devido ao efeito na mobilidade dos contornos, principalmente em temperaturas mais baixas e menores deformações, como visto para temperatura de 650°C numa redução a frio de 50%. A literatura comenta sobre o efeito de elementos em solução sólida em metais de alta EDE, dificultando a recristalização e favorecendo a recuperação em temperaturas mais baixas (HUMPHREYS, 2004).

Uma análise dos valores do desvio-padrão encontrado nas medidas de dureza para cada condição (redução a frio x temperatura x tempo – Tabelas 10 e 11), permite notar que as maiores dispersões são observadas nas amostras recozidas em temperaturas mais baixas e por tempos mais curtos. Este fato pode ser explicado pela ocorrência de recristalização de modo heterogêneo.

4.6. Cinética de recristalização

Os valores de fração amolecida (A) e fração volumétrica recristalizada (X_v) nas temperaturas de 650°C e 700°C com tempos de 15 s até 600 s para cada condição de redução a frio, 50 e 70%, foram obtidos por meio de dois métodos distintos. O primeiro utiliza valores de fração amolecida (A) obtidos a partir de medidas de microdureza Vickers. O segundo método utiliza dados da fração volumétrica recristalizada (X_v) obtidos diretamente a partir de metalografia quantitativa (microscopia ótica).

4.6.1. Cinética de recristalização via fração amolecida (A)

Neste método, considera-se que o amolecimento observado no material durante os tratamentos de recozimento tem forte correlação com a recristalização. Adota-se que a fração volumétrica recristalizada (X_v) é igual à fração amolecida (A), como visto no item 2.9 (CARVALHO; PETITGAND, 2004). Com auxílio da Equação 1, os valores da fração amolecida (A) obtidos após recozimento para cada condição de redução a frio, temperatura (650 e 700°C) e tempo, são apresentados nas Tabelas 12 e 13 e nas Figuras 39 e 40.

Uma variável importante na Equação 1 é H_r . Os valores encontrados tanto na BQD como na amostra com redução de 70% recozida a 700°C por 10 min são praticamente iguais (134 e 135 HV-0,2, respectivamente).

A partir destes resultados, foram construídas curvas para representar a cinética de recristalização usando o modelo JMAK (Johnson – Mehl – Avrami – Kolmogorov). A partir delas, foram calculados os valores experimentais do expoente de Avrami (n) e da

constante B para todas as condições experimentais, a partir da linearização dos dados da cinética de recristalização, mediante $\ln t$ *versus* $\ln[\ln(1/(1-X_v))]$. Estes últimos resultados, para o cálculo de n, são apresentados nas Tabelas 14 e 15 e nas Figuras 41 e 42.

Tabela 12 – Evolução da fração recristalizada no aço recozido a 650°C.

Tempo (s)	Redução (%)			
	50		70	
	(HV-0,2)	A	(HV-0,2)	A
0	226	0	249	0
15	226	0	248	0
20	226	0	246	0
30	226	0	243	0,1
45	226	0	242	0,1
60	225	0	236	0,1
120	215	0,1	201	0,4
180	211	0,2	189	0,5
300	197	0,3	153	0,8
600	161	0,7	136	1,0

HV - Dureza Vickers (média); A = Fração amolecida

Figura 39 – Cinética de recristalização do aço recozido a 650°C via fração amolecida.

Tabela 13 – Evolução da fração recristalizada no aço recozido a 700°C.

Tempo (s)	Redução (%)			
	50		70	
	(HV-0,2)	A	(HV-0,2)	A
0	226	0	249	0
15	224	0	247	0
20	217	0,1	220	0,3
30	210	0,2	163	0,8
45	207	0,2	156	0,8
60	205	0,2	154	0,8
120	185	0,4	148	0,9
180	169	0,6	142	0,9
300	165	0,7	141	0,9
600	158	0,7	134	1,0

HV - Dureza Vickers (média); A = Fração amolecida

Figura 40 – Cinética de recristalização do aço recozido a 700°C via fração amolecida.

Tabela 14 – Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço recozido a 650°C.

Tempo (s)	ln t	Redução (%)	
		50	70
		ln [ln (1/1 - X _v)]	
0	0	0	0
15	2,708	0	- 5,101
20	2,996	0	- 3,706
30	3,401	0	- 2,879
45	3,807	0	- 2,741
60	4,094	0	- 2,083
120	4,787	- 2,130	- 0,625
180	5,193	- 1,740	- 0,298
300	5,704	- 0,966	0,575
600	6,397	0,218	1,412

Figura 41 – Determinação dos expoentes de Avrami para o aço recozido a 650°C.

Tabela 15 – Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço recozido a 700°C.

Tempo (s)	ln (t)	Redução (%)	
		50	70
		ln [ln (1/1 - X _v)]	
0	0	0	0
15	2,708	- 4,042	- 3,862
20	2,996	- 2,283	- 1,239
30	3,401	- 1,661	0,322
45	3,807	- 1,507	0,511
60	4,094	- 1,358	0,554
120	4,787	- 0,535	0,739
180	5,193	- 0,042	0,967
300	5,704	0,090	1,040
600	6,397	0,288	1,784

Figura 42 – Determinação dos expoentes de Avrami para o aço recozido a 700°C.

4.6.2. Cinética de recristalização via metalografia quantitativa

Os valores da fração volumétrica recristalizada (X_v) obtidos por metalografia quantitativa ao microscópio para as condições de 50 e 70% de redução a frio, recozida a 650 e 700°C e para tempos variando de 15 a 600 s, são apresentados nas Tabelas 16 e 17 e Figuras 43 e 44.

As planilhas do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK para todas as condições experimentadas são apresentadas nas Tabelas 18 e 19. A linearização dos dados da cinética de recristalização, mediante a construção de curvas $\ln t$ versus $\ln[\ln(1/(1-X_v))]$, é apresentada nas Figuras 45 e 46, onde é possível obter os valores do expoente de Avrami (n) e da constante B.

Tabela 16 – Evolução da fração recristalizada no aço recozido a 650°C.

Tempo (s)	Redução (%)	
	50	70
	X_v	
0	0	0
15	0	0
20	0	0
30	0	0
45	0	0,1
60	0,2	0,2
120	0,2	0,4
180	0,2	0,6
300	0,5	0,9
600	0,8	1,0

X_v = Fração volumétrica recristalizada.

Figura 43 – Cinética de recristalização do aço recozido a 650°C via metalografia quantitativa.

Tabela 17 – Evolução da fração recristalizada no aço recozido a 700°C.

Tempo (s)	Redução (%)	
	50	70
	X_v	
0	0	0
15	0	0,2
20	0,1	0,4
30	0,2	0,8
45	0,3	0,9
60	0,5	0,9
120	0,7	0,9
180	0,8	1,0
300	0,9	1,0
600	1,0	1,0

X_v = Fração volumétrica recristalizada.

Figura 44 – Cinética de recristalização do aço recozido a 700°C via metalografia quantitativa.

Tabela 18 – Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço recozido a 650°C.

Tempo (s)	ln t	Redução (%)	
		50	70
		ln [ln (1/1 - X _v)]	
0,5	0	-	-
15	2,708	-	-
20	2,996	-	-
30	3,401	-	-
45	3,807	- 3,731	- 2,657
60	4,094	- 3,731	- 1,729
120	4,787	- 1,821	- 0,840
180	5,193	- 1,551	- 0,180
300	5,704	- 0,499	1,132
600	6,397	0,561	-

Figura 45 – Determinação dos expoentes de Avrami para o aço recozido a 650°C.

Tabela 19 – Planilha do cálculo da cinética de recristalização pelo modelo JMAK do aço recozido a 700°C.

Tempo (s)	ln t	Redução (%)	
		50	70
		ln [ln (1/1 - X _v)]	
0,5	0	-	-
15	2,708	- 2,86	- 1,80
20	2,996	- 2,18	- 0,80
30	3,401	- 1,43	0,56
45	3,807	- 0,88	0,79
60	4,094	- 0,34	0,86
120	4,787	0,18	1,23
180	5,193	0,54	1,45
300	5,704	0,75	-
600	6,397	1,16	-

Figura 46 – Determinação dos expoentes de Avrami para o aço recozido a 700°C.

Conforme os resultados apresentados nas Figuras 39, 40, 43 e 44, nota-se que a cinética de recristalização depende muito mais da temperatura de recozimento do que da deformação. Quanto maior a temperatura de recozimento, maior é a taxa de recristalização e a transformação ocorre em tempos mais curtos (dependência exponencial da temperatura). Neste caso os mecanismos difusionais são favorecidos e a mobilidade dos contornos de alto ângulo cresce, aumentando a cinética do processo.

Por outro lado, em temperaturas de recozimento mais baixas, a deformação passa a ter uma importância mais significativa na cinética de recristalização. Para temperaturas de recozimento muito baixas, os mecanismos de recuperação estão ocorrendo e consumindo a energia armazenada na deformação, atrasando ou inibindo a recristalização. Neste caso, o aumento da deformação, além de criar mais sítios de nucleação de novos grãos na microestrutura, eleva a força motriz para o processo de recristalização e fornece energia suficiente para que os contornos de alto ângulo se libertem das forças aprisionadoras causadas por solutos, impurezas ou partículas presentes, permitindo que a recristalização ocorra, mesmo que em tempos curtos. A presença de solutos e a movimentação dos contornos de alto ângulo dependem de uma maior ativação térmica do que a necessária para arranjar a subestrutura de defeitos nos contornos de baixo ângulo (CARVALHO, 2004).

4.6.3. Comparação entre as cinéticas de recristalização determinadas via fração amolecida e via metalografia quantitativa

Os valores do expoente de Avrami (n) para cada condição experimental e da constante da equação de JMAK (B) são apresentados na Tabela 20.

Os resultados da fração volumétrica recristalizada (X_v) obtidos por metalografia quantitativa, e da fração amolecida (A), obtida indiretamente pelas medidas de microdureza Vickers, são apresentados nas Tabelas 21 a 24 e Figuras de 47 a 50 para melhor comparação entre as metodologias utilizadas. Este tipo de abordagem permite verificar se há correspondência entre os valores A e X_v , obtidos por técnicas distintas, possibilitando evidenciar eventuais desvios da idealidade.

Tabela 20 – Tabela apresentando os valores calculados de n e B .

			Redução (%)	
			50	70
Via fração amolecida	650°C	n	1,48	1,67
		B	$8,79 \times 10^{-5}$	$12,9 \times 10^{-5}$
	700°C	n	1,01	1,06
		B	$3,65 \times 10^{-3}$	$10,9 \times 10^{-3}$
Via metalografia quantitativa	650°C	n	1,74	1,85
		B	$2,74 \times 10^{-5}$	$7,07 \times 10^{-5}$
	700°C	n	1,06	1,16
		B	$5,75 \times 10^{-3}$	$16,1 \times 10^{-3}$

Tabela 21 – Fração amolecida (A) *versus* fração volumétrica recristalizada (X_v) a 650°C 50% de redução.

Tempo (s)	A	X_v
15	0	0
20	0	0
30	0	0
45	0	0
60	0	0
120	0,1	0,2
180	0,2	0,2
300	0,3	0,5
600	0,7	0,8

Figura 47 – Correlação entre A e X_v para o aço recozido a 650°C e 50% de redução a frio.

Tabela 22 – Fração amolecida (A) *versus* fração volumétrica recristalizada (X_v) a 650°C 70% de redução.

Tempo (s)	A	X_v
15	0	0
20	0	0
30	0,1	0
45	0,1	0
60	0,1	0,2
120	0,4	0,4
180	0,5	0,6
300	0,8	0,9
600	1,0	1,0

Figura 48 – Correlação entre A e X_v para o aço recozido a 650°C e 70% de redução a frio.

Tabela 23 – Fração amolecida (A) *versus* fração volumétrica recristalizada (X_v) 700°C 50% de redução.

Tempo (s)	A	X_v
15	0	0
20	0,1	0,1
30	0,2	0,2
45	0,2	0,3
60	0,2	0,5
120	0,4	0,7
180	0,6	0,8
300	0,7	0,9
600	0,7	1,0

Figura 49 – Correlação entre A e X_v para o aço recozido a 700°C e 50% de redução a frio.

Tabela 24 – Fração amolecida (A) *versus* fração volumétrica recristalizada (X_v) 700°C 70% de redução.

Tempo (s)	A	X_v
15	0	0,2
20	0,3	0,4
30	0,8	0,8
45	0,8	0,9
60	0,8	0,9
120	0,9	0,9
180	0,9	0,9
300	0,9	1,0
600	1,0	1,0

Figura 50 – Correlação entre A e X_v para o aço recozido a 700°C e 70% de redução a frio.

Quando comparados entre si, os valores de fração volumétrica recristalizada (X_v) e da fração amolecida (A), apresentados nas Tabelas 21 a 24 e Figuras de 47 a 50, é possível observar que o comportamento encontrado é o oposto daquele reportado na literatura para o alumínio (Figura 18), também um metal de alta EDE. Uma possível explicação para este comportamento seria a precipitação tardia de Nb(C,N) e/ou AlN na matriz ferrítica (BRITO, 1978; MARTINS, 1995), uma vez que a microestrutura do material após laminação a quente ainda não se encontra em equilíbrio termodinâmico.

Os valores do expoente de Avrami (n) apresentados na Tabela 20 são compatíveis com os valores encontrados experimentalmente para um aço IF, em trabalho realizado por Ye (YE, 2002), variando entre **1,3 e 2,6**, conforme descrito na Revisão da Literatura.

Ainda com relação aos valores encontrados para o expoente de Avrami (n), estes estão compatíveis com as condições de processamento a que foram submetidos, ou seja, reduções maiores (70%) levam a valores de n maiores que os encontrados no material de menor redução (50%), tanto a 650°C como a 700°C.

Outras variáveis influentes no fenômeno da recristalização e que podem contribuir para um comportamento cinético diferente são:

- Tamanho de grão inicial – contornos de grão são sítios preferenciais para a nucleação da recristalização, e quanto mais finos forem os grãos, maior será a aceleração do processo;
- Modo e quantidade de deformação – dita a uniformidade da distribuição da deformação, dos sítios de nucleação e da energia armazenada;
- Solutos – podem segregar junto aos contornos de alto ângulo ou formar “atmosfera” que irão dificultar a movimentação dos contornos e atrasar a recristalização;
- Presença de partículas – dependendo da relação entre a fração volumétrica e o tamanho médio, pode ter um efeito de impedir a migração dos contornos; e

- Efeitos de orientação – pode contribuir para uma nucleação heterogênea de grãos recristalizados em sítios preferenciais e afetar o progresso da recristalização, como por exemplo, a maior propensão à recristalização na fibra γ do que na fibra α .

4.7. Evolução da microestrutura

4.7.1. Microestrutura do material de partida (matéria-prima original – BQD)

A Figura 51 mostra a microestrutura do material de partida no estado “*laminado a quente decapado*” (BQD). Ela é constituída por uma matriz ferrítica com perlita nos contornos de grão e partículas contendo nióbio, possivelmente nitretos e carbonitretos de nióbio, visíveis apenas no microscópio eletrônico de transmissão. O tamanho de grão inicial é de aproximadamente $15,5 \pm 1,6 \mu\text{m}$ (9 ASTM). Esta microestrutura é característica da etapa em que o material foi amostrado e compatível com aços de composição e tratamentos termomecânicos similares (conforme visto na Figura 11 - 900°C na Revisão da Literatura). Não foram observadas diferenças microestruturais significativas entre regiões próximas às superfícies e na metade da espessura da amostra. A micrografia apresentada na Figura 51 está localizada na metade da espessura do corpo-de-prova, assim como todas as outras aqui apresentadas (exceto quando indicado).

O refinamento de grão observado neste aço microligado ao nióbio, quando comparado com um aço carbono-manganes comum (sem microligante), é compatível com os resultados reportados em outros trabalhos (GERMANO, 1994; MARTINS, 1995) que

processaram termomecanicamente (laminação a quente controlada) aços microligados ao nióbio e aços sem microligantes.

A migração dos contornos de grãos austeníticos em altas temperaturas traz duas consequências decisivas para o refinamento do grão ferrítico. A primeira delas é o fato do impedimento do crescimento de grão austenítico produzir uma ferrita proveniente de uma microestrutura anterior mais refinada; com isso, a granulação ferrítica será mais fina. A segunda é a elevação da temperatura de recristalização da austenita (T_{nr}), pois o impedimento da movimentação dos contornos de grãos austeníticos eleva a T_{nr} , permitindo com isso uma maior quantidade de deformação abaixo desta temperatura, o que aumenta o número de pontos de nucleação da ferrita na austenita deformada, refinando o grão ferrítico (MARTINS, 1995). Outro efeito causado pelo nióbio é o aumento dos pontos de nucleação devido à precipitação, pois os precipitados grosseiros funcionam como pontos de nucleação de ferrita (HONEYCOMBE, 1980; GERMANO, 1994).

A Figura 52 detalha a presença de perlita nos contornos de grãos via microscopia eletrônica de varredura (MEV). O aumento da dureza na estrutura perlítica observada em aços microligados com nióbio deve-se à precipitação de NbC na ferrita da perlita, como observado por Mei (SILVA, 2006).

Figura 51 – Microestrutura da BQD CSN 2336. Ataque Nital 4% (MO - 500X).

Figura 52 – Micrografia da BQD na região destacada na figura anterior - perlita - (MEV, elétrons secundários).

4.7.2. Estado encruado

A Figura 53 apresenta a micrografia do material de partida no estado “*laminado a quente decapado*” (BQD), assim como as micrografias dos materiais no estado “*encruado*”, com reduções a frio variando de 10 a 90%. A microestrutura do material de partida já foi comentada no item anterior. Para os corpos-de-prova deformados, observa-se que a microestrutura é formada por grãos bastante alongados no sentido da laminação para reduções acima de 60%. Observa-se também que à medida que se aumenta a redução a frio a perlita, que se encontra nos contornos de grão da BQD, vai se fragmentando, formando partículas de cementita (Fe_3C) isoladas e alinhadas na matriz ferrítica. A Figura 54 apresenta as micrografias dos materiais no estado “*encruado*”, com reduções a frio de 50 e 70%.

Figura 53 – Microestrutura da seção DL – DN do aço ARBL CSN 2336 no estado “*laminado a quente*” e “*encruado*” após reduções a frio indicadas acima (MO – 500X).

Figura 54 – Microestrutura da seção DL – DN do aço ARBL CSN 2336 após reduções a frio de 50 e 70%, respectivamente (MO – 500X).

4.7.3. Estado recozido

4.7.3.1. Microestrutura no estado recozido

As Figuras 55 e 56 mostram as microestruturas dos corpos-de-prova recozidos em temperaturas variando de 300 a 680°C, com um tempo fixo de 15 min e reduções a frio de 50 e 70%, respectivamente, com o objetivo de se definir inicialmente as temperaturas adequadas para o estudo da cinética de recristalização do aço em questão.

A Figura 57 apresenta algumas condições de tratamento térmico. Observa-se que, tanto para redução a frio de 50% como para a de 70%, o aspecto da microestrutura é bastante heterogêneo, o que pode ser explicado pela distribuição heterogênea da deformação plástica dentro dos grãos e de grão para grão.

As Figuras 58 e 59, por sua vez, apresentam análise via MEV dos corpos-de-prova recozidos em diversas condições. Em destaque são apontadas as partículas de cementita fragmentadas pela redução a frio, assim como a dificuldade de recristalização de alguns grãos.

Figura 55 – Microestrutura da seção DL – DN do aço ARBL CSN 2336 após recozimento durante 15 min para cada temperatura acima – redução a frio de 50% (MO – 500X).

Figura 56 – Microestrutura da seção DL – DN do aço ARBL CSN 2336 após recozimento durante 15 min para cada temperatura acima – redução a frio de 70% (MO – 500X).

A

B

Figura 57 – Microestrutura da seção DL – DN das seguintes condições: A – recozida a 575°C com 50% de redução a frio e B – recozida a 600°C com 70% de redução a frio (MO – 500X).

Figura 58 – Análise via MEV do corpo-de-prova com 50% de redução recozido a 575°C por 15 min (imagens de elétrons retroespalhados e secundários). Note a ausência de grãos recristalizados nesta condição.

Figura 59 – Análise via MEV do corpo-de-prova com 70% de redução recozido a 600°C por 15 min (imagens de elétrons retroespalhados e secundários). Note a ocorrência de recristalização parcial e do alinhamento de partículas de cementita.

4.7.3.2. Microestruturas usadas na determinação da cinética de recristalização

Após a determinação das temperaturas e dos tempos de recozimento, iniciaram-se os tratamentos térmicos a 600°C e com 50 e 70% de redução a frio (Figuras 60 e 61, respectivamente).

As Figuras de 62 a 65 mostram, resumidamente, a evolução microestrutural observada nos corpos-de-prova durante o recozimento em duas temperaturas diferentes, 650 e 700°C, para reduções a frio de 50 e 70%. Em destaque as condições onde se observa o início da recristalização e totalmente recristalizado para cada tratamento térmico, detalhadas nas Figuras de 66 a 69, exceto o corpo-de-prova recozido a 650°C com 50% de redução a frio que não apresentou 100% de recristalização nem após 600 s de recozimento.

Para a temperatura de recozimento de 650°C (Figuras 62 e 63), observa-se o início da recristalização aproximadamente com 180 s para 50% de redução e 45 s para 70% de redução. A recristalização ocorre preferencialmente nos grãos da fibra γ , enquanto que os grãos da fibra α continuam apenas recuperados, sem evidência de recristalização no interior destes grãos. Já para recozimento a 700°C (Figuras 64 e 65) o início da recristalização ocorre com 20 s para 50% de redução e com 15 s para 70% de redução. O surgimento de pequenos grãos recristalizados ocorre inicialmente em alguns grãos subdivididos por bandas de deformação e nos contornos de grão. Deste modo, é possível afirmar que a nucleação dos novos grãos não é aleatória, mas ocorre preferencialmente nas regiões de maior desorientação e / ou maior energia acumulada (RÉGLÉ, 2001; CARVALHO, 2004). Estas diferenças entre o material recozido a 650°C e a 700°C estão relacionadas ao grau de ativação térmica e ao caráter difusional da transformação. Quanto

maior a temperatura, mais rapidamente o processo ocorrerá. Em temperaturas mais baixas, tempos mais longos são necessários para a total recristalização do material.

Com o aumento do tempo de recozimento (acima de 300 s para 650°C com 70% de redução, acima de 180 s para 700°C com 50% de redução e acima de 120 s para 700°C com 70% de redução), verifica-se que o processo de recristalização é concluído (exceto para condição de 650°C e 50% de redução a frio, onde nota-se ainda a presença dos chamados “*restos de encruamento*”³ até para tempo de 600 s), o que se dá através da migração dos contornos dos novos grãos que nuclearam primeiro, com isto, se explica o aspecto heterogêneo da microestrutura. Abaixo destas condições, as amostras ainda apresentam regiões que não estão totalmente recristalizadas.

As micrografias aqui apresentadas referem-se à metade da espessura de cada corpo-de-prova. Não foram observadas diferenças significantes em três (3) posições distintas ao longo da seção da espessura do material, conforme mostra a Figura 70.

Na Figura 71, correspondente a um corpo-de-prova com 70% de redução recozido a 700°C por 15 s, observado com o auxílio de microscopia eletrônica de varredura, pode-se observar a heterogeneidade do processo de recristalização. Nestas micrografias, em partículas, os grãos surgem preferencialmente nos grãos deformados da fibra γ .

Os aspectos microestruturais aqui observados corroboram com os perfis de amolecimento e a cinética de recristalização para todas as condições testadas e apresentadas anteriormente.

³ Na prática, estas regiões não-recristalizadas e com morfologia alongada são regiões recuperadas.

DN
DL

Figura 60 – Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 600°C e com 50% de redução a frio (MO – 500X).

Figura 61 – Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 600°C e com 70% de redução a frio (MO – 500X).

Figura 62 – Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 650°C e com 50% de redução a frio (MO – 500X).

DN
DL

Figura 63 – Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 650°C e com 70% de redução a frio (MO – 500X).

Figura 64 – Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 700°C e com 50% de redução a frio (MO – 500X).

DN ↑
DL →

Figura 65 – Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 700°C e com 70% de redução a frio (MO – 500X).

A

B

Figura 66 – Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 650°C e com 50% de redução a frio. A – início da recristalização com 180 s e B – ainda observa-se restos de encruamento com 600 s (MO – 500X).

A

B

Figura 67 – Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 650°C e com 70% de redução. A – início da recristalização com 45 s (MO – 500X) e B – totalmente recristalizada com 300 s (MO – 1000X).

A

B

Figura 68 – Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 700°C e com 50% de redução. A – início da recristalização com 20 s e B – totalmente recristalizada com 180 s (MO – 500X).

A

B

Figura 69 – Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 700°C e com 70% de redução. A – início da recrystalização com 15 s (MO – 1000X) e B – totalmente recrystalizada com 120 s (MO – 500X).

A - Superior

B - Meio

C - Inferior

Figura 70 – Micrografias dos corpos-de-prova recozidos a 700°C, 70% de redução e com 60 s, retiradas ao longo da espessura do material (MO – 500X). Não se observa variação microestrutural significativa ao longo da espessura dos corpos-de-prova.

Figura 71 – Micrografias do corpo-de-prova com 70% de redução, recozido a 700°C por 15 s (imagens de elétrons retroespalhados e secundários). Nota-se nucleação em bandas (fibra γ) e a heterogeneidade da recrystalização.

4.8. Tamanho de grão recristalizado

O tamanho médio de grão ferrítico encontrado nas amostras recristalizadas (Tabela 25) nas diferentes condições de processamento mostra que o aumento da deformação plástica a frio promoveu apenas um leve refinamento dos grãos após a recristalização. Isto se deve ao aumento do número de sítios de nucleação introduzidos pela redução a frio e ao aumento da energia armazenada necessária para manter a migração dos contornos de alto ângulo.

As amostras recozidas a 650°C após 50% de redução a frio não foram avaliadas por apresentarem recristalização apenas parcial até o maior tempo de recozimento utilizado (600 s), assim como as amostras tratadas a 600°C.

Tabela 25 – Tamanho médio de grão (em μm) e respectivo desvio-padrão (σ) das amostras recristalizadas.

Temperatura (°C)	Redução a frio (%)			
	50 (σ)		70 (σ)	
650	-	-	10	(0,2)
700	13	(0,3)	12	(0,3)

4.9. Textura cristalográfica

As Figuras 72 a 79 mostram os resultados das análises de textura cristalográfica do aço ARBL CSN 2336 nas condições “*laminado a quente*”, “*50% de redução*”, “*70% de redução*” e “*70% recozido a 700°C por 15 min*”.

As figuras de pólo (Figuras 72 a 75) permitem observar o fortalecimento da textura com o aumento da deformação. Com o recozimento (Figura 75), outros componentes surgem e a textura fica mais fraca. A análise das componentes de textura é facilitada com as FDOCs mostradas nas Figuras 76 a 79. Na condição “*laminado a quente*” (Figura 76), o material apresenta textura fraca. As componentes α e γ não são bem definidas ou estão pouco desenvolvidas (espalhamento). As componentes H (cubo girado – (001) [110]) e CH ((001) [021]) não podem ser individualizadas, porém apresentam-se razoavelmente intensas.

Observa-se que a textura de laminação, tanto para 50% (Figura 77) como para 70% (Figura 78), fortalece a fibra γ (componente mais intensa $\{111\}\langle 110\rangle$) e passa a apresentar as componentes H (cubo girado – (001) [110]) e CH ((001) [021]) individualizadas, sendo que esta última componente se intensifica e torna mais nítida após 70% de redução. Observou-se também, para todas as condições investigadas, a presença da fibra α (incompleta). Estas componentes são comumente reportadas na literatura para aços de baixo carbono laminados a frio (VIANA, 2003; MOTTA, 2007).

Na amostra com 70% de redução recozida a 700°C por 15 min, totalmente recristalizada, ocorre um enfraquecimento significativo da componente H e o desaparecimento da componente CH, consumidas durante a recristalização. A fibra α apresenta um discreto enfraquecimento enquanto que a fibra γ se intensifica durante a recristalização (componente mais intensa deslocada de $\{111\}\langle 110\rangle$ para $\{111\}\langle 112\rangle$).

Figura 72 – Figuras de pólo do aço ARBL CSN 2336 na condição “*laminado a quente*” (BQ) obtidas por difração de raios X.

Figura 73 – Figuras de pólo do aço ARBL CSN 2336 na condição “*laminado a frio*” com 50% de redução obtidas por difração de raios X.

Figura 74 – Figuras de pólo do aço ARBL CSN 2336 na condição “laminado a frio” com 70% de redução obtidas por difração de raios X.

Figura 75 – Figuras de pólo do aço ARBL CSN 2336 na condição “laminado a frio” com 70% de redução e recozida a 700°C por 15 min em banho de sais fundidos obtidas por difração de raios X.

Figura 76 – FDOC do aço ARBL CSN 2336 na condição “*laminado a quente*” mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$, em intervalos de 5° e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória.

Figura 77 – FDOC do aço ARBL CSN 2336 na condição “laminado a frio” com 50% de redução a frio mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$, em intervalos de 5° e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória.

Figura 78 – FDOC do aço ARBL CSN 2336 na condição “laminado a frio” com 70% de redução a frio mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$, em intervalos de 5° e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória.

Figura 79 – FDOC do aço ARBL CSN 2336 na condição “laminado a frio” com 70% de redução a frio e recozido a 700°C por 15 min (100% recristalizada) mostrando as seções de $\varphi_2=0^\circ$ a $\varphi_2=90^\circ$, em intervalos de 5° e a escala de intensidades de orientação em relação à textura aleatória.

5. Conclusões

- 1) As temperaturas A_{r1} e A_{r3} , determinadas em amostras retiradas do material de partida (*“laminado a quente”*) com o auxílio de ensaios de dilatométrica, apresentaram valores compatíveis com os da literatura, assegurando que o estudo de recristalização deste aço foi realizado no campo ferrítico.
- 2) Não se observou a ocorrência de recristalização total em temperaturas inferiores a 600°C , em nenhuma das condições testadas (50% e 70% de redução) para o tempo máximo de 600 s.
- 3) Os resultados deste trabalho mostram que o intervalo de temperatura para a obtenção de microestruturas totalmente recristalizadas após 10 min de recozimento, para as duas reduções estudadas, situa-se entre 650 e 700°C . A amostra com 50% de redução não recristaliza totalmente após 10 min a 650°C , resultando numa microestrutura parcialmente recristalizada ($X_v = 80\%$).
- 4) Os valores de n encontrados (1,01 a 1,85) mostram que a cinética de recristalização do aço é compatível com valores reportados na literatura para aços de baixo e ultra-baixo carbono. Valores ideais próximos a $n = 3$ (saturação de sítios) não são obtidos, uma vez que a nucleação da recristalização não ocorre de modo aleatório (energia armazenada varia localmente), além da forte competição com a recuperação.
- 5) Do ponto de vista tecnológico, os resultados obtidos nesta Dissertação podem ser aplicados diretamente nas linhas de recozimento permitindo o ajuste mais

eficiente dos parâmetros temperatura e velocidade da tira (tempo de residência), assegurando a obtenção de tiras 100% recristalizadas, tanto via recozimento contínuo como recozimento em caixa.

- 6) Quanto maior a temperatura de recozimento, maior é a taxa de recristalização e o processo se completa em tempos mais curtos. Neste caso os mecanismos difusionais são favorecidos e a mobilidade dos contornos de alto ângulo cresce, elevando a cinética do processo. Os resultados mostram ainda que a cinética de recristalização é mais influenciada pela temperatura de recozimento do que pela quantidade de redução a frio na faixa estudada.
- 7) Quando os valores de fração volumétrica recristalizada (X_v) e a fração amolecida (A) são comparados entre si, observa-se um comportamento diferente do encontrado em literatura para o alumínio, que também é um metal de alta EDE. Uma possível explicação para este comportamento é a precipitação tardia de Nb(C,N) e/ou AlN na matriz ferrítica. A microestrutura do material após laminação a quente ainda não se encontra em equilíbrio termodinâmico.
- 8) Para o aço estudado, observa-se que a textura na condição “*laminado a quente*” é fraca, com as componentes α e γ não tão bem delineadas e com as componentes H e CH não-individualizadas. Com o aumento da deformação a frio, nota-se o fortalecimento da fibra γ (componente mais intensa $\{111\}\langle 110 \rangle$) e das componentes H (cubo girado – (001) [110]) e CH ((001) [021]), sendo que esta última componente se intensifica e torna mais nítida após 70% de redução (isolamento da componente). Observa-se também a presença da fibra α incompleta nas amostras deformadas.

- 9) No estado “*recozido*”, após recristalização completa, ocorre um enfraquecimento significativo da componente H e o desaparecimento da componente CH (consumidas durante a recristalização). A fibra α apresenta um discreto enfraquecimento enquanto que a fibra γ se intensifica durante a recristalização (componente mais intensa deslocada de $\{111\}\langle 110 \rangle$ para $\{111\}\langle 112 \rangle$).

REFERÊNCIAS

- [AKBEN, 1981] AKBEN, M. G. et al. **Acta Materialia**, v. 29, p. 111, 1981.
- [ARIETA, 1998] ARIETA, F. G. Cinética da precipitação de Nb (C, N) na austenita em aços ARBL – baixo C ao Nb. 1998. Catálogo CBMM.
- [BARBOSA, 1988] BARBOSA, R.; BORATTO, F.J.M.; JONAS, S.Y.J. The influence of chemical composition on the recrystallization behaviour of microalloyed steels. In: International symposium on processing, microstructure and properties of HSLA steels Pittsburgh, p. 51-61, 1987.
- [BARRET, 1966] BARRET, C. S; MASSALSKI, T.B. Pole figures and orientation determination. In: Crystallographic methods, principles and data, 3rd Ed. **STRUCTURE of metals**, p. 193-222, 1966.
- [BAY, 1992] BAY, B.; HANSEN, N.; KUHLMANN-WILSDORF, D. Microstructural evolution in rolled aluminum. **Materials Science Engineering**, v. A158, p. 139-146, 1992.
- [BLUM, 1996] BLUM, W.; McQUEEN, H.J. Dynamics of recovery and recrystallization. **Materials Science Forum**, v. 217-222, p.31-42, 1996.
- [BRITO, 1978] BRITO, R. M. Efeito de tratamentos isotérmicos sobre a precipitação de carbonitreto de nióbio na fase ferrítica de um aço ARBL patinável. Rio de Janeiro. 119 p. Dissertação (Mestrado em Metalurgia) – Instituto Militar de Engenharia, 1978.
- [CALLISTER, 2000] CALLISTER, W. D. **Materials Science and Engineering: An Introduction**. 5^a ed. Rio de Janeiro: LTC, p. 119-120, 2000.
- [CARVALHO, 2004] CARVALHO, C. R. G. Estudo da cinética de recristalização num aço IF estabilizado ao titânio com adição de silício. 2004. Dissertação – Faenquil, Lorena, 2004.
- [CHAWLA, 1982] CHAWLA, K. K., MEYERS, M. A. **Princípios de Metalurgia Mecânica**. São Paulo: Edgard Blucher, 1982.
- [CHEN, 1999] CHEN, Y.J.; MEYERS, M.A; NESTERENKO, V.F. Spontaneous and forced shear localization in high-strain-rate deformation of tantalum. **Materials Science and Engineering**, v. A268, p.70-82, 1999.

- [CHRISTIAN, 1965] CHRISTIAN, J. W., The theory of transformations in metals and alloys. In: RAYNOR (ed.) International series of monographs in metals physics and physical metallurgy. London: Pergamon Press, v. 7, p. 710-742, 1965.
- [DECKER, 1950] DECKER, B. F.; HARKER, D. Recrystallization in rolled copper. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**. v. 188, p. 887-890, 1950.
- [DOHERTY, 1997] DOHERTY, R.D. et al. Current issues in recrystallization: a review. **Materials Science Engineering A**, v. 238, p.219-274, 1997.
- [DOTTI, 1997] DOTTI, B. Recozimento HPH em bobinas de chapas. **Manual de instalação planta CSN**. São Paulo: Brasimet Com. e Ind. S.A., 1997.
- [GERMANO,1994] GERMANO, R. L. S.; MARTINS, C. A.; CARVALHO, C. R. G. Desenvolvimento de aço microligado para uso em rodas automotivas. In: Seminário de Laminação, ABM, 31., 1994, Juiz de Fora.
- [HAESSNER, 1978] HAESSNER, F. (Ed.) **Recrystallization of metallic materials**. Dr. Riederer. Stuttgart: Verlag GmbH, 1978.
- [HANSEN, 1990] HANSEN, N. Cold deformation microstructures. **Materials Science Technology**, v. 6, p.1039-1047, 1990.
- [HANSEN, 1992] HANSEN, N. Deformation microstructures. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 27, p.1447-1452, 1992.
- [HIRTH, 1972] HIRTH, J.P. The influence of grain boundary on mechanical properties. **Metallurgical Transactions**, v. 3, p.3047-3067, 1972.
- [HONEYCOMBE, 1980] HONEYCOMBE, R. W. K. Aços, microestruturas e propriedades. Cambridge: Fundação “Calouste Gulbenkian”, 1980.
- [HUANG, 2000] HUANG, Y.; HUMPHREYS, F.J. Subgrain growth and low angle boundary mobility in aluminium crystals of orientation $\{110\}<001>$. **Acta Materialia**, v. 48, n.6, p.2017-2030, 2000.
- [HUGHES, 1993] HUGHES, D.A.; HANSEN, N. Microstructural evolution in nickel during rolling from intermediate to large strains. **Metallurgical Transaction**, v. 24A, p.2021-2037, 1993.

- [HUGHES, 1997] HUGHES, D.A.; HANSEN, N. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. **Acta Materialia**, v. 45, p.3871-3886, 1997.
- [HUGHES, 1993] HUGHES, D.A. Deformation microstructures in refractory metals and alloys: past and present research. In: DALDER, E.N.C. et al (Ed.) *Evolutions of Refractory Metals and Alloys*. Pittsburgh: TMS, 1993. p.219-235.
- [HUMPHREYS, 2004] HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. 2nd ed., Oxford: Elsevier Ltd, 2004.
- [JONAS, 1979] JONAS, J. T.; WEISS, I. **Metal Science**, p. 238, 1979.
- [KIAEI, 1995] KIAEI, M.; HENRY, J.; BACROIX, B.; SCHMITT, J. H. In: *RISOE INTERNATIONAL SYMPOSIUM*, 16., Risoe National Laboratory, Roskilde, Denmark, p. 399-404, 1995.
- [KUHLMANN-WILSDORF, 1991] KUHLMANN-WILSDORF, D.; HANSEN, N. Geometrically necessary, incidental and subgrains boundaries. **Scripta Metallurgica et Materialia**, v. 25, p.1557-1562, 1991.
- [KUHLMANN-WILSDORF, 1999] KUHLMANN-WILSDORF, D. Regular deformation bands (DBs) and the LEDS. **Acta Materialia**, v. 47, p.1697-1712, 1999.
- [LEBON, 1975] LEBON, A. et al. **Metal Science**, v. 9, p. 36, 1975.
- [LEE, 1993] LEE, C.S.; DUGGAN, B.J.; SMALLMAN, R.E. A theory of deformation banding in cold rolling. **Acta Metallurgica et Materialia**, v. 41, p.2265-2270, 1993.
- [LINHARES, 1994] LINHARES, N. J. Manual de Treinamento da Linha de Recozimento Contínuo de Chapas. Volta Redonda: CSN, 1994.
- [LUO, 2004] LUO, H.; SIETSMA, J.; ZWAAG, S. van der Effect of inhomogeneous deformation on the recrystallization kinetics of deformed metals. **ISIJ International**, v. 44, n. 11, p. 1931-1936, 2004.
- [MARQUIS, 1997] MARQUIS, F.D.S.; CHEN, Y.J. High-strain, high-strain-rate deformation behaviour of tantalum and tantalum-tungsten based alloys. **Journal de Physique IV**, v. C3, p.441-446, 1997.

- [MARTINS, 1995] MARTINS, C. A. Efeitos de microadições de nióbio e titânio na estrutura e propriedades mecânicas de um aço conformável submetido a tratamentos termomecânicos. Dissertação (Mestrado em Metalurgia) – UFRJ. Rio de Janeiro, 1995.
- [McQUEEN, 1998] McQUEEN, H.J.; BLUM, W. Recovery and recrystallization in Al alloys fundamentals and practical applications. In: SATO, T. et al. Ed. ICAA-6, Toyohashi: Japan Institute of Light Metals, p.99-112, 1998.
- [MEYER, 1986] MEYER, L. C.; STRAßBURGER, C.; SCHNEIDER, C. Effect and present application of the microalloying elements niobium, vanadium, titanium, zirconium and boron in HSLA steels. In: HSLA Steels: Metallurgy and Applications; ASM, Metals Park; p. 29 – 44, 1986.
- [MEYER, 1987] MEYER, L. C.; STRAßBURGER, C.; SCHNEIDER, C. Microalloying elements niobium, vanadium, titanium, zirconium and boron: their effects in modern automotive steels. Duisburg, F. R. Germany – Thyssen Stahl AG – 1987.
- [MOTTA, 2007] MOTTA, E. A. Estudo da cinética de recristalização dos aços CSN 2680, 2710 e 4130 para fabricação de embalagens. Dissertação – EEL/USP, Lorena, 2007.
- [ORSETTI ROSSI, 1997] ORSETTI ROSSI, P. L.; SELLARS, C. M. Quantitative metallography of recrystallization. **Acta Materialia**, v. 45, p.137-148, 1997.
- [PADILHA, 2005] PADILHA, A. F.; SICILIANO, F. Jr. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. 3ª Ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.
- [PAPALÉO, 1983] PAPALÉO, R., Potencial do nióbio no desenvolvimento de novos aços. **Metalurgia e Materiais - ABM**, v. 39 p. 302, janeiro de 1983.
- [PAULA, 2002] PAULA, A. S. Caracterização estrutural comparativa: um aço extra-baixo carbono ao boro em um aço livre de intersticiais ao titânio. Dissertação - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2002.
- [PETITGAND, 2004] PETITGAND, H.; RÉGLÉ, H.; ZIMMERMMANN, U. Recrystallisation and grain growth in batch annealed Ti-IF steels. **Materials Science Fórum**, v. 467-470, p. 1099-1104, 2004.

- [PINTO, 2003] PINTO, A. L.; LOPES, A. M. Utilização da técnica de EBSD em estudos de microtextura e mesotextura. In: WORKSHOP SOBRE TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO: DEFORMAÇÃO PLÁSTICA, RECRISTALIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃO, 2, 2003, São Paulo IPEN.
- [PRICE, 2001] PRICE, L.; PHYLIPSEN, D.; WORRELL, E. Energy use and carbon dioxide emissions in the steel sector in key developing countries. *Annual Review of Energy and Environment*, v. 26, 2001.
- [RANDLE, 1996] RANDLE, V., HANSEN, N; JUUL JENSEN, D. The deformation behaviour of grain boundary regions in polycrystalline aluminum. **Philosophical Magazine A**, v. 73, p.265-282, 1996.
- [RÉGLÉ, 2001] RÉGLÉ, H. Mechanisms of microstructure and texture evolution during recrystallization of ferritic steels sheets. Recrystallization and Grain Growth. In: JOINT INTERNATIONAL CONFERENCE, 1, 2001, Eds. G. Gottstein and D. A. Molodov, Springer-Verlag, p. 707-717.
- [SANDIM, 2003] SANDIM, H. R. Z. Heterogeneidades de deformação: uma visão microscópica. In: TEXTURA e relações de Orientação – Deformação Plástica, Recristalização e Crescimento de Grão. Ed. p/ A. P. Tschietschin e outros. São Paulo: EPUSP, p. 11-22, 2003.
- [SANTELLA, 1981] SANTELLA, M.L. Grain Growth and High-Temperature Hot Rolling Behaviour of Low-Alloy Steel Austenite. Ph.D. (Thesis) - University of Pittsburgh, 1981.
- [SILVA, 2006] SILVA, A. L. C.; MEI, P. R. Aços e ligas especiais. 2. ed. São Paulo: Villares Metais; Ed. Blucher, 2006.
- [TARASIUK, 2001] TARASIUK, J.; GERBER, P.; BACROIX, B. Recrystallized vol. fraction analysis: In: THE JOINT INTERNATIONAL CONFERENCE RECRYSTALLIZATION AND GRAIN GROWTH, 2001, Aachen. Proceedings. v. 1, p. 613-618.
- [VERBEKEN, 2003] VERBEKEN, K.; KESTENS, L.; JONAS, J.J. Microtextural study of orientation change during nucleation and growth in a cold rolled ULC steel. **Scripta Materialia**, v. 48, p. 1457-1462, 2003.

[VIANA, 2003] VIANA, C. S. C.; PAULA, A. S. Texturas de Deformação. In: WORKSHOP SOBRE TEXTURA E RELAÇÕES DE ORIENTAÇÃO: DEFORMAÇÃO PLÁSTICA, RECRISTALIZAÇÃO E CRESCIMENTO DE GRÃO, 2, 2003, São Paulo IPEN.

[WEISS, 1979] WEISS, I.; JONAS, J. O. **Metallurgical Transactions.**, v. 10A, p. 831, jul. 1979.

[YE, 2002] YE, W.; LE GALL, R.; SAINDRENAN, G. A study of the recrystallization of an IF steel by kinetics models. **Materials Science and Engineering**, v. A322, p. 41-46, 2002.