# UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e Minas

Dissertação de Mestrado

"Estudo da influência dos parâmetros de recozimento em caixa nas propriedades mecânicas de aços para estampagem de limite de escoamento máximo de 230 MPa"

> Autor: Elias Pereira da Silva Orientador: Prof. Dagoberto Brandão Santos Outubro de 2013

# UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e Minas

Elias Pereira da Silva

"Estudo da influência dos parâmetros de recozimento em caixa nas propriedades mecânicas de aços para estampagem de limite de escoamento máximo de 230 MPa"

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais.

Área de Concentração: Metalurgia Física Orientador: Prof. Dagoberto Brandão Santos

> Belo Horizonte Escola de Engenharia da UFMG 2013

Silva, Elias Pereira da S536e Estudo da influência dos pa

Estudo da influência dos parâmetros de recozimento em caixas nas propriedades mecânicas de aços para estampagem de limite de escoamento máximo de 230 MPa [manuscrito] / Elias Pereira da Silva. – 2013. 51 f., enc.: il.

Orientador: Dagoberto Brandão Santos.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Bibliografia: f. 47-51.

1. Metalurgia física – Teses. 2. Estampagem (Trabalhos em metal) – Teses. 3. Aço – Propriedades mecânicas - Teses. I. Santos, Dagoberto Brandão. II. Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia. III. Título.

CDU: 669 (043)

A Deus pelo dom da vida a mim concedido, À minha querida e amada esposa Luciene, Aos meus filhos Samuel e Thaís, Aos meus pais, em especial ao meu pai que não está mais entre nós, mas sempre foi meu incentivador, Aos meus irmãos, familiares e amigos. Com muito carinho e amor.

#### AGRADECIMENTOS

A Deus por me proporcionar a vida e a sabedoria.

À minha esposa Luciene que sempre esteve ao meu lado acreditando em mim, me apoiando e incentivando com um amor incondicional.

Aos meus filhos Samuel e Thaís, por me proporcionarem alegria e motivos para a busca dos meus objetivos.

Ao professor e orientador, Dr. Dagoberto Brandão Santos, pelas orientações, apoio e aprendizado.

À Dra. Roberta de Oliveira Rocha, pelas orientações, incentivo e crescimento profissional e, através dela, estendo este agradecimento à Usiminas, pela confiança e oportunidade a mim concedida.

Aos meus colegas do Centro de Tecnologia da Usiminas que me suportaram nos ensaios e análise dos resultados, sobretudo nas pessoas do Júlio Cézar de Souza Zorzi, Fernando de Souza Costa, Nissandro Domingues, Heitor Cézar da Silva, Graciliano Rodrigues Alves, Luciano Maurício de Moraes, Adirceu de Melo Pereira, Márcio Alves Canedo, Larissa Arnold e Wilton Pereira Nunes.

Aos colegas de trabalho da Engenharia Industrial e da Laminação a Frio pelo apoio e colaboração.

Aos colegas mestrandos, pelo companheirismo e ajuda, especialmente ao Sílvio Dias Araújo e ao Cleydson Fernando Gomes.

Aos funcionários do PPGEM, pelo apoio e orientações, especialmente ao Prof. Dr. Vicente Tadeu Lopes Buono.

A todos que contribuíram direta ou indiretamente para a elaboração deste trabalho.

# SUMÁRIO

LISTA DE	FIGURAS	vii
LISTA DE	TABELAS	ix
LISTA DE	NOTAÇÕES	x
RESUMO		xi
ABSTRAC	стт	xii
1. INT	RODUÇÃO	1
2. OB	JETIVOS	3
2.1 O	bjetivos específicos	3
3. RE	VISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1.	Características dos aços de estampagem extra profunda	4
3.2.	Fatores que influenciam as propriedades mecânicas dos aço	os para
estan	npagem extra profunda	5
3.2.1	Composição química	6
3.2.2	Temperatura de acabamento e bobinamento na laminação a	l
quent	e	11
3.2.3	Redução a frio	15
3.2.4	Temperatura e velocidade de aquecimento no recozimento	17
3.2.5	Laminação de encruamento (s <i>kin pass</i> )	20
3.3.	Recozimento em caixa	21
3.3.1	O processo	21
3.3.2	Propriedades	24
3.3.3	Formação de textura preferencial nos aços AA	25
3.3.4	Influência do encharque intermediário no processo de recoz	mento
em ca	aixa	28
4. ME	TODOLOGIA	30
4.1.	Seleção das amostras processadas em escala industrial	30
4.2.	Processamento das amostras em escala piloto	30
4.3.	Determinação das propriedades mecânicas	32
4.4.	Caracterização da microestrutura e da textura	32
4.5.	Infraestrutura e recursos necessários	33

5.	RES	SULTADOS E DISCUSSÃO	34
Ę	5.1.	Propriedades mecânicas	34
Ę	5.2.	Caracterização da microestrutura e da textura	
6.	CO	NCLUSÕES	44
7.	REL	LEVÂNCIA DOS RESULTADOS	45
8.	SUG	GESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	46
9.	REF	FERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	47

# LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 – Efeito do teor de carbono (% em peso) e da redução a frio no valor
r <sub>m</sub>
Figura 3.2 – Efeito do teor de carbono (% em peso) na intensidade relativa dos
planos (111) em aços acalmados contendo 0,06% de alumínio e 0,005%
de nitrogênio7
Figura 3.3 – Posicionamento dos corpos de prova de tração na tira
Figura 3.4 – Efeito do teor de manganês (% em peso) no valor de $r_{\rm m}8$
Figura 3.5 – Influência combinada de carbono e manganês (% em peso) no
valor r <sub>m</sub> de aços recozidos em caixa9
Figura 3.6 – Influência dos teores de alumínio e nitrogênio (% em peso) no
valor r <sub>m</sub> de aços AA10
Figura 3.7 – Influência da relação Al/N no retorno do patamar de escoamento.
Entre parênteses números de pontos coincidentes
Figura 3.8 – Relação entre temperatura final de laminação, textura de
laminação a quente e textura de recozimento
Figura 3.9 – Correlação entre valor r <sub>m</sub> e a relação (111)/(100) de um aço AA
recozido a 720°C 12
Figura 3.10 – Influência da temperatura de acabamento na precipitação de
AIN
Figura 3.11 – Influência da temperatura de bobinamento no valor de $r_m$ 14
Figura 3.12 – Relação entre a temperatura de bobinamento e textura para um
aço AA
Figura 3.13 – Efeito da temperatura de bobinamento na precipitação do AIN de
um aço AA 15
Figura 3.14 – Relação entre a redução a frio, o valor de r <sub>m</sub> e a textura de
recozimento de um aço AA16
Figura 3.15 – Variação do valor r <sub>m</sub> e do tamanho de grão com a temperatura de
recozimento
Figura 3.16 – Influência do tamanho de grão ASTM no valor do expoente de
encruamento, n

Figura 3.17 – Variação do valor rm com a velocidade de aquecimento no
recozimento para um aço AA 19
Figura 3.18 – Limite de escoamento e alongamento no patamar de escoamento
em função da redução no passe de encruamento para o aço AA
Figura 3.19 – Equipamento e curva de temperatura esquemática do
recozimento em caixa22
Figura 3.20 – Evolução das propriedades mecânicas com a redução a frio 24
Figura 3.21 – Microestrutura do aço EEP com grãos equiaxiais (levemente
alongados) processado em recozimento em caixa
Figura 3.22 – Representação esquemática do ciclo do recozimento em caixa
praticado na Usina Siderúrgica de Bokaro, Índia
Figura 4.1 – Condição atual e proposta para o tratamento térmico 31
Figura 4.2 – Corpo de prova para os ensaios de tração
Figura 5.1 – Gráfico com os valores obtidos de LE 34
Figura 5.2 – Gráfico com os valores obtidos de LR
Figura 5.3 – Gráfico com os valores obtidos de At
Figura 5.4 – Gráfico com os valores obtidos de n <sub>90</sub>
Figura 5.5 – Gráfico com os valores obtidos de $r_{90}$
Figura 5.6 – Gráfico com os valores obtidos de r <sub>m</sub>
Figura 5.7 – Gráfico com os valores obtidos de TG medidos na direção de
laminação
Figura 5.8 – Microestruturas do trabalho de DEVA et al., 2008 e das cargas 1 a
11 obtidas após a aplicação dos ciclos térmicos. Ataque com Peróxido de
Hidrogênio + ácido sulfúrico 5% em água 40
Figura 5.9 – Diagrama ODF seção em $\Phi 2 = 45^{\circ}$ - intensidade máxima da fibra
$\langle 111 \rangle [1ar{1}0]$ em torno de 9,0 (notação de Bunge)

# LISTA DE TABELAS

Tabela III. 1 – Faixa de composição química dos aços EEP Grau 1 (% em	
massa)	5
Tabela III. 2 – Faixa de propriedades mecânicas dos aços EEP Grau 1	5
Tabela IV. 1 – Variáveis controladas do tratamento térmico	. 31

# LISTA DE NOTAÇÕES

AA	acalmado ao alumínio
AIN	nitreto de alumínio
A <sub>t</sub>	alongamento percentual total
EP	estampagem profunda
EEP-Grau1	estampagem extra profunda grau 1
IF	interstitial free
LE	limite de escoamento
LR	limite de resistência
n <sub>90</sub>	expoente de encruamento transversal à direção de laminação
r <sub>m</sub>	coeficiente de anisotropia normal médio
r <sub>90</sub>	coeficiente de anisotropia normal transversal à direção de Iaminação
TG	tamanho de grão

#### RESUMO

A crescente demanda da indústria automobilística por materiais funcionais e de melhor estética aos seus produtos exige aços que atendam a elevados requisitos de propriedades mecânicas e qualidade quando conformados a frio. A evolução de mercado aponta uma tendência cada vez maior para materiais que garantam uma boa estampabilidade na produção de painéis com formatos complexos. Nesta classe de aços se visa valores baixos de limite de escoamento e elevados de coeficiente de anisotropia.

O presente trabalho visa estudar a influência dos parâmetros do processo de recozimento em caixa nas propriedades mecânicas dos aços de estampagem extra profunda com limite de escoamento máximo de 230 MPa a partir da inserção do encharque intermediário na rampa de aquecimento. Para isso foi simulado em escala piloto o aquecimento de algumas amostras laminadas a frio em diferentes temperaturas de encharque intermediário. Após o tratamento térmico foram extraídos das amostras corpos de prova que foram ensaiados para verificação dos resultados de propriedade mecânica através do ensaio de tração, microestrutura e tamanho de grão através da metalografia utilizando o método de interseção linear e textura através do difratômetro de raios X.

Os resultados evidenciaram uma ligeira influência do encharque intermediário nos valores de propriedades mecânicas do aço estudado. Também demonstraram similaridade das características de grãos alongados tipo panqueca na direção de laminação entre as diferentes condições de processo. Com relação à textura, se verificou a presença da fibra γ {111}<uvw> favorável a estampabilidade. Já o tamanho de grão demonstrou uma ligeira tendência de aumento com a inserção do encharque intermediário na temperatura próxima de 500°C.

Dessa forma, o trabalho demonstrou que o encharque intermediário realizado próximo desta temperatura pode maximizar a precipitação do AIN antes da recristalização, favorecendo as propriedades de conformabilidade do aço.

**Palavras-chave:** Estampagem, Recozimento, Limite de escoamento, Coeficiente de anisotropia.

#### ABSTRACT

The increasing demand of the automotive industry for materials functional and better aesthetics of their products requires steels that meet high standards of quality, mechanical properties, and cold drawing. The evolution of the market shows an increasing tendency to materials with good formability for the production of panels with complex shapes. In this class of steels is aimed at low values of yield strength and high coefficient of anisotropy.

The present work aims to study the influence of process parameters on the box annealing on the mechanical properties of steel extra deep drawing with maximum yield strength of 230 MPa from the insertion intermediate soak in heating ramp. Regarding this, was simulated in pilot scale heating of some samples cold rolled at different temperatures of intermediate soak. After heat treatment the samples were extracted from specimens that were tested to verify the results of mechanical properties by tensile test, microstructure and grain size by metallography using the linear intercept method and texture by X-ray diffractometer.

The results showed a slight influence of soak intermediate on the values of mechanical properties of steel studied. Also showed similar characteristics of the pancake elongated type grains in the rolling direction between different process conditions. Regarding the texture, it verified the presence of the fiber  $\gamma$  {111}<uvw> to favorable formability. Have the grain size showed a slight tendency to increase with the insertion of the intermediate soak temperature of 500°C.

Therefore, the study demonstrated that the intermediate soak held near to this temperature can maximize the precipitation of AIN before recrystallization, favoring the formability properties of steel.

Keywords: Drawing, Annealing, Yield strength, Coefficient of anisotropy.

#### 1. INTRODUÇÃO

Os aços ao carbono, particularmente os laminados planos, são de longe os materiais metálicos mais produzidos no mundo. Embora grande parte de sua produção seja usada em aplicações simples, sua tecnologia de processamento e suas propriedades têm passado por um contínuo processo de aperfeiçoamento e evolução, pois a crescente concorrência de outros materiais nos últimos anos trouxe novos impulsos ao desenvolvimento e processamento do aço que contribuíram significativamente para melhoria de qualidade e economia destes materiais.

O segmento mais importante, economicamente falando, dos aços laminados planos é o voltado à estampagem, principalmente o de aços de baixo teor de carbono. A estampagem de chapas de aço é um processo largamente aplicado nas indústrias automobilísticas, de eletrodomésticos, aeronáutica entre outras. A utilização dos aços de estampagem se deve em geral às boas propriedades mecânicas, custos relativamente baixos, ser reciclável e principalmente pela capacidade de adquirir formas complexas (FERREIRA FILHO e CUMINO, 2003; FERREIRA FILHO *et al.*, 2007).

A conformação de chapas, dentre os processos que ocasionam mudança de forma de um material metálico, é a que teve um dos maiores desenvolvimentos a partir dos anos 60. O processo consiste em obter peças de formas permanentes a partir de chapas finas, necessitando da otimização de uma série de parâmetros relacionados ao material, ao modelo da peça, às características das ferramentas, da prensa e das condições de operação (FERREIRA FILHO e CUMINO, 2003; FERREIRA FILHO *et al.*, 2007).

Os processos de estampagem tem grande importância econômica. Analisando a produção de chapas (laminados a frio) nos últimos cinco anos, se observa que cerca de 15% da produção siderúrgica do Brasil é destinada a estes processos (LUIZ *et al.*, 2006).

A crescente demanda da indústria automobilística por materiais mais funcionais e de melhor estética aos seus produtos requer aços que atendam a determinadas características de conformação a frio. Para tanto, são produzidos aços destinados à estampagem profunda (EP) e estampagem extra profunda graus 1/2/3/4 (EEP Graus 1/2/3/4), considerados nobres devido aos requisitos de propriedades mecânicas e qualidade no que tange a conformação.

A evolução de mercado aponta uma tendência cada vez maior para exigência de índices tais como boa ductilidade e conformabilidade que garantam um nível mínimo de estampabilidade à produção de painéis com formatos complexos. Um exemplo disso foi a revisão da norma NBR5915 G1:2008, exigindo a garantia de valores mínimos de r<sub>90</sub> para as especificações EEP, além do uso de outras normas, principalmente pela indústria automobilística, que exigem valores mínimos para este índice. O não atendimento a este requisito poderá resultar no rompimento do *blank* durante a confecção da peça (ARAÚJO NETO *et al.*, 2005).

Neste trabalho objetiva-se estudar a influência dos parâmetros do processo de recozimento em caixa nas propriedades mecânicas dos aços para estampagem extra profunda com limite de escoamento máximo de 230 MPa. Além disso, visa-se reduzir o índice de recusa por valores de limite de escoamento acima do máximo permitido.

# 2. OBJETIVOS

O objetivo geral do trabalho é estudar a influência dos parâmetros do processo de recozimento em caixa nas propriedades mecânicas dos aços de estampagem extra profunda com limite de escoamento máximo de 230 MPa, visando conhecer o seu comportamento nas condições propostas.

#### 2.1 Objetivos específicos

- Avaliar a influência do encharque intermediário no recozimento em caixa nos valores de propriedades mecânicas do aço EEP Grau 1 com limite de escoamento máximo de 230 MPa;
- Identificar a melhor faixa de temperatura e tempo de processo do encharque intermediário, uma vez confirmada a sua influência;
- Propor novo estudo da influência do encharque intermediário em escala industrial, confirmando sua influência.

# 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. Características dos aços de estampagem extra profunda

Os aços produzidos para estampagem extra profunda são produtos laminados a frio e recozidos. Suas propriedades de estampabilidade são altamente influenciadas pela composição química, sobretudo por baixos teores de carbono (TSUNOYAMA *et al.*, 1991).

Materiais laminados a frio quando submetidos ao processo de conformação são obrigados a possuir as seguintes características: boa ductilidade e estampabilidade adequada. Quanto maior o alongamento e menor o limite de resistência do aço, maior é a ductilidade (ARAÚJO NETO *et al.*, 2005).

A estampabilidade é regida pela textura do aço. A textura que melhor favorece a estampabilidade é a que abrange os planos da família {111}, paralelos à superfície da chapa de aço e/ou obtenção de grãos alongados na direção de laminação, dependendo do tipo de recozimento praticado. Estes planos cristalográficos são mais favoráveis a estampabilidade devido ao fato de possuírem maior densidade planar (ARAÚJO NETO *et al.*, 2005; TSUNOYAMA *et al.*, 1991).

Os aços para estampagem extra profunda podem ser produzidos na concepção acalmado ao alumínio (AA) ou *interstitial free* (IF).

No aço AA quando processado no recozimento em caixa ocorre a precipitação do carbono durante o resfriamento. Ele apresenta grãos alongados no formato de panqueca, favoráveis a estampabilidade. Já o aço IF demanda um processamento mais refinado na aciaria devido ao seu conceito de carbono extra baixo, da ordem de algumas dezenas de ppm. Após processamento, tanto o aço AA quanto o IF apresentam características excelentes com relação à estampabilidade, tais como (AKISUE e HADA, 1995; GUPTA e BHATTACHARYA, 1990; PRADHAM *et al.*, 1994):

- Baixos valores limite de escoamento (LE);
- Altos valores de alongamento total (A<sub>t</sub>);
- Altos valores de coeficiente de anisotropia normal médio (r<sub>m</sub>) e coeficiente de anisotropia normal transversal à direção de laminação (r<sub>90</sub>);

 Elevados valores de expoente de encruamento transversal à direção de laminação (n<sub>90</sub>).

As tabelas III. 1 e III. 2 mostram respectivamente os requisitos de composição química e requisitos de propriedades mecânicas dos aços EEP Grau 1.

Tabela III. 1 – Faixa de composição química dos aços EEP Grau 1 (% em massa).

Aço	С	Mn	Р	S	AI
EEP Grau 1	≤ 0,08	≤ 0,45	≤ 0,03	≤ 0,03	≥ 0,02

Fonte: ABNT, NBR5915 G1:2008.

Aço	LE (MPa)	LR (MPa)	A <sub>t</sub> (%)	r <sub>90</sub>	n <sub>90</sub>
EEP Grau 1	140~230	270~350	≥ 38	≥ 1,7	≥ 0,19

Fonte: ABNT, NBR5915 G1:2008.

# 3.2. Fatores que influenciam as propriedades mecânicas dos aços para estampagem extra profunda

Uma série de variáveis influenciam as propriedades mecânicas dos aços para estampagem extra profunda. São elas (LOUREIRO *et al.*, 2000):

- Composição química;
- Temperatura de acabamento e bobinamento na laminação a quente;
- Redução a frio;
- Temperatura e velocidade de aquecimento no recozimento;
- Laminação de encruamento (skin pass).

A seguir cada uma dessas variáveis será abordada.

#### 3.2.1. Composição química

A composição química é determinante na obtenção de propriedades mecânicas adequadas. A manutenção de faixas restritas de composição é condição necessária para obtenção de aços com boas características de estampagem. O teor de carbono deve ser mantido baixo. Uma demonstração desse fato foi apresentada por Fukuda em 1967, cujos resultados estão sumarizados na figura 3.1. Observa-se que para maiores teores de carbono (0,09%) o valor de r<sub>m</sub> é máximo com uma redução a frio de 70%. Diminuindo o teor de carbono (0,001%) o valor de r<sub>m</sub> é máximo com uma redução a frio de 90% (HUTCHINSON, 1984).



Figura 3.1 – Efeito do teor de carbono (% em peso) e da redução a frio no valor  $r_m$ . Fonte: HUTCHINSON, 1984.

A figura 3.2 mostra a variação da intensidade relativa da componente (111) em função do teor de carbono. Nota-se uma queda acentuada para teores de carbono superiores a 0,01% (ICHIYAMA, 1975).



Figura 3.2 – Efeito do teor de carbono (% em peso) na intensidade relativa dos planos (111) em aços acalmados contendo 0,06% de alumínio e 0,005% de nitrogênio. Fonte: ICHIYAMA, 1975.

O valor  $r_m$  chamado de coeficiente de anisotropia normal médio consiste em medir a resistência ao afinamento de um material através da razão entre a deformação na largura e a deformação na espessura. Conforme norma NBR5915 G1:2008 da ABNT, para obtenção do valor de  $r_m$ , utiliza-se o ensaio de tração nos corpos de prova extraídos em três direções conforme figura 3.3 e calculado pela equação 3.1:

$$r_m = \frac{r_{0^\circ} + 2r_{45^\circ} + r_{90^\circ}}{4} \tag{3.1}$$



Figura 3.3 – Posicionamento dos corpos de prova de tração na tira. Fonte: ABNT, NBR5915 G1:2008

O manganês é um dos elementos de liga utilizados nos aços para estampagem. Afeta diretamente a textura da chapa de aço, uma vez que atua em solução sólida e interage com outros elementos como enxofre, fósforo, carbono, oxigênio e nitrogênio. O aumento do teor do manganês nos aços é desfavorável à obtenção de boas características de estampagem conforme mostrado na figura 3.4. Contudo, a sua redução a teores inferiores a 0,02% faz com que o valor de r<sub>m</sub> caia drasticamente (MISHRA e DARMANN, 1982).



Figura 3.4 – Efeito do teor de manganês (% em peso) no valor de  $r_m$ . Fonte: MISHRA e DARMANN, 1982.

O fato de que o manganês pode ter influência complexa na textura do recozimento foi mostrado por HUGHES e PAGE, 1971, que variou os teores de manganês e carbono dos aços. Os resultados são mostrados na figura 3.5. Conforme se observa, os melhores resultados são para um teor de carbono de aproximadamente 0,03% e manganês 0,015%. Esses resultados foram obtidos para 85% de redução e processados via recozimento em caixa (BLICKWEDE *et al.*, 1968).



Figura 3.5 – Influência combinada de carbono e manganês (% em peso) no valor  $r_m$  de aços recozidos em caixa.

Fonte: BLICKWEDE et al., 1968.

O alumínio é um elemento que cumpre várias funções nos aços acalmados, sendo ele o responsável pela retirada do oxigênio do banho durante a fabricação do aço na aciaria. É o elemento que confere resistência ao envelhecimento pela combinação com o nitrogênio e é também o responsável pela formação de uma forte textura preferencial.

A influência do alumínio na estampabilidade é determinada pelo teor disponível para combinar com o nitrogênio. Por sua vez, a estampabilidade também é afetada pela velocidade do aquecimento no recozimento. No aquecimento lento no recozimento em caixa, no aço com o teor de alumínio acima de 0,03% ocorre a precipitação do AIN antes da recristalização. Essa situação é a ideal, pois nela os grãos são grandes e alongados na direção de laminação (*pancake grains*) e a textura fortemente preferencial com predominância da intensidade (111). A figura 3.6 mostra a influência conjunta do alumínio e nitrogênio no valor de r<sub>m</sub>. Conforme pode ser visto, também nesse caso existe uma composição ótima dada por alumínio 0,03% e nitrogênio 0,008%, que determina uma relação AI/N próxima de quatro (MEYZAUD e PARNIERE, 1978).



Figura 3.6 – Influência dos teores de alumínio e nitrogênio (% em peso) no valor  $r_m$  de aços AA.

Fonte: MEYZAUD e PARNIERE, 1978.

Esse valor foi ainda confirmado em outro trabalho, quando se determinou que o alumínio deve ser mantido numa proporção de 2,5 a 6 vezes maior que o nitrogênio. Contudo, quando se trabalha com uma relação Al/N baixa, a resistência ao envelhecimento começa a ficar comprometida, conforme pode ser observado na figura 3.7. A regra geral tem sido no sentido de manter o teor de alumínio numa proporção superior a sete vezes ao do nitrogênio (UJIIYE, 1967).



Figura 3.7 – Influência da relação Al/N no retorno do patamar de escoamento. Entre parênteses números de pontos coincidentes. Fonte: UJIIYE, 1967.

O silício, fósforo, enxofre e nióbio devem ter o menor teor possível, pois o silício e o fósforo (por solução sólida) e o nióbio (por precipitação) tendem a aumentar os valores do LE e LR, diminuindo o alongamento. Já o enxofre forma sulfetos, provocando fragilidade e piorando a estampabilidade.

#### 3.2.2. Temperatura de acabamento e bobinamento na laminação a quente

Na laminação a quente, dois parâmetros exercem influência nas propriedades mecânicas dos aços AA para estampagem profunda: a temperatura de saída do trem acabador e a temperatura de bobinamento. Para os aços IF, também a temperatura de reaquecimento de placas é importante.

A figura 3.8 ilustra a influência da temperatura de acabamento na textura cristalográfica de um aço AA nas condições laminado a quente e laminado a frio e recozido. Observa-se que para alta temperatura de acabamento, a textura no produto laminado a quente é aleatória (intensidades aproximadamente constantes) devido fundamentalmente à transformação da austenita para ferrita durante o resfriamento da bobina. No produto final (laminado a frio e recozido) ela é preferencial com predominância absoluta da componente (111). Nesta condição o valor  $r_m$  é alto (WHITELEY e WISE, 1962).



Figura 3.8 – Relação entre temperatura final de laminação, textura de laminação a quente e textura de recozimento. Fonte: WHITELEY e WISE, 1962.

A figura 3.9 apresenta a relação existente entre textura cristalográfica medida pela relação (111)/(100) e estampabilidade medida pelo valor de  $r_m$ . Observa-se que esse parâmetro aumenta sensivelmente com o aumento da intensidade da componente (111) e/ou redução da (100) (PEREIRA, 1986).



Figura 3.9 – Correlação entre valor  $r_m$  e a relação (111)/(100) de um aço AA recozido a 720°C.

Fonte: PEREIRA, 1986.

A influência da temperatura de acabamento na precipitação de AIN pode ser entendida a partir dos dados da figura 3.10. Observa-se que as curvas passam por um máximo no intervalo de temperatura entre 700°C e 900°C com precipitação máxima a 800°C. Uma vez que a temperatura de acabamento para os aços de qualidade estampagem profunda, na prática operacional, é da ordem de 900°C. Um abaixamento na temperatura aumenta a quantidade de AIN que precipita na laminação a quente, e que, por sua vez, não exerce influência nas características típicas de estampagem nos aços AA (TAKAHASHI, 1982).



Figura 3.10 – Influência da temperatura de acabamento na precipitação de AIN. Fonte: TAKAHASHI, 1982.

Conforme a figura 3.11, o aço AA que é resfriado rapidamente da temperatura de fim de laminação a quente até uma temperatura da ordem de 500°C a 600°C e então bobinado nessa temperatura, apresenta estampabilidade significativamente mais elevada que aquele que é bobinado a temperaturas mais altas, da ordem de 700°C a 750°C (WHITELEY e WISE, 1962).



Figura 3.11 – Influência da temperatura de bobinamento no valor de  $r_m$ . Fonte: WHITELEY e WISE, 1962.

A influência da temperatura de bobinamento não é visível como resultado de alterações na textura do produto laminado a quente, nem tampouco do produto laminado a frio. A figura 3.12 mostra que a textura de um aço laminado a frio é independente da temperatura de bobinamento empregada. A diferença é percebida na textura obtida após recozimento como também mostrado na figura 3.11. Essa diferença é explicada pela influência que precipitados de AIN exercem sobre o mecanismo de recristalização. Sabe-se que essa influência será benéfica se alumínio e nitrogênio estiverem em solução antes do recozimento e a precipitação ocorrer nos instantes iniciais do tratamento (WHITELEY e WISE, 1962).



Figura 3.12 – Relação entre a temperatura de bobinamento e textura para um aço AA. Fonte: WHITELEY e WISE, 1962.

A figura 3.13 mostra que se o bobinamento é efetuado a temperaturas inferiores a 600°C, nitrogênio e alumínio são mantidos em solução sólida (TAKAHASHI, 1982).



Figura 3.13 – Efeito da temperatura de bobinamento na precipitação do AIN de um aço AA.

Fonte: TAKAHASHI, 1982.

#### 3.2.3. Redução a frio

É uma prática grandemente difundida entre os fabricantes de aço para estampagem que reduções entre 60 e 80% são favoráveis ao aumento da estampabilidade, traduzida pela obtenção de um alto valor de  $r_m$ . A deformação a frio produz rotações nos cristais de ferro, de modo a produzir uma forte textura de fibra com a direção <110> paralela à direção de laminação.

Reduções inferiores a 60% não são suficientes para produzir o fenômeno na mesma intensidade quando se opera dentro da faixa ótima. Reduções maiores, apesar de produzirem o fenômeno, introduzem outro em paralelo, que é o aparecimento de uma textura  $\{100\}<100>$  desfavorável à estampagem. Estas características são ilustradas na figura 3.14. Observa-se que existe uma correlação direta entre a intensidade de textura  $\{111\}<uvw>$  e o valor r<sub>m</sub> até reduções da ordem de 75%. Para reduções

superiores a esta, ainda continua a haver o aumento na intensidade da componente  $\{111\}<uvw>$  até reduções da ordem de 90%, mas o fator controlador passa a ser a intensidade  $\{100\}<uvw>$ , que cresce acentuadamente, determinando a queda do valor r<sub>m</sub>. Resumindo, pode-se dizer que o valor r<sub>m</sub> mostra forte correlação com a presença da componente  $\{111\}<uvw>$  e com a ausência da componente  $\{100\}<uvw>$ , consequentemente com o quociente (111)/(100) (WHITELEY e WISE, 1962).



Figura 3.14 – Relação entre a redução a frio, o valor de  $r_m$  e a textura de recozimento de um aço AA.

Fonte: WHITELEY e WISE, 1962.

Conforme RODIONOVA *et al.*, 2012, quando as chapas de aços sofrem menores reduções durante a laminação a frio (50% a 68% em vez de 70% ou mais), a precipitação de partículas de AIN nas fases iniciais de recristalização durante o tratamento térmico em condições estáveis e uniformes, ocorre menos rapidamente. Um aumento no teor de alumínio em relação ao teor de nitrogênio intensifica este processo. Já um aumento no teor de nitrogênio promove na chapa de aço laminada a frio a formação de um maior número de micropartículas de AIN, o que leva ao refinamento de grão no metal laminado a frio e, consequentemente, a um aumento no LE.

#### 3.2.4. Temperatura e velocidade de aquecimento no recozimento

A temperatura e o tempo de recozimento são parâmetros que controlam o crescimento do grão e, dessa forma, o aumento nessas variáveis, geralmente melhora a estampabilidade do produto. No recozimento em caixa, contudo, existe um limite prático superior para a temperatura em torno de 720°C (temperatura próxima à eutetóide). Quando esse limite é ultrapassado é formada a austenita e filmes de cementita grosseira se precipitam no contorno de grão durante o resfriamento lento. Esse tipo de cementita exerce um efeito adverso na ductilidade da chapa.

A figura 3.15 correlaciona a temperatura de recozimento, o valor  $r_m$  e o tamanho de grão. Observa-se nitidamente que o aumento da temperatura produz aços com tamanho de grão maior e melhor estampabilidade. É preciso, contudo, ter-se em mente que, o crescimento do grão simplesmente não provoca aumento do valor  $r_m$  se uma textura adequada não estiver convenientemente desenvolvida no material recristalizado. Outro fator é o crescimento exagerado do grão, que provoca um fenômeno indesejável na estampagem conhecido como "casca de laranja" (BLICKWEDE, 1968).



Figura 3.15 – Variação do valor  $r_m$  e do tamanho de grão com a temperatura de recozimento.

Fonte: BLICKWEDE, 1968.

A figura 3.16 mostra a influência do tamanho de grão no expoente de encruamento ou valor n. Observa-se também aqui a influência benéfica do aumento do tamanho de grão. Nesse caso, contudo, existe uma correspondência direta entre causa e efeito, uma vez que o valor n não está diretamente relacionado com a textura (HUTCHINSON, 1984).



Figura 3.16 – Influência do tamanho de grão ASTM no valor do expoente de encruamento, n.

Fonte: HUTCHINSON, 1984.

Outra variável de processo que afeta a estampabilidade é a velocidade de aquecimento no recozimento. A figura 3.17 mostra a influência dessa variável para o aço AA bobinado a baixa e a alta temperatura. Conforme mostrado, dois comportamentos distintos, em função da temperatura, são observados. Para o bobinamento à baixa temperatura, a velocidade de aquecimento lenta é recomendável, uma vez que o valor r<sub>m</sub> cai com o aumento da velocidade. Comportamento oposto é observado se o bobinamento se dá a alta temperatura. O valor de r<sub>m</sub>, nesse caso, aumenta com o aumento da velocidade. A obtenção de aços com alto valor de r<sub>m</sub> com baixa velocidade de aquecimento em caixa) está presa à precipitação de AIN e formação de uma textura preferencial. É necessário que a velocidade seja baixa

para que o nitreto precipite ao final da etapa de recuperação. O aumento na velocidade de aquecimento fará com que a precipitação ocorra no final da recristalização, sobre os contornos dos novos grãos e bloqueie o crescimento desses. O tamanho de grão ao final do recozimento é pequeno e equiaxial e a textura aleatória (HUTCHINSON, 1984).



Figura 3.17 – Variação do valor rm com a velocidade de aquecimento no recozimento para um aço AA.

Fonte: HUTCHINSON, 1984.

Esses comportamentos definem as condições típicas de operação dos recozimentos tipo caixa e contínuo.

#### 3.2.5. Laminação de encruamento (skin pass)

A chapa de aço após recozimento pode apresentar um fenômeno chamado envelhecimento por deformação (*strain aging*), evidenciado como linhas de Lüders no encurvamento da chapa durante a estampagem. Este fenômeno é mais bem visualizado a partir da curva tensão-deformação gerada pelo ensaio de tração. A característica dessa curva é apresentar um patamar longo e bem definido na transição do regime elástico para o plástico, denominado patamar de escoamento. A presença do patamar de escoamento é indesejável para obtenção no processo de conformação mecânica. Para eliminar este patamar de escoamento podem-se adotar as seguintes medidas (PEREIRA, 1987):

- Redução dos teores de carbono e/ou nitrogênio do aço. Essa opção, apesar de efetiva, é muito dispendiosa, já que são necessários teores extremamente baixos desses elementos, o que a torna sem aplicação comercial;
- Redução da concentração de carbono e/ou nitrogênio em solução sólida no aço pela combinação desses elementos com outros formadores de nitretos, carbonetos ou carbonitretos;
- Redução a frio da chapa por laminação (*skin pass*) em valores compreendidos entre 0,5 a 2,0%. Essa técnica é a mais utilizada comercialmente.

A figura 3.18 ilustra a influência da redução do passe de encruamento no LE e no alongamento do patamar de escoamento de um aço AA. Conforme se observa, o LE cai com o aumento da redução a frio, passa por um mínimo em torno de 0,6% voltando a crescer à medida que a redução aumenta. O patamar de escoamento também decresce com a redução a frio, sendo eliminado para um valor em torno de 0,9%. O comportamento do LE pode ser associado à introdução de deslocações móveis na superfície do aço. Para o valor de até 0,6% na redução, a introdução de deslocações móveis faz com que haja um abaixamento do LE. Para reduções superiores a 0,6% começa a ocorrer o fenômeno de encruamento, uma vez que a quantidade de deslocações geradas é muito grande e passa haver interferência de umas em relação onde teria a maior quantidade de deslocações móveis e a menor interferência entre elas (PEREIRA, 1987).



Figura 3.18 – Limite de escoamento e alongamento no patamar de escoamento em função da redução no passe de encruamento para o aço AA. Fonte: PEREIRA, 1987.

#### 3.3. Recozimento em caixa

O recozimento em caixa é o tratamento térmico aplicado à bobina após laminação a frio, onde o material encontra-se completamente encruado.

#### 3.3.1. O processo

A figura 3.19 mostra um equipamento típico do recozimento em caixa, onde se pode observar que as bobinas de aço são colocadas em lote umas sobre as outras em uma atmosfera inerte e sofrem o tratamento térmico através da transferência de calor por irradiação, convecção e condução. A temperatura de aquecimento é inferior a 720°C e o tempo de encharque varia de 4 a 19 horas.



Figura 3.19 – Equipamento e curva de temperatura esquemática do recozimento em caixa.

Fonte: USIMINAS, 1990.

O processo de recozimento é subdivido em 03 etapas: recuperação, recristalização (nucleação e recristalização primária) e crescimento de grão (RAY *et al.*, 2011).

Quando metais laminados a frio são tratados termicamente, dois processos, recuperação e recristalização, competem pela energia armazenada no trabalho a frio. A recristalização é definida como a reorientação de cristais em um corpo sólido pela migração de contornos de alto ângulo. A recuperação é um termo geral aplicado a todas as outras mudanças que reduzem a energia armazenada de deformação. Conforme LESLIE, 1982, no ferro esta energia armazenada é usualmente na faixa de 20 a 40 J/mol, ou cerca de 2 a 4% da energia do trabalho a frio.

Durante a recuperação, apenas as imperfeições de maior mobilidade participam do processo de recondução parcial do metal a uma estrutura menos distorcida. As lacunas e átomos intersticiais existentes na estrutura cristalina são rearranjados, bem como deslocações de sinais contrários. O maior efeito destas pequenas modificações estruturais é a redução de tensões internas produzidas pela deformação, sendo mais pronunciado para temperaturas mais altas e tempos mais longos. Como as propriedades mecânicas do metal se alteram muito pouco durante esta etapa, a principal aplicação prática de um aquecimento na faixa de temperatura em que ocorre recuperação é a de alívio de tensões de metais e ligas encruados, para minimizar a distorção produzida por tensões residuais (RAY *et al.*, 2011).

Durante o recozimento isotérmico (em caixa) a recuperação é inicialmente muito rápida e tão mais quanto a temperatura de recozimento é aumentada. Com o tempo, a velocidade com que ocorre o processo de recuperação decresce, isto é, o processo se inicia rapidamente e vai tornando-se cada vez mais lento, conforme vai sendo consumida a força motriz da reação (RAY *et al.*, 2011).

A recuperação, que ocorre ainda a baixas temperaturas, engloba vários processos termicamente ativados que reduzem a energia armazenada no metal durante a deformação a frio, pela redução do número e pelo rearranjo de defeitos cristalinos. A recuperação não envolve a migração de contornos de alto ângulo, portanto o cristal deformado retém sua identidade cristalográfica e morfológica, ou seja, sua textura, embora a densidade e a distribuição de defeitos sejam alteradas.

Conforme WANG *et al.*, 2012 no recozimento em caixa, uma parte da energia armazenada é liberada durante o processo de recuperação, portanto, a força motriz para a recristalização diminui consideravelmente, o que resulta em baixa velocidade de recristalização.

Na recristalização, quando o metal é aquecido a uma temperatura acima do limite superior da faixa em que ocorre recuperação, formam-se novos grãos, com a mesma composição e estrutura cristalina que os grãos originais, porém aproximadamente equiaxiais (e não alongados, como eram os grãos no metal encruado). Os novos grãos, núcleos, se formam a partir dos contornos dos subgrãos. O processo ocorre pela formação de novos grãos de pequenas dimensões e isentos dos defeitos criados durante a deformação.

A recristalização implica no reagrupamento de átomos por difusão, através dos contornos dos grãos deformados, de tal modo que os átomos passam a ocupar novas posições, segundo uma orientação diferente no novo grão. A recristalização prossegue por uma combinação dos fenômenos de nucleação de novos grãos e de crescimento destes núcleos no sentido de absorver todo o material encruado. A uma dada temperatura, o tamanho dos novos grãos cresce linearmente com o tempo, até que os grãos comecem a se tocar, quando então a velocidade de crescimento cai.

Além da temperatura e do tempo, vários outros fatores exercem influência sobre o processo de recristalização, merecendo destaque o grau de encruamento, a presença de impurezas ou elementos de liga no metal e o tamanho de grão original.

Após o término da recristalização, se o metal for mantido a temperaturas elevadas, alterações na sua microestrutura continuarão a ocorrer. Haverá uma lenta migração dos contornos de alguns grãos, produzindo crescimento uniforme destes grãos, à custa do desaparecimento gradual de grãos menores. Este fenômeno, conhecido como crescimento de grão, ocorre após a recristalização completa ou parcial do metal. Os contornos de grão possuem uma elevada energia livre de superfície. Com o crescimento de grão haverá diminuição da área total de contornos de grão no metal, daí resultando um decréscimo de energia livre do sistema. Esta diminuição de energia livre é exatamente a força motriz do crescimento espontâneo de grão a temperaturas elevadas.

#### 3.3.2. Propriedades

Os grãos na laminação frio assumem uma forma alongada na direção de laminação, diferente daquela equiaxial observada no processamento a quente. As propriedades mecânicas são profundamente alteradas, ocorrendo queda na ductilidade e aumento na resistência mecânica. O recozimento em caixa visa recompor as propriedades mecânicas do material modificadas no encruamento como aumento do alongamento conforme pode ser verificado na figura 3.20.



Figura 3.20 – Evolução das propriedades mecânicas com a redução a frio. Fonte: DIETER, 1988.

#### 3.3.3. Formação de textura preferencial nos aços AA

Durante a laminação a frio, parte da energia gasta para deformar o aço é dissipada sob a forma de calor. Contudo, de 1 a 10% dessa energia é armazenada na estrutura cristalina do aço sob a forma de energia interna que, por sua vez, é variável em função da orientação cristalina. As texturas de laminação a frio dos materiais CCC (cúbico de corpo centrado), que incluem os aços AA, se caracterizam por apresentarem suas orientações principais, localizadas na componente cubo girado ({001}<110>), e em duas fibras: {111}<uvv>, que ocorre em regiões que armazenam alta energia de deformação, e {hkl}<110>, que aparece em áreas com menor energia de deformação (PADILHA *et al.*, 2003). A primeira é chamada de fibra DN ou  $\gamma$  por ter várias componentes com as normais dos planos {111} paralelas à Direção Normal ao plano da chapa. A segunda é chamada de fibra DL ou  $\alpha$  por ter várias orientações com as direções <110> paralelas à Direção de Laminação (VIANA e PAULA, 2003).

Segundo VIANA e PAULA, 2003 em materiais deformados a frio, como em chapas de aço AA para estampagem, a textura de recristalização depende fortemente do grau de deformação aplicada.

Uma das teorias usadas para explicar a formação da textura de recristalização em materiais deformados a frio é a Teoria da Nucleação Orientada onde se assume que os contornos de grãos agem como sítios preferenciais para a nucleação dependendo da orientação, isto é, a nucleação pode ocorrer através de subgrãos coalescentes dentro dos grãos com uma alta energia armazenada e altos ângulos relativos entre os subgrãos, além disso, pode ocorrer através de deformações induzidas por migração de contornos de grãos entre grãos de baixa energia armazenada, favorecendo a nucleação destes. No que diz respeito à laminação a frio de aços de baixo carbono, no primeiro mecanismo, acredita-se favorecer a nucleação de grãos com a textura (111)<uvw> (contém uma alta energia armazenada), enquanto o segundo favoreceria a nucleação de grãos com textura (100)<uvw> (com baixa energia armazenada) (NAGATAKI e HOSOYA, 1996). Nos aços AA, a precipitação de AIN interfere profundamente neste mecanismo (HUTCHINSON, 1984).

Também COSTA E SILVA *et al.*, 2012 afirmam que o AIN desempenha um papel importante no processamento dos aços AA, controlando e/ou influenciando a sua textura, afetando o tamanho de grão e outras propriedades de conformabilidade.

Conforme LE-YU *et al.*, 2013 a recristalização tem uma forte influência sobre a microestrutura e textura de materiais metálicos deformados a frio.

No estágio inicial do processo de recozimento, durante o final da etapa de recuperação, ocorre a precipitação de AIN muito fino nos contornos de subgrãos. Estes precipitados funcionam como obstáculo ao crescimento dos mesmos, ou seja, à formação de núcleos recristalizados (HUTCHINSON, 1984).

Ao final da recuperação a matriz não se encontra completamente recuperada segundo componentes de menor energia e não serão formados núcleos com estas orientações. A nucleação se dará preferencialmente nos subgrãos orientados segundo a componente (111) e a textura final será predominantemente (111) com ausência da componente (100).

Em aços contendo em torno de 0,03% de alumínio e 20 a 40 ppm de nitrogênio, temperatura de acabamento em torno de 890°C mantém o alumínio e nitrogênio em solução sólida, e baixas temperaturas de bobinamento em torno de 580°C, evitam a precipitação de AIN na ferrita. Assim, o alumínio e o nitrogênio ficam em solução sólida supersaturada durante a laminação a frio. Durante o aquecimento lento do recozimento em caixa, átomos aglomeram-se e precipitação cristalina aleatória. A nucleação e a nucleação dos grãos de ferrita com orientação cristalina aleatória. A nucleação e crescimento de grãos com planos paralelos {111} aos planos de laminação são favorecidos para produzir cubos (111)[110] nas texturas cristalográficas nas chapas do recozimento em caixa (KRAUSS, 2005).

ZOLOTOREVSKY *et al.*, 1997 demonstram a dependência a precipitação do AIN em relação à recristalização, onde no início da fase de recristalização a precipitação do AIN é mínima em regiões não recristalizadas e é acelerada no final da recristalização. Em geral, um abrandamento da precipitação em regiões não cristalizadas pode ser associado com um processo de recuperação. Uma vez que partículas de AIN nucleadas nos contornos dos subgrãos, a velocidade de nucleação é proporcional à

área dos sublimites por unidade de volume, ou seja, inversamente proporcional ao tamanho dos subgrãos. Assim, o crescimento dos subgrãos durante a recuperação pode levar a uma diminuição na taxa de precipitação, e isso deve ser levado em conta na modelagem do processo de precipitação.

Informação detalhada sobre o crescimento dos subgrãos em ferro α está disponível apenas para o recozimento a temperaturas de 500°C ou inferior, porque a recristalização prossegue rapidamente a temperaturas mais elevadas (SMITH e DILLAMORE, 1970).

Note-se que, às temperaturas de recozimento até 500°C, atmosferas de nitrogênio ao redor de deslocações são tão reduzidas, que o átomo de nitrogênio torna-se, com efeito, livre e, portanto, capaz de migrar ao longo da estrutura do cristal (OGAWA, *et al.*, 1972; BOKSHTEIN, 1971).

Dessa forma, ZOLOTOREVSKY *et al.*, 1997 e dados experimentais de MEYZAUD e PARNIERE, 1974, sobre recozimento isotérmico de aço laminado a frio AA, com a ajuda de modelos matemáticos, demonstraram que não é só a precipitação de AIN controladora da recristalização, mas também a recristalização afeta significativamente a cinética de precipitação. Na fase inicial da recristalização a taxa de precipitação demonstra ser significativamente reduzida. A análise mostra que o efeito global de redução é devido à precipitação diminuir nas regiões não recristalizadas do material. Na fase de interrupção da recristalização, a precipitação, por outro lado, é acelerada. Estes efeitos são associados com a redistribuição de nitrogênio a partir das regiões não cristalizadas para a interface da recristalização.

Uma característica peculiar dos aços AA é a forma alongada dos grãos, (*pancake grains*) mostrada na figura 3.21, também tidos como consequência da precipitação de AIN e a formação de uma textura preferencial.



Figura 3.21 – Microestrutura do aço EEP com grãos equiaxiais (levemente alongados) processado em recozimento em caixa. Fonte: ARAÚJO NETO *et al.*, 2005.

# 3.3.4. Influência do encharque intermediário no processo de recozimento em caixa

O ciclo térmico foi simulado inserindo o encharque intermediário na curva de aquecimento. Conforme DEVA *et al.*, (2009), como mostrado esquematicamente na figura 3.22, o encharque intermediário na temperatura próxima de 550°C facilita a maximização da precipitação do AIN antes da recristalização.

Em outro artigo DEVA *et al.*, (2008) faz um comparativo entre os ciclos longos e curtos no recozimento em caixa e certifica que para aços de estampagem extra profunda deve-se praticar o ciclo longo, em torno de aproximadamente 54 horas.

SAHAY *et al.*, 2003 também demonstram através de seu experimento processando um aço baixo carbono AA em diferentes temperaturas e tempos de encharque, que quanto maior o tempo de processo mais favoráveis serão as propriedades mecânicas obtidas com relação à conformabilidade em virtude de favorecimento da fase de crescimento de grãos com aspecto alongados.

LE-YU *et al.*, 2013 demonstraram que no recozimento em caixa de aço baixo carbono, a recristalização acontece e finaliza durante o aquecimento lento, e os grãos crescem no formato de panqueca mantendo-se sob uma duração relativamente longa.



Figura 3.22 – Representação esquemática do ciclo do recozimento em caixa praticado na Usina Siderúrgica de Bokaro, Índia.

Fonte: DEVA et al., 2009.

# 4. METODOLOGIA

Neste trabalho foi analisada a variável velocidade de aquecimento no recozimento em caixa através da aplicação do encharque intermediário. O programa experimental foi desenvolvido em escala piloto no Centro de Tecnologia da Usiminas da seguinte forma:

# 4.1. Seleção das amostras processadas em escala industrial

A bobina usada para retirada das amostras teve suas variáveis monitoradas nos processos anteriores ao recozimento:

- Laminação a quente temperaturas de acabamento e bobinamento foram monitoradas conforme padrão de processo para esta classe de aço;
- Decapagem retirada de oxidação superficial através de banho em ácido clorídrico. Este processo não influencia as propriedades mecânicas visadas no material;
- Laminação a frio taxa de redução foi monitorada conforme padrão de processo para esta classe de aço.

Após a laminação a frio foram retiradas 33 amostras com as dimensões 0,82 mm x 220 mm x 400 mm (espessura x largura x comprimento). Posteriormente, estas amostras foram divididas em 11 lotes com três amostras. Cada lote, denominado carga, foi submetido a um processo de tratamento térmico em escala piloto.

#### 4.2. Processamento das amostras em escala piloto

Os ciclos térmicos de recozimento em caixa foram realizados em um forno tipo caixa com as seguintes especificações:

- Dimensões: 410 x 300 x 800 mm (largura x altura x comprimento)
- Velocidade de aquecimento: 30°C/h
- Potência instalada: 45 kW
- Atmosfera interna: HN

Os ciclos térmicos foram simulados fixando a taxa de aquecimento e resfriamento para todas as cargas e variando a temperatura e tempo do encharque intermediário, figura 4.1. As condições simuladas estão estratificadas na tabela IV. 1.



Figura 4.1 – Condição atual e proposta para o tratamento térmico.

	Encharque Intermediário		Encharque Final		Quantidade
Carga	Temperatura (°C)	Tempo (horas)	Temperatura (°C)	Tempo (horas)	de Amostras
1	-	-		12	3
2	250	4	690	12	3
3	350			8	3
4	400			12	3
5	400			8	3
6	450			12	3
7	450			8	3
8	500			12	3
9	500			8	3
10	550			12	3
11	550			8	3

Tabela IV. 1 – Variáveis controladas do tratamento térmico.

Obs.: Taxa de aquecimento =  $30^{\circ}$ C/h - Taxa de resfriamento =  $25^{\circ}$ C/h

Após os ciclos térmicos, as amostras foram processadas no laminador piloto simulando o passe de encruamento (*skin pass*) com o mesmo valor de redução de 1,0%.

#### 4.3. Determinação das propriedades mecânicas

Após processamento das amostras no forno e laminador piloto, foram retirados corpos de prova para ensaio de tração conforme norma NBR5915 G1:2008 4.2 a fim de mensurar os valores LE, LR, A<sub>t</sub>, r<sub>90</sub> e n<sub>90</sub>. Para a caracterização destas propriedades mecânicas foi feito o teste de tração utilizando-se a máquina Instron 5882/10 t. Foi adotada a norma ASTM A370:2011 para determinação dos valores de LE, LR e A<sub>t</sub>; a norma ASTM E517:1974 para a determinação dos valores de r<sub>90</sub> e a norma ASTM E646:1978 para determinação dos valores de n<sub>90</sub>.

O valor  $r_{90}$  consiste em medir a resistência ao afinamento de um material através da razão entre a deformação na largura e a deformação na espessura. Para isso o corpo de prova é retirado da amostra a 90° da direção de laminação conforme figura 3.3.



Figura 4.2 – Corpo de prova para os ensaios de tração. Fonte: ABNT, NBR5915 G1:2008

#### 4.4. Caracterização da microestrutura e da textura

Foi feita análise metalográfica das amostras em seção longitudinal em relação à direção de laminação para verificação do tamanho de grão através do método de interseção linear, conforme norma ASTM E112:1996.

Para análise da microestrutura foi utilizado o microscópio óptico ZEISS, modelo Axio Imager A1m.

Para a análise de textura foi utilizado o difratômetro de raios X Bruker, modelo D8 Advance.

# 4.5. Infraestrutura e recursos necessários

Os equipamentos de processo, materiais para ensaio e serviços necessários ao desenvolvimento do projeto foram fornecidos pela Usiminas.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 5.1. Propriedades mecânicas

Os valores de propriedades mecânicas obtidos na direção transversal de laminação são mostrados nas figuras 5.1 a 5.6. Onde se lê EI = Encharque Intermediário (Cargas 2 a 11), SEI = Sem Encharque Intermediário (carga 1), EF = Encharque Final.



Figura 5.1 – Gráfico com os valores obtidos de LE.

Na figura 5.1 observa-se que todas as cargas apresentaram valores médios de LE iguais ou abaixo do valor máximo especificado pela norma NBR5915 G1:2008 de 230 MPa. Observa-se também que a inserção do encharque intermediário na temperatura de 350°C e 400°C não favoreceu nenhum incremento nos valores de LE, uma vez que se mantiveram próximo do obtido na carga 1, onde não se inseriu o encharque intermediário. Vale ressaltar que a carga 1 representa o ciclo padrão de recozimento que é praticado atualmente. Acredita-se que até essa temperatura não ocorreu precipitação do AIN. Com a inserção do encharque intermediário na temperatura próxima de 450°C observa-se que os valores de LE ficaram acima do esperado. Este fato está possivelmente associado ao início de precipitação do AIN nos contornos de subgrãos, porém com característica muito fina, o que dificulta o coalescimento dos subgrãos, ou seja, à formação de núcleos recristalizados conforme HUTCHINSON, 1984. E isso propicia maiores valores de LE.

Por fim, verifica-se que a inserção do encharque intermediário a partir de 500°C, conforme simulado por DEVA *et al.*, 2009 indica uma ligeira tendência de menores valores de LE. ZOLOTOREVSKY *et al.*, 1997 demonstrou que na fase inicial da recristalização a taxa de precipitação de AIN demonstra ser significativamente reduzida. Por outro lado, na fase de interrupção da recristalização, a precipitação é acelerada. Dessa forma, ao se efetuar o encharque intermediário nesta temperatura, possibilitou-se uma maior taxa de precipitação do AIN e um possível coalescimento destes precipitados, que, por sua vez, apresentando aspecto grosseiro contribuem para a formação de textura preferencial com predominância da intensidade dos planos {111} conforme MEYZAUD e PARNIERE, 1978.

Na figura 5.2, apesar de os valores de LR encontrados estarem ligeiramente menores que o valor obtido por DEVA *et al.*, 2008 de 321 MPa, verifica-se que não houve variações entre as diferentes condições de temperatura de inserção do encharque intermediário. Todas as cargas apresentaram valores de LR abaixo do valor máximo especificado pela norma NBR5915 G1: 2008 de 350 MPa.



Figura 5.2 – Gráfico com os valores obtidos de LR.

Para os valores de A<sub>t</sub> observados na figura 5.3, apesar de os valores médios demonstrarem um comportamento semelhante ao obtido no LE, sobretudo na temperatura próxima de 450°C, não se pode inferir que a inserção do encharque intermediário influenciou no aumento ou diminuição dos valores encontrados, uma vez

que houve uma dispersão considerável. Verifica-se também que todas as cargas apresentaram valores de A<sub>t</sub> acima do mínimo especificado pela norma NBR5915 G1:2008 de 38%.



Figura 5.3 – Gráfico com os valores obtidos de At.



Os valores de n<sub>90</sub> são mostrados no gráfico da figura 5.4.

Figura 5.4 – Gráfico com os valores obtidos de n<sub>90</sub>.

Analisando os valores de  $n_{90}$  mostrados no gráfico da figura 5.4, verifica-se que em virtude da maior dispersão dos resultados não é possível afirmar que houve

incremento em função da inserção do encharque intermediário. Verifica-se que todas as cargas apresentaram valor acima do mínimo especificado pela norma NBR5915 G1:2008 de 0,19.

Os resultados de  $r_{90}$  analisados na direção transversal de laminação são mostrados na figura 5.5. Apesar de uma maior dispersão dos resultados, verifica-se um comportamento semelhante ao observado para o LE, isto é, a inserção do encharque intermediário na temperatura de 350°C não favoreceu nenhum incremento nos valores de  $r_{90}$ , uma vez que se mantiveram próximo do obtido na carga 1. Com a inserção do encharque intermediário na temperatura próxima de 400°C e de 450°C, observa-se que os valores de  $r_{90}$  ficaram abaixo do esperado. Por fim, verifica-se que a inserção do encharque intermediário a partir de 500°C indica uma tendência muito branda de maiores valores de  $r_{90}$ . Associam-se as razões para tal comportamento às mesmas apresentadas para os valores de LE. Verifica-se também que todas as cargas apresentaram valor de  $r_{90}$  igual ou acima do mínimo especificado pela norma NBR5915 G1:2008 de 1,7.



Figura 5.5 – Gráfico com os valores obtidos de r<sub>90</sub>.

Os resultados de  $r_m$  analisados nas três direções de laminação conforme equação 3.1 e figura 3.3 são mostrados na figura 5.6. Observa-se um comportamento pouco semelhante ao apresentado pelos valores de  $r_{90}$ , porém, com uma dispersão maior influenciada pelos valores obtidos nas direções longitudinal e diagonal (45°) com relação à direção de laminação. Pode-se afirmar que as razões para o comportamento dos valores obtidos de  $r_m$  são as mesmas para os valores obtidos para o  $r_{90}$ . Verificase também que todas as cargas com inserção de encharque intermediário apresentaram valor de  $r_m$  igual ou ligeiramente superior ao obtido na carga 1 de 1,6.



Figura 5.6 – Gráfico com os valores obtidos de r<sub>m</sub>.

#### 5.2. Caracterização da microestrutura e da textura

Os resultados do tamanho de grão são mostrados no gráfico da figura 5.7. Verifica-se que todas as cargas apresentaram valor de TG acima do valor obtido por DEVA *et al.,* 2008, de 11,50 µm. Percebe-se também que a inserção do encharque intermediário na temperatura próxima de 500°C demonstra uma ligeira tendência de aumento no TG. Esse fato contribui para a mesma tendência de incremento nos valores de LE próximo desta temperatura e, possivelmente, está associado à grande precipitação de AIN antes do término da etapa de recristalização favorecendo o crescimento dos grãos alongados na direção de laminação *(pancake grains)*, conforme MEYZAUD e PARNIERE, 1978.



Figura 5.7 – Gráfico com os valores obtidos de TG medidos na direção de laminação.

O aspecto típico da microestrutura do aço EEP Grau 1 com limite de escoamento máximo de 230 MPa, referência de DEVA *et al.,* 2008 e obtida nos ensaios realizados (cargas 1 a 11), é mostrado na figura 5.8.





Figura 5.8 – Microestruturas do trabalho de DEVA *et al.*, 2008 e das cargas 1 a 11 obtidas após a aplicação dos ciclos térmicos. Ataque com Peróxido de Hidrogênio + ácido sulfúrico 5% em água.

Nota-se que as microestruturas apresentam as mesmas características com relação ao formato de grãos alongados tipo panqueca na direção de laminação. Percebe-se também que as microestruturas das cargas 8 e 9, processadas com a inserção do encharque intermediário na temperatura próxima de 500°C, que apresentaram desempenho ligeiramente superior de propriedade mecânica, se comparadas com a carga 1, possuem as mesmas características com relação ao formato de grãos alongados na direção de laminação. Estas características, conforme comentado anteriormente, são favoráveis à estampabilidade do aço.

Os diagramas ODF *(Orientation Distribution Function)* obtidos no sentido de laminação das 11 cargas processadas apresentaram a mesma característica, o que indica que a inserção do encharque intermediário não afetou a textura do aço. A figura 5.9 mostra os digramas das cargas 1 a 11, onde se percebe a presença da fibra  $\gamma$  {111}<uvw>, com intensidade máxima da componente  $\langle 111 \rangle [1\overline{10}]$ , favorável à estampabilidade por conter planos da família {111}, paralelos à superfície da chapa de aço, que possuem maior densidade planar, conforme TSUNOYAMA *et al.*, 1991 e ARAÚJO NETO *et al.*, 2005.







Figura 5.9 – Diagrama ODF seção em  $\Phi 2 = 45^{\circ}$  - intensidade máxima da fibra  $(111)[1\overline{1}0]$  em torno de 9,0 (notação de Bunge).

# 6. CONCLUSÕES

A inserção do encharque intermediário nos ciclos térmicos das cargas processadas não evidenciou uma influência significativa nos resultados de propriedades mecânicas do aço estudado. Verifica-se que a inserção do encharque intermediário na temperatura entre 400°C e 450°C não é recomendável, pois se identificou a partir das simulações uma tendência de aumento no valor de LE o que é indesejável para esta classe de aço. Por outro lado, verificou-se que a inserção do encharque intermediário na temperatura de 500°C, demonstrou uma tendência de obtenção de propriedades mecânicas mais favoráveis ao processo de conformação mecânica. Isso demonstrou que o encharque intermediário realizado próximo desta temperatura pode maximizar a precipitação do AIN antes da recristalização, favorecendo as propriedades de conformabilidade do aço.

A análise das microestruturas e das principais componentes de textura cristalográfica não demonstrou uma influência da inserção da etapa do encharque intermediário.

Visando um alinhamento entre adequação das propriedades mecânicas do aço estudado e uma melhor condição de processo, recomenda-se a utilização do encharque intermediário na temperatura de 500°C por 4h e encharque final de 8h. Espera-se com isso manter o limite de escoamento abaixo do máximo de 230 MPa, objetivo deste trabalho.

# 7. RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS

Os resultados obtidos com este trabalho são de grande importância para a prática industrial, pois evidenciaram a possibilidade de simular em escala industrial a inserção do encharque intermediário aplicado em escala piloto visando a redução nos valores de LE, mantendo o mesmo tempo de encharque total, o que, por sua vez, permitirá a minimização de ocorrência de recusa de material por valores de LE acima do máximo permitido, 230 MPa, para os aços de estampagem extra profunda.

Os resultados obtidos a partir de diferentes temperaturas de encharque intermediário demonstraram também a variação de temperatura ideal para a inserção do encharque intermediário, bem como a variação de temperatura inadequada, conforme demonstrado na figura 5.1.

# 8. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sabendo que em escala piloto algumas variáveis não são totalmente simuladas, como a condição das bobinas em forma de espiras, sugere-se a simulação em escala industrial, visando avaliar a influência do encharque intermediário nas diferentes posições ao longo da coroa da bobina (diâmetro interno, diâmetro externo e região do ponto frio), bem como avaliar a influência nas propriedades mecânicas da convecção do gás de proteção associado à inserção do encharque intermediário.

# 9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 5915 - Bobinas e chapas finas a frio de aço carbono para estampagem - especificação. Rio de Janeiro, 2008. 7p.

AKISUE, O., HADA, T. Past development and future outlooks of automotive steel sheets. Nippon Steel Technical Report, n° 64, p. 1-6, 1995.

ARAÚJO NETO, J.B., SILVA, M.P., OTERO, G.M., ALVES, G.G. Elevação do nível de estampabilidade em aço laminado a frio com recozimento em forno caixa. In: Congresso anual da ABM, 60, Belo Horizonte. Anais. São Paulo: Tec Art Editora Ltda, 2005. p. 75-82.

BLICKWEDE, D.J. Micrometallurgy by the millions, Campbell Memorial Lecture. Transactions ASM, 61, 1968. p. 653.

BOKSHTEIN, S. Z. Structure and Properties of Metallic Alloys. Metallurgiya, Moscow, Russian, 1971.

COSTA E SILVA, A., NAKAMURA, L., RIZZO, F. Application of computational modeling to the kinetics of precipitation of aluminum nitride in steels. Journal of Mining and Metallurgy, Section B: Metallurgy, 48, 2012. p. 471-476.

DEVA, A., JHA, B. H., MISHRA, N.S. Microstructural evolution during bath annealing of boron containing aluminum-killed steel. Research and Development Centre for Iron and Steel, SAIL – Steel Authority of India Limited, Ranchi, India, 2009.

DEVA, A., JHA, B. H., MISHRA, N. S. Effect of B/N ratio on plastic anisotropy behaviour in low carbon aluminium killed steel. Institute of Materials, Minerals and Mining, Ranchi, India, 2008.

DIETER, G. E. Mechanical Metallurgy. McGraw-Hill Book Company, New York, 1988. p. 232.

FERREIRA FILHO, A., CUMINO, R. S. Tiras de aço médio e alto teor de carbono para estampagem profunda utilizadas em componentes automotivos. In: Seminário de Laminação, Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 40, Vitória. São Paulo: ABM e Tec Art Editora Ltda, 2003. p. 34-46.

FERREIRA FILHO, A., LEITE, E., MARTINS, I., COLLANIERI, R. Tiras de aço laminadas a frio e fosfatizadas utilizadas em processos de estampagem crítica. In: ABM, Seminário de Laminação, Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 44, Campos do Jordão. Anais. São Paulo: ABM e Tec Art Editora, 2007. p. 286-297.

GUPTA, I., BHATTACHARYA, D. Metallurgy of formable vacuum degassed interstitialfree steels. Metallurgy of Vacuum Degassed Steels, 1990. p. 43-72.

HUGHES, I. F., PAGE, E. W. The Influence of Manganese and Carbon on Plastic Anisotropy, Grain Size and Ductility in Pure Iron. Metallurgical Transactions. Vol. 2, 1971. p. 2067-2075.

HUTCHINSON, W. B. Development and control of annealing texture in low carbon steels. International Metals Reviews, 29, p. 25-42, 1984.

ICHIYAMA, T. Efect of carbon content on primary recrystallization texture in Fe-AI-N alloys. Transactions ISIJ, 15, 1975. p. 69-78.

KRAUSS, G. Steels – Processing, Structure and Performance. ASM International, Materials Park, Ohio, 2005. p. 224-225.

LESLIE, W. C. The Physical Metallurgy of Steels. 1 ed. McGraw-Hill International Student Edition, 1982. p.396.

LE-YU Z., LEI W., YA-ZHENG L., XIAO-JIE C., JIN-HONG S. Microstructure and texture evolution of cold-rolled deep-drawing steel sheet during annealing. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, Berlin Heidelberg. v. 20. n° 6, 2013. p. 541.

LOUREIRO, F.G., GONZALEZ, B.M., MEYER, L.C.O. Influência de variáveis operacionais nas propriedades mecânicas de aços IF ligados ao titânio. In: Seminário de Laminação, Processos e Produtos Laminados e Revestidos – ABM, Curitiba, 2000. p. 231-240.

LUIZ, W.D., CAMPOS, H. B., MELO, T. M. F., RUBIO, J. C. C. Análise de métodos para determinação experimental da curva limite de estampagem (CLE) de chapas finas de aço para estampagem. In: Congresso Anual da ABM, 61, Rio de Janeiro. Anais, 2006. p.1418-1426.

MEYZAUD, Y., PARNIERE, P. Study of Annealing of Extra-Mild Steel Sheet by Electrical Resistivity Measurements. Pt. 2. Case of Al-Deoxidized Steels. Mém. Science Revision Metal, 1974. p. 423-424.

MEYZAUD, Y., PARNIERE, P. Le laminage a froid et le recuit des toles minces non allies. IRSID, Janvier, 1978.

MISHRA, S.E., DARMANN, C. Role and control of texture in deep drawing steels. International Metals Reviews, Vol. 27. n° 6, 1982. p. 307-320.

NAGATAKI, Y., HOSOYA, Y. Origin of the Recrystallization Texture Formation in an Interstitial Free Steel. ISIJ International, Vol. 36, n° 36, 1996. p. 451-460.

NORMA ASTM A370, Standard test methods and definitions for mechanical testing of steel products, American Society For Testing and Materials. Philadelphia, 2011.

NORMA ASTM E517, Test for Plastic Strain ratio r for Sheet Metal, American Society For Testing and Materials. Philadelphia, 1974.

NORMA ASTM E646, Test for Tensile Strain-Hardening Exponents (n Values) of Metallic Sheet Materials, American Society For Testing and Materials. Philadelphia, 1978.

NORMA ASTM E112 - Standard test methods for determining average grain size. American Society For Testing and Materials. Philadelphia, 1996, revisão E2. OGAWA, R., FUKUTSUKA, T., YAGI, Y. Analysis of aluminium nitride precipitation. Transactions ISIJ, 12, 1972. p. 291.

PADILHA, A. F., FILHO, A. F., LIMA, L. M. G., LIMA, N. B. Controle da microestrutura e da textura de chapas de aço baixo carbono para estampagem. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da USP, São Paulo, 2003. p. 189-203.

PEREIRA, J.F.B. Desenvolvimento de aços com características de "bake hardenability". Relatório do Centro de Pesquisas da Usiminas, Junho, Dezembro, 1986.

PEREIRA, J. F. B. Efeito das variáveis do processo de laminação de encruamento nas propriedades mecânicas das chapas laminadas a frio. Projeto do Centro de Pesquisas da Usiminas, Dezembro, 1987.

PRADHAM, R. Cold-rolled interstitial-free steels: a discussion of some metallurgical topics. In: Proceedings of International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels. ISIJ International, May, 1994. p. 165-177.

RAY, R. K., HUTCHINSON, B., GHOSH, C. Back-annealing of cold rolled steels through recovery and/or partial recrystallisation. International Materials Reviews. Vol. 56. n° 2, 2011, p. 73-97

RODIONOVA, I. G., ADIGAMOV, R. R., ZHILENKO, S. V. Features of structure and property formation for cold-rolled low-carbon steels for automobile manufacture in relation to the degree of reduction during cold rolling. Metallurgist, Russian, 2012. Vol. 56. n° 2. p. 126-136.

SAHAY, S.S., KUMAR, B.V.H., KRISHNAN, S.J. Microstructure Evolution During Batch Annealing. Journal of Materials Engineering and Performance. ASM International, December, 2003. Vol. 12. p. 701-707.

SMITH, C. J. E., DILLAMORE, I. L. Subgrain Growth in High-Purity Iron. Metal Science, 1970. p. 161-167.

TAKAHASHI, N. Boron bearing steels for continuous annealing to produce deep drawing and high strenght steel sheets – Process of the Metallurgy of Continuous Annealed Steel Sheets, Dallas, Texas. AIME, Warrendale, Fevereiro, 1982. p. 133. TSUNOYAMA, K., OBARA, T., SATAH, S., ABE, H. SHIBASAKI, O., UESUGI, N. Development of extra-deep drawing cold rolled sheet steels for integrated automotive parts. In: Kawasaki Steel Technical Report, n° 24, April, 1991. p. 84-90.

UJIIYE, N. Enhanced Diffusion during Plastic Deformation by Mechanical Diffusion. Transactions ISIJ, Vol. 7, 1967. p. 29-44.

USIMINAS. Estampagem dos aços. 1 ed. Ipatinga: Usiminas, 1990. p. 1-13.

VIANA, C. S. C., PAULA, A. S. Texturas de deformação. In: Workshop sobre Textura e Relações de Orientação. 2ª ed., São Paulo: EPUSP, 2003. p. 35-54.

WANG, H. Y., GAO, X., REN, H. P., LI, D.G., YAN, B., JIN, Z.L. Effect of annealing process on recrystallization microstructure and texture of low carbon steel strip. Materials Technology, China, 2012. Vol. 27. p. 79-81.

WHITELEY, R.L., WISE, D.E. Relationship among texture, hot mill practice and the deep drawability of sheet steel – Flat Rolled Products III. AIME Conference, Interscience Publishers, Chicago, 1962. p. 47.

ZOLOTOREVSKY, N.Y., PLETENEV, V.P., TITOVETS, Y.F. Analysis of aluminium nitride precipitation proceeding concurrently with recrystallization in low-carbon steel. St Petersburg State University, Faculty of Physics and Mechanics, Department of Metal Physics, St Petersburg, Russian, 1997.