

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Dissertação de Mestrado

**“CINÉTICA DA RECRISTALIZAÇÃO E EVOLUÇÃO DA TEXTURA EM AÇO
INOXIDÁVEL FERRÍTICO AISI 430 ESTABILIZADO COM NIÓBIO, LAMINADO A
FRIO E SUBMETIDO A RECOZIMENTOS ISOTÉRMICOS”**

Autora: Camila Magalhães Gonçalves

Orientador: Professor Dagoberto Brandão Santos

Março de 2015

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas

Camila Magalhães Gonçalves

**“CINÉTICA DA RECRISTALIZAÇÃO E EVOLUÇÃO DA TEXTURA EM AÇO
INOXIDÁVEL FERRÍTICO 430 ESTABILIZADO COM NIÓBIO, LAMINADO A FRIO
E SUBMETIDO A RECOZIMENTOS ISOTÉRMICOS”**

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: Professor Dagoberto Brandão Santos

Belo Horizonte – Minas Gerais
Escola de Engenharia da UFMG

Março de 2015

AGRADECIMENTOS

Na vida tudo que conseguimos depende de um conjunto de situações, às vezes da sorte, mas principalmente do apoio da família e dos amigos. Por isso desejo inicialmente agradecer a todos que me ajudaram a tornar um sonho distante à realidade de hoje. À minha família e ao Samuel pela confiança, carinho e fundamentais valores que trago em minha formação. Ao professor e orientador Dagoberto Brandão Santos por todo crédito, apoio, dedicação e pela oportunidade que me concedeu de estar ao seu lado aprendendo, me mostrando os rumos certos a serem tomados e desempenhando não somente papel de excelente orientador trabalhando junto. Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas do Departamento de Metalurgia – UFMG, pela estrutura. Aos professores pela ajuda e valiosas sugestões que vieram a enriquecer este trabalho. Aos amigos do Laboratório de Metalografia da UFMG, em especial à Karinete, Fran, Davi e Aline pelas discussões e apoio durante a realização deste trabalho. Aos amigos da UFMG Dâmia, Frank, Pedro, Laís e Daniella. À Patrícia pelo apoio e colaboração técnica nos experimentos. À Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior (CAPES-PROEX), pela concessão da bolsa de mestrado; à FAPEMIG, Fundação de Amparo à Pesquisa de Minas Gerais e CNPq, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico pelo suporte financeiro deste trabalho. A todos que de alguma forma auxiliaram o desenvolvimento deste trabalho, meu muito obrigado!

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	ii
LISTA DE FIGURAS	vi
LISTA DE TABELAS	xi
LISTA DE EQUAÇÕES	xiii
LISTA DE SÍMBOLOS	xiv
RESUMO	xvi
ABSTRACT	xvii
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	3
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1 Aços Inoxidáveis	4
3.2 Aços Inoxidáveis Ferríticos	5
3.3 O Estado Encruado	9
3.4 O Estado Recozido	11
3.5 Cinética de Recristalização	12
3.6 Textura de Recristalização dos Metais	17
3.7 Texturas dos Aços Inoxidáveis Ferríticos	20
3.7.1 Textura de Laminação a Quente	20
3.7.2 Textura de Laminação a Frio	21
3.7.3 Textura de Recristalização	22
4. METODOLOGIA	24
4.1 Laminação a frio	24
4.2 Perfil Térmico	26
4.3 Recozimento	27

4.4 Caracterização Microestrutural.....	28
4.5 Microdureza Vickers e Cinética de Amaciamento.....	28
4.6 Cinética de Recristalização.....	29
4.6.1 Via Fração Amaciada.....	29
4.6.2 Via Metalografia Quantitativa.....	29
4.6.3 Via Processamento e Análise de Imagens.....	30
4.7 Textura Cristalográfica.....	30
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	32
5.1 Microscopia Óptica.....	32
5.1.1 Amostras como fornecidas.....	32
5.1.2 Amostras laminadas a frio.....	32
5.1.3 Amostras laminadas a quente e não recozida (LQNR).....	33
5.1.4 Amostras laminadas a quente e recozidas (LQR).....	35
5.1.5 Amostras LQNR e LQR recozidas a 800°C.....	36
5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	39
5.3 Microdureza e Amaciamento.....	40
5.3.1 Amostras como fornecidas não recozidas (LQNR).....	40
5.3.2 Amostras como fornecidas e recozidas (LQR).....	43
5.4 Tamanho do Grão Recristalizado.....	45
5.5 Cinética de Recristalização.....	49
5.5.1 Via Fração Amaciada.....	49
5.5.2 Via Metalografia Quantitativa.....	54
5.5.3 Comparação entre as Cinéticas de Recristalização via Fração Amaciada e via Metalografia Quantitativa.....	67
5.5.4 Via Processamento e Análise de Imagens.....	70
5.6 Energia de Ativação para a Recristalização.....	73
5.7 Textura Cristalográfica.....	76

5.7.1 Textura das amostras como fornecidas	76
5.7.2 Textura das amostras laminadas a frio.....	79
5.7.3 Amostras laminadas a quente e não recozidas (LQNR).....	82
5.7.4 Amostras laminadas a quente e recozidas (LQR).....	87
5.7.5 Amostras recozidas a 800°C.....	90
6. CONCLUSÕES	95
REFERÊNCIAS.....	97

LISTA DE FIGURAS

Figura 3. 1: Relação entre a taxa de corrosão e teor de cromo na liga ^[4]	4
Figura 3. 2: Diagrama Fe-Cr, com destaque para o domínio dos aços inoxidáveis ferríticos ^[5,6]	6
Figura 3. 3 - Efeito do teor de C e N na extensão do campo da austenita ^[3,4]	8
Figura 3. 4: Desenho esquemático da microestrutura do estado deformado após: a) pequenas ou médias deformações; b) altas deformações ^[9,12]	11
Figura 3. 5: Cinética de recristalização de amostras de aço inoxidável ferrítico estabilizado com Ti deformadas a frio com diferentes graus de redução (r) e recozidas isotermicamente a 750°C ^[21]	14
Figura 3. 6: Curva da taxa de nucleação e da fração recristalizada em função do tempo de recozimento de uma amostra de Al-1Mg deformada a 60% e submetida a recozimento de 400°C sob condições de deformação compressiva ^[15]	16
Figura 3. 7: Gráfico JMAK para o aço CSN 2710 com redução a frio de 90% recozido nas temperaturas indicadas ^[22]	17
Figura 3. 8. Material com cristais (a) com orientação aleatória e (b) com textura cristalográfica ^[25]	18
Figura 3. 9: Definição dos ângulos de Euler conforme notação de Bunge (ϕ_1, ϕ, ϕ_2) ^[25]	19
Figura 3. 10: Mapas de orientações conforme as notações de Bunge para a interpretação da FDOC, para as seções (a) $\phi_2 = 0^\circ$ e (b) $\phi_2 = 45^\circ$ ^[25]	20
Figura 3. 11: (a) Seção $\phi_2 = 45^\circ$ com as fibras clássicas do sistema cúbico. (b) Seção de $\phi_2 = 45^\circ$ mostrando os nomes de orientações clássicas do sistema cúbico ^[25]	20
Figura 3. 12: Representação das fibras no espaço de Euler reduzido ^[31]	22
Figura 4. 1: Perfil térmico das amostras do aço inoxidável tipo 430 com Nb LQNR. Aquecimento a 600°C, 680°C, 700°C e 800°C.	26
Figura 4. 2: Fluxograma das amostras LQNR e seus respectivos tratamentos térmicos.	27
Figura 4. 3: Fluxograma das amostras LQR e seus respectivos tratamentos térmicos.	27

Figura 5. 1: (a) Micrografias da amostra como fornecida LQNR. (b) como fornecida LQR. Ataque reativo Vilella.	32
Figura 5. 2: (a) Micrografias das amostras laminadas a frio. (a) LQNR e (b) LQR. Ataque com reativo de Vilella.	33
Figura 5. 3: Evolução da microestrutura das amostras LQNR submetidas a diferentes tratamentos térmicos como mostrado na tabela 5.1.....	34
Figura 5. 4: Evolução da microestrutura das amostras LQR submetidas a diferentes tratamentos térmicos como mostrado na tabela 5.2.....	36
Figura 5.5. Micrografias das amostras como fornecidas. (a) LQNR e (b) LQR. Ambas laminadas a frio e recozidas a 800°C por 10 s.....	37
Figura 5.6. Micrografias das amostras. (a) LQNR e (b) LQR. Ambas laminadas a frio e recozidas a 800°C por 300 s.	38
Figura 5.7. Micrografia da seção referente à espessura da amostra LQR após laminação a frio seguida de recozimento a 800°C por 900 s.	38
Figura 5. 8: Evolução da microestrutura com a temperatura de recozimento das amostras LQNR: A) encruada; B) 800°C; C) 650°C; D) 700°C e E) 750°C.....	39
Figura 5. 9: Evolução da microestrutura com a temperatura de recozimento das amostras LQR: A) encruada; B) 800°C; C) 650°C; D) 700°C e E) 750°C.	40
Figura 5. 10: Curvas de microdureza das amostras da série LQNR. em função do tempo para cada temperatura de recozimento.....	41
Figura 5. 11: Variação da microdureza das amostras LQNR com tempo de encharque de 900 s nas temperaturas de 650°C, 700°C, 750°C e 800°C.....	43
Figura 5. 12: Microdureza das amostras LQR em função do tempo para cada temperatura de recozimento.....	44
Figura 5.13: Variação da microdureza das amostras LQNR com o recozimento por 900 s nas temperaturas de 650°C, 700°C, 750°C e 800°C.....	45
Figura 5. 14: Tamanho médio dos grãos ao longo do tempo de recozimento para as amostras LQNR.....	47
Figura 5. 15: Tamanho médio do grão ao longo da temperatura de recozimento das amostras LQNR para um tempo de encharque de 900 s.	47
Figura 5. 16: Tamanho médio do grão ao longo do tempo de recozimento para as amostras LQR.	48

Figura 5. 15: Tamanho médio do grão ao longo da temperatura de recozimento das amostras LNR para um tempo de encharque de 900 s.....	49
Figura 5.18. Fração amaciada ao longo do tempo de recozimento para cada temperatura das amostras LQNR.....	50
Figura 5. 19: Fração amaciada ao longo do tempo de recozimento para cada temperatura das amostras LQR.	51
Figura 5. 20: Linearização da fração amaciada (A) com o tempo de recozimento para as amostras LQNR.....	52
Figura 5. 21: Linearização da fração amaciada com o tempo de recozimento das amostras LQR.....	53
Figura 5. 22: Fração recristalizada com o tempo de recozimento de acordo com o modelo de JMAK para as amostras LQNR.....	55
Figura 5. 23: Fração recristalizada com o tempo de recozimento de acordo com o modelo de JMAK para as amostras LQR.	56
Figura 5. 24: Linearização da fração recristalizada via metalografia quantitativa das amostras LQNR.....	57
Figura 5. 25: Linearização da fração recristalizada via metalografia quantitativa das amostras LQR.	58
Figura 5. 26: Área interfacial estendida (mm^{-1}) em função do tempo de recozimento (s) das amostras LQNR.....	60
Figura 5. 27: Área superficial estendida (mm^{-1}) em função do tempo de recozimento (s) das amostras LQR.	60
Figura 5. 28: Taxa de Nucleação com o tempo de recozimento das amostras LQNR.	63
Figura 5. 29: Taxa de Nucleação com o tempo de recozimento das amostras LQR..	63
Figura 5. 30: Taxa de crescimento de grão com o tempo de recozimento das amostras LQNR.....	64
Figura 5.31. Taxa de crescimento de grão com o tempo de recozimento das amostras LQR.	64
Figura 5.32. Taxa de nucleação convencional e real das amostras LQNR.....	65
Figura 5.33. Taxa de nucleação convencional e real para as amostras LQR.	66
Figura 5. 34: Comparação da fração amaciada (A) e X_v das amostras LQNR.	68
Figura 5. 35: Comparação da fração amaciada (A) e X_v das amostras LQR.....	69

Figura 5. 36: Imagens das amostras LQNR obtidas pelo EBSD analisadas pelo programa para obtenção da fração recristalizada.	71
Figura 5. 37: Imagens das amostras LQR obtidas pelo EBSD analisadas pelo programa para obtenção da fração recristalizada.	71
Figura 5. 38: Pontos obtidos via análise de imagens das amostras LQNR.	72
Figura 5. 39: Pontos obtidos via análise de imagens das amostras LQR.	72
Figura 5. 40: Interseção da linha horizontal de 50% de recristalização nas curvas em "S" obtidas via metalografia quantitativa das amostras LQNR.	73
Figura 5. 41: Linearização da Eq. 5.4 para obtenção da energia de ativação para recristalização.	74
Figura 5. 42: ODF das amostras como fornecidas: (a) LQNR e (b) LQR.	76
Figura 5. 43: Mapa de orientação dos grãos das duas séries de amostras como fornecidas: a) LQNR e b) LQR.	77
Figura 5. 44: Imagem de qualidade das amostras como fornecidas laminadas a quente: (a) LQNR (b) LQR.	78
Figura 5. 45: ODF _h das amostras laminadas a frio: (a) LQNR e (b) LQR.	79
Figura 5. 46: Mapas de orientação para as amostras laminadas a frio: (a) LQNR e (b) LQR.	81
Figura 5. 47: IQ das amostras encruadas: a) LQNR e b) LQR.	82
Figura 5. 48: ODF das amostras LQNR.	83
Figura 5. 49: Mapas de orientação para as amostras LQNR.	84
Figura 5. 50: Imagem de qualidade das amostras LQNR.	85
Figura 5. 51: ODF das amostras LQR.	88
Figura 5. 52: Mapas de orientação das amostras LQR. As letras de A a I designam as amostras representadas pela tabela 5.2.	89
Figura 5. 53: Imagem de qualidade das amostras LQR para um tempo de 900 s de encharque.	90
Figura 5. 54: ODF das amostras recozidas a 800°C por 900 s: (a) LQNR e (b) LQR.	91
Figura 5. 55: Mapas de orientação dos grãos das amostras recozidas a 800°C por 900 s: a) LQNR e b) LQR.	92
Figura 5. 56: Imagem de qualidade das amostras recozidas a 800°C por 900 s: a) LQNR e b) LQR.	93

Figura 5. 57: Imagem de qualidade das amostras recozidas a 700°C por 4 h: a) LQNR e b) LQR.....94

LISTA DE TABELAS

Tabela 3. 1: Efeito do elemento de liga nas propriedades dos aços inoxidáveis ferríticos. Adaptado de Rodrigues ^[4]	7
Tabela 3. 2: Fibras para os metais e ligas CCC - Adaptado de Rodrigues ^[4]	23
Tabela 4. 1: Espessuras dos passes da laminação a frio das amostras do aço inox ferrítico tipo 430 com Nb não recozido.....	25
Tabela 4. 2: Espessuras dos passes da laminação a frio das amostras do aço inox ferrítico tipo 430 com Nb recozido.....	25
Tabela 4. 3: Amostras utilizadas para análise da microtextura com os tempos de início, meio e fim de recristalização.....	31
Tabela 5. 1: Designações das micrografias das amostras LQNR e seus tratamentos térmicos.....	33
Tabela 5. 2: Designação das micrografias das amostras LQR e seus tratamentos térmicos.....	35
Tabela 5. 3: Microdurezas das amostras como fornecidas não recozidas	41
Tabela 5. 4: Microdurezas das amostras LQR submetidas a seus respectivos tratamentos térmicos.....	44
Tabela 5. 5: Tamanho do grão em cada condição de recozimento das amostras LQNR	46
Tabela 5. 6: Tamanho médio do grão das amostras LQR.....	48
Tabela 5. 7: Fração amaciada das amostras LQNR	50
Tabela 5. 8: Fração amaciada das amostras LQR	51
Tabela 5. 9: Valores dos parâmetros B e n para cinética de recristalização via fração amaciada.....	53
Tabela 5.10: Fração recristalizada para diferentes condições de tratamento térmico (tempo e temperatura) das amostras LQNR	54
Tabela 5. 11: Fração recristalizada para diferentes condições de tratamento térmico (tempo e temperatura) das amostras LQR.....	55
Tabela 5. 12: Valores dos parâmetros n e B para cinética de recristalização via metalografia quantitativa	58

Tabela 5. 13: Valores dos parâmetros m e C calculados via linearização de S_{vex} com o tempo das amostras LQNR e LQR.....	61
Tabela 5. 14: Valores de P para cada condição de recozimento para as duas séries de amostras.....	61
Tabela 5. 15: Valores de $3m - 2n$ para cada condição de recozimento das duas séries de amostras	67
Tabela 5.16. Valores dos parâmetros do modelo de JMAK obtidos via fração amaciada e via metalografia quantitativa	68
Tabela 5. 17: Valores da energia de ativação para recristalização e do tempo necessário para recristalizar 50% da microestrutura.....	75

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 3.1.....	13
Equação 3.2.....	13
Equação 3.3.....	13
Equação 3.4.....	14
Equação 3.5.....	14
Equação 3.6.....	15
Equação 3.7.....	15
Equação 3.8.....	15
Equação 3.9.....	15
Equação 3.10.....	15
Equação 3.11.....	15
Equação 3.12.....	16
Equação 4.1.....	25
Equação 5.1.....	58
Equação 5.2.....	59
Equação 5.3.....	59
Equação 5.4.....	73

LISTA DE SÍMBOLOS

α : Fase ferrítica

γ : Fase austenítica

A: Fração amaciada

AISI: American Iron and Steel Institute

ASTM: American Society for Testing and Materials

B,P,C,m e Kv: Parâmetros do modelo da cinética de recristalização.

CCC: Estrutura cúbica de corpo centrado

CFC: Estrutura cúbica de face centrada

CSN: Companhia Siderúrgica Nacional

DL: Direção de laminação

DN: Direção normal

DT: Direção transversal

EBSD: Electron Backscatter Diffraction

EFE: Energia de falha de empilhamento

FDOC: Função de distribuição de orientações cristalinas

\dot{G} : Taxa de crescimento do grão

HCl: Ácido Clorídrico

h_f : Espessura final

h_i : Espessura inicial

h_r : Espessura real medida

HV: Hardness Vickers

HV_e = dureza do material encruado

HV_r = dureza do material recristalizado

HV_x = dureza da amostra em questão

IF: Aço intersticial free

IPF: Inverse pole figure

IQ: Image Quality

JMAK: Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov

LQNR: Amostras como fornecidas laminadas a quente e não recozidas

LQR: Amostras como fornecidas laminadas a quente e recozidas

MEV: Microscópio eletrônico de varredura

MO: Microscópio Óptico

n e k: expoente de Avrami

\dot{N} : Taxa de nucleação

ODF: Orientation distribution function

Q: Energia de ativação para recristalização

R: Constante dos gases

S_v : Área interfacial entre a região deformada e recristalizada

S_{vex} : Área interfacial estendida entre a região deformada e recristalizada

T: Temperatura absoluta

τ_{50} : Tempo de meia recristalização

UFMG: Universidade Federal de Minas Gerais

X_v : Fração recristalizada

X_{vex} : Fração recristalizada estendida

RESUMO

Os aços inoxidáveis ferríticos estabilizados com nióbio apresentam grãos mais refinados e uma recristalização mais homogênea quando comparados aos não estabilizados. Contudo, em seu processamento industrial, mais especificamente na laminação a quente, utiliza-se um recozimento antes da etapa de laminação a frio e um recozimento final, visando a homogeneização da microestrutura de entrada. Objetivando a melhoria das propriedades de estampagem e soldagem em aços com adição de Nb, bem como uma possível redução de custos com a eliminação do recozimento após a laminação a quente, foram realizados testes com o aço inoxidável 430 estabilizado com Nb de forma a acompanhar a evolução de sua microestrutura e textura após ser submetido à laminação a frio com 80% de redução e recozimentos em diferentes temperaturas e tempos, partindo-se de duas condições iniciais após laminação a quente: com recozimento e sem recozimento. A quantificação da recristalização foi feita através da fração amaciada em função do tempo, obtida pela curva de microdureza Vickers e também via metalografia quantitativa de acordo com o modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov, JMAK, da fração recristalizada em função do tempo de recozimento. A interpretação da textura foi obtida por exames por microscopia eletrônica de varredura e difração de elétrons retroespalhados (EBSD). A recristalização se inicia em diferentes tempos para cada temperatura. Os resultados mostraram a possibilidade de comparação dos métodos diretos e indiretos de medição da fração volumétrica recristalizada nos aços inoxidáveis ferríticos, já que os valores medidos de fração recristalizada em cada método são similares. Os métodos inovadores via metalografia quantitativa e via EBSD, pouco usados atualmente, podem servir como ferramentas para análises metalográficas e, assim, serem aplicados em outros casos de forma confiante e eficaz.

Palavras-chave: Aço inoxidável ferrítico; Laminação a frio; Recristalização; Difração de elétrons.

ABSTRACT

Ferritic stainless steels stabilized with Nb have more refined grains and a recrystallization process more homogeneous than with those steels which are not stabilized. However, in its industrial processing, specifically in hot rolling and annealing, it is usual to have an intermediate annealing treatment before cold rolling stage, in order to obtain a more homogeneous microstructure. Aiming to optimize the stamping and welding properties in steels with Nb, and considering a cost reduction by eliminating of the intermediary annealing process, a ferritic stainless steel AISI 430 stabilized with Nb was subjected to hot and cold rolling and annealing processing about 80% thickness reduction and an annealing at temperatures of 650°C, 700°C, 750°C and 800°C, starting from two initial conditions after hot rolling: with and without annealing. The recrystallizing volume fraction was obtained from the softening volume fraction as function of annealing temperature and from Vickers microhardness tests and also via quantitative metallography according to the JMAK model, the recrystallized fraction as a function of annealing time. Texture interpretation was made by scanning electron microscopy and electron back-scattering diffraction (EBSD). The expected results aimed at comparability of direct and indirect measurement of the volume fraction recrystallized methods of ferritic stainless steel. Innovative methods via quantitative metallography and via EBSD, slightly used nowadays, can serve as tools for metallographic analyzes and thus be applied in other cases confidently and quickly.

Keywords: Ferritic stainless steel; Cold rolling; Recrystallization; EBSD.

1. INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis ferríticos possuem diversas aplicações nos mais variados setores industriais. A adição de cromo e de elementos de liga como nióbio (Nb) e titânio (Ti) os garante uma alta resistência à corrosão e resistência mecânica. O aço tipo 430 estabilizado com nióbio possui melhor propriedades mecânicas devido à formação dos carbonitretos de Nb que são distribuídos de forma homogênea na matriz ferrítica, que proporcionam um refino de grão no tratamento termomecânico. Entre suas aplicações estão nas indústrias de açúcar e álcool, indústria automotiva e para fabricação de eletrodomésticos e utensílios para cozinha.

Embora possuam ampla empregabilidade, os aços inoxidáveis ferríticos são menos adequados que os austeníticos quando se trata do comportamento em estampagem, pois eles possuem baixo coeficiente de encruamento e menor ductilidade comparados com os austeníticos. dessa forma possuem menores níveis de conformabilidade.

A presença de partículas grosseiras de tamanho médio maior que $1 \mu\text{m}$ favorece a nucleação durante a recristalização, ou seja, após o início do processo, o de rearranjo de discordâncias são facilitados, formando regiões livres de defeitos associadas aos contornos de alto ângulo com alta mobilidade e capazes de migrar rapidamente sobre a matriz encruada. Parte da energia despendida na laminação a frio é armazenada na forma de defeitos cristalinos que localizam-se próximo a essas partículas e, no caso dos aços inoxidáveis estabilizados com Nb, são os carbonitretos de Nb, tornando estes locais, regiões preferenciais para a nucleação do grão. Regiões que possuem grande quantidade de defeitos cristalinos são as heterogeneidade de que também são locais favoráveis à ocorrência de nucleação. A nucleação também é favorecida pela anisotropia, ou seja, pela orientação preferencial dos grãos. A formação de textura pronunciada ocorre devido às condições de processamento do aço, tais como laminação e recozimento.

O comportamento mecânico dos aços é afetado diretamente pela sua textura cristalográfica. Uma forma eficaz e adequada de se medir a textura é pela técnica de EBSD. O fenômeno da recristalização é quantificado por curvas do tipo sigmóides da

fração recristalizada versus o tempo de recozimento. A cinética de recristalização pode também ser analisada por meio da temperatura, obtendo o mesmo comportamento quando se varia o tempo.

O controle da microestrutura e da textura cristalográfica é essencial para melhorar as propriedades mecânicas e a conformabilidade dos aços inoxidáveis ferríticos. Inúmeras pesquisas foram realizadas nas últimas décadas com o propósito de melhorar as propriedades mecânicas desses aços, principalmente seu comportamento em estampagem profunda e a eliminação e redução da formação de estrias, objetivando, assim, melhorar o acabamento superficial após o processo de conformação.

Neste trabalho pretendeu-se avaliar a microestrutura do aço inoxidável ferrítico 430 estabilizado com Nb e, a partir da laminação a frio e dos tratamentos térmicos de recozimentos isotérmicos, avaliar as condições de recristalização e a evolução de sua textura cristalográfica. Uma avaliação microscópica dos processos de recristalização foi estudada para se estabelecer uma relação entre a textura cristalográfica e a evolução microestrutural com o recozimento.

2. OBJETIVOS

O objetivo do presente trabalho foi caracterizar a microestrutura do aço inoxidável ferrítico estabilizado ao nióbio, para posterior avaliação da sua textura de recristalização, partindo-se de duas condições iniciais: material recozido e material sem recozimento após laminação a quente.

Foram objetivos específicos deste projeto:

- Avaliar a evolução da microestrutura e textura do aço tipo 430 estabilizado com Nb ao longo do recozimento com diferentes temperaturas e tempos.
- Realizar uma análise metalográfica quantitativa da fração recristalizada em função das temperaturas e tempos de recozimento.
- Investigar a relação entre a microestrutura e textura.
- Determinar a influência da temperatura do tratamento térmico de recozimento final na microestrutura e textura de recristalização do aço tipo 430 estabilizado com Nb.
- Comparar a cinética de recristalização estática do aço 430 estabilizado com Nb obtida por medições de dureza e metalografia quantitativa.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Aços Inoxidáveis

Os aços inoxidáveis surgiram são caracterizados como ligas de ferro, carbono, cromo (com no mínimo 10,5%) e comumente níquel. A composição química dos aços inoxidáveis é baseada nos sistemas ferro – cromo, ferro – cromo – carbono e ferro – cromo – níquel. Outros elementos de liga podem ser adicionados a fim de se obter propriedades mecânicas específicas, incluindo molibdênio, cobre, titânio, alumínio, silício, nióbio, nitrogênio, enxofre e selênio, mas o cromo é o mais importantes deles pois fornece uma elevada resistência à corrosão [1,2].

A boa resistência à corrosão dos aços inoxidáveis é consequência da habilidade de tornar-se passivo, ou seja, a liga ter a condição de retardar a corrosão a um ponto em que o metal é separado do contato com o ambiente. A passivação é caracterizada pelo surgimento de um filme protetor que restringe o ataque. Esse filme é formado com o aumento do teor de cromo na liga e sua formação só se dá por completo quando esse teor é cerca 11%, ou mais em peso [3]. A figura 3.1 ilustra a taxa de corrosão em função da porcentagem de cromo presente na liga.

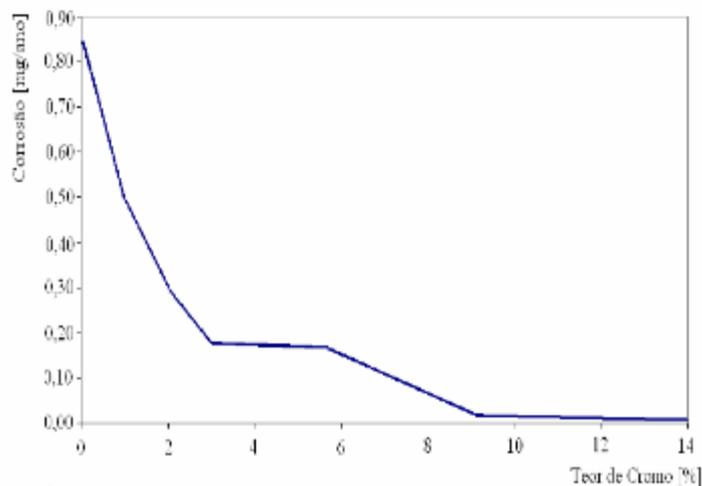


Figura 3. 1: Relação entre a taxa de corrosão e teor de cromo na liga [4].

Os aços inoxidáveis são classificados nas seguintes classes:

- Aços inoxidáveis ferríticos: são ligas Fe-Cr predominantemente ferríticas em qualquer temperatura. Possuem estrutura cúbica de corpo centrado (CCC). Têm entre 12% a 30% de cromo e baixo teor de carbono. Como não são austenizáveis, estes aços não podem ser endurecidos por têmpera logo, a melhor forma de refinar a microestrutura é via trabalho mecânico e recozimento de recristalização [2,3,5].

- Aços inoxidáveis austeníticos: são ligas principalmente de Fe-Cr-Ni. Apresentam estrutura CFC e não são endurecíveis por tratamento térmico. São, entre os aços inoxidáveis, os de melhor soldabilidade e resistência à corrosão [2,5].

- Aços inoxidáveis martensíticos: são ligas de Fe-Cr-C que contém entre 12% a 18% de cromo e entre 0,5% a 1% de carbono, que podem ser austenizadas se for aquecidas a uma temperatura adequada. Devido à elevada quantidade de elementos liga que são adicionados, estes aços apresentam uma elevada temperabilidade e podem apresentar uma estrutura completamente martensítica em peças de grande espessura, mesmo após um resfriamento ao ar. Sua resistência à corrosão é inferior a dos outros tipos de aços inoxidáveis, são muito resistentes a abrasão e possuem elevada dureza e resistência mecânica comparados com os outros tipos de aços inoxidáveis [2,3].

- Aços inoxidáveis duplex: são ligas que contém cerca de 18% a 30% de cromo, 1,5% a 4,5% de molibdênio e adições de elementos formadores e estabilizantes da austenita, principalmente o níquel e o nitrogênio. Dessa maneira, sua microestrutura resultante à temperatura ambiente contém partes aproximadamente iguais de ferrita e austenita. Estes aços possuem uma elevada resistência à corrosão, elevada resistência mecânica e boa soldabilidade, comparado com os outros tipos de aços inoxidáveis [2,3,5].

3.2 Aços Inoxidáveis Ferríticos

Os aços inoxidáveis ferríticos são ligas composta basicamente de ferro e cromo e podem ser considerados como o mais simples e o mais econômico dos

inoxidáveis, apresentando um menor custo quando comparados com o aço austenítico, em função da ausência ou pouca adição de níquel (Ni) [3].

O ajuste preciso da quantidade dos elementos de liga pode conferir a eles propriedades específicas que os fazem competir em termos de estampabilidade e aspectos superficiais com os austeníticos, que contém uma maior quantidade de elementos de liga adicionados. Neste caso, sua vantagem econômica fica evidente [3,4].

A figura 3.2 apresenta o diagrama de fases Fe-Cr com destaque na faixa dos aços ferríticos. Os elementos de liga possuem diferentes efeitos nas propriedades e na formação das fases α e γ . A tabela 3.1 mostra essa relação.

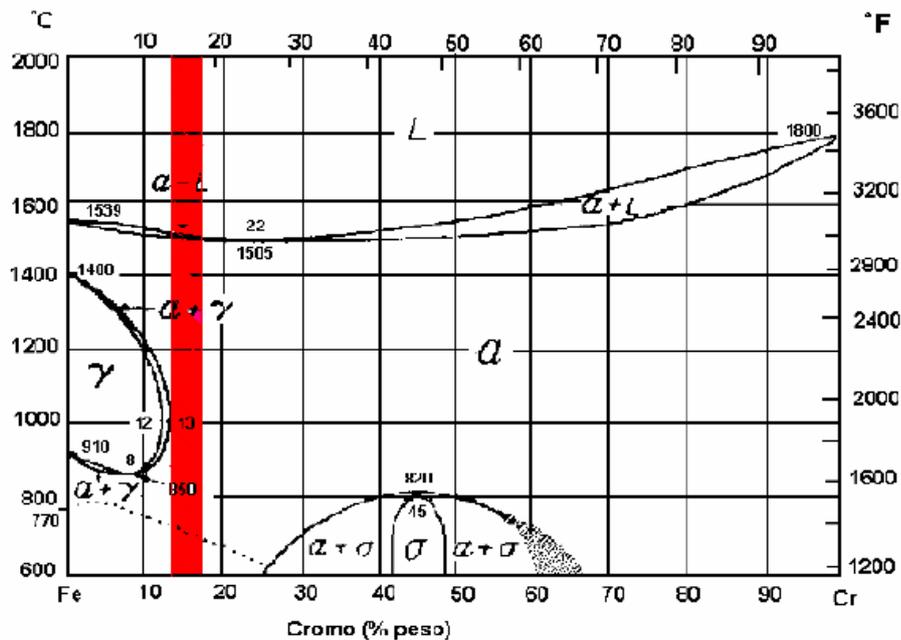


Figura 3. 2: Diagrama Fe-Cr, com destaque para o domínio dos aços inoxidáveis ferríticos [5,6].

O campo da fase γ e o campo bifásico $\gamma + \alpha$ são limitados pelo teor de cromo e pela temperatura. Para teores de cromo acima de 13%, as ligas apresentam uma estrutura completamente ferrítica (CCC), e para teores de cromo acima de 25% pode ocorrer a precipitação da fase sigma (σ), de estrutura tetragonal e comportamento frágil [3,4].

O campo bifásico (γ e α) pode ser alterado adicionando-se elementos estabilizadores da austenita, como o carbono e o nitrogênio. Esses elementos possuem baixa solubilidade na ferrita e podem se precipitar durante o aquecimento e o resfriamento, fragilizando o aço. Com o aumento dos teores desses elementos, ocorre o decréscimo da tenacidade ao impacto e o aumento da temperatura de transição dúctil - frágil. Se os teores de carbono e nitrogênio são reduzidos para valores abaixo de 0,015%, as propriedades dos aços ferríticos podem ser melhoradas consideravelmente [3,4].

Tabela 3. 1:Efeito dos elementos de liga nas propriedades dos aços inoxidáveis ferríticos. Adaptado de Rodrigues [4]

Elemento	Efeito na estrutura	Efeitos nas propriedades	
		Positivo	Negativo
Cromo	Formador da fase α e promove a precipitação da fase σ	Aumenta a resistência à corrosão	Reduz a tenacidade e aumenta a temperatura de transição dúctil-frágil
Molibdênio	Formado da fase α	Aumenta a dureza e a resistência à corrosão por pite e por fresta	Reduz a tenacidade e aumenta a temperatura de transição dúctil-frágil e a resistência ao impacto
Carbono e Nitrogênio	Forte formador da fase γ , baixa solubilidade na ferrita e precipita nos contornos de grão	Aumenta a resistência mecânica	Reduz a resistência à corrosão e ao impacto e aumenta a temperatura de transição dúctil-frágil
Níquel	Estabilizador da fase γ	Aumenta o limite de escoamento e a tenacidade. Reduz a temperatura de transição dúctil-frágil e aumenta a resistência à corrosão por pite e por fresta	Decresce a resistência à corrosão sob tensão em cloretos
Titânio e Nióbio	Formados da fase α , formam carbonetos e nitretos e refinam os grãos	Evita a formação de nitretos e carbonetos de cromo, aumentando a resistência à corrosão intergranular	Aumenta a temperatura de transição dúctil-frágil e decresce a tenacidade
Cobre	Formador da fase γ	Aumenta a resistência à corrosão e a trabalhabilidade a frio	Aumenta a susceptibilidade à corrosão sob tensão
Silício e Alumínio	Formadores da fase α	Aumenta a resistência à oxidação em altas temperaturas (Si), desoxidante (Al).	Aumenta a temperatura de transição dúctil-frágil
Manganês	Aumenta a densidade da camada de óxido	Estabiliza o enxofre	Aumenta a temperatura de transição dúctil-frágil

O cromo é um elemento alfacagêneo, isto é, reduz o campo da austenita. A presença de elementos gamagêneos, como o carbono e o nitrogênio, aumentam o campo da austenita para maiores percentuais de cromo, a figura 3.3 mostra o efeito do aumento dos teores de carbono e nitrogênio no campo da austenita [3].

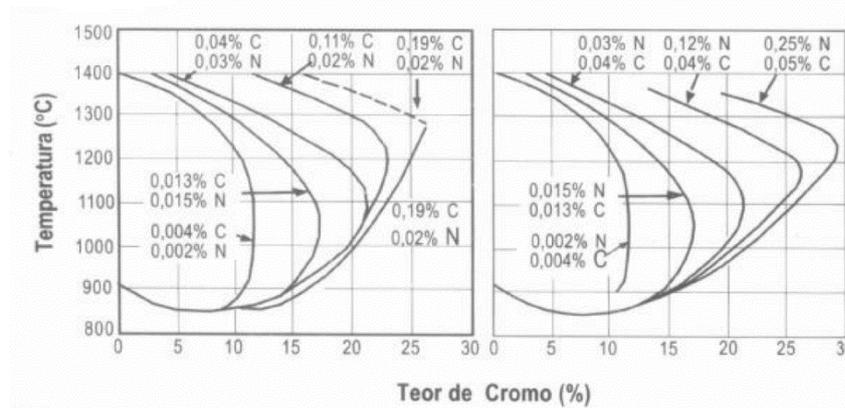


Figura 3. 3 - Efeito do teor de C e N na extensão do campo da austenita [3,4].

A baixas temperaturas, o C e o N ficam na forma de carbonetos e nitretos, que se precipitam intergranularmente ou intragranularmente. Esses precipitados se dissolvem, quando o material é aquecido acima de 1000°C, o que coincide, quando o teor de intersticiais for suficientemente elevado, com a formação de austenita. Quando o aço é resfriado os carbonetos e nitretos voltam a se formar se o teor de intersticiais for superior a 0,01%. O tamanho, quantidade, distribuição e condições de formação dos mesmos têm um importante efeito nas propriedades mecânicas e químicas destas ligas [7].

O principal problema com os aços inoxidáveis ferríticos é a sensitização que é causada pela formação de carboneto e/ou nitreto, ricos em cromo, nos contornos de grão. Formam-se assim, regiões adjacentes empobrecidas em cromo, que favorecem a corrosão intergranular. Para minimizar a corrosão pode-se reduzir o teor de carbono e nitrogênio e adicionar elementos formadores de carbonetos e nitretos, como titânio, nióbio e vanádio [3,4].

O titânio (Ti) e o nióbio (Nb) ao serem adicionados à liga, além de formarem carbonetos, são também favoráveis a formação da fase α . O Ti é altamente reativo, podendo formar Ti(N,C). O TiN é formado ainda no aço no estado líquido,

propiciando um aumento na densidade de sítios para a nucleação na recristalização da liga, favorecendo o refino de grão. O Nb em solução sólida aumenta a resistência sem perda significativa da tenacidade e da ductilidade, e possui alta afinidade com o carbono, formando preferencialmente o NbC ao invés do TiC [3,8].

3.3 O Estado Encruado

O conhecimento detalhado da microestrutura do material encruado é de fundamental importância para o entendimento dos mecanismos e fenômenos que ocorrem durante o recozimento [9]. Durante a deformação plástica ocorrem alterações na microestrutura de tal forma que a densidade e a distribuição dos defeitos cristalinos mudam, ou seja, ocorrem mudanças na forma e na orientação dos grãos e o número de subgrãos e de deslocações aumentam. A energia das deslocações, dos defeitos pontuais gerados na deformação plástica e a energia das novas interfaces associadas ao aumento da área do contorno de grão representam a energia armazenada na deformação, que é de suma importância para os processos de recuperação e recristalização [10].

A densidade e distribuição desses defeitos cristalinos dependem da estrutura cristalina, da temperatura, da quantidade e velocidade de deformação, da pureza do material e da energia de falha de empilhamento (EFE). Nos metais encruados a distribuição dos defeitos é heterogênea e as variações nas densidades desses ocorrem tanto dentro do grão quanto entre eles [9].

As heterogeneidades na rede de metais cúbicos de média a alta EFE durante a deformação plástica são normalmente as bandas de transição e bandas de cisalhamento e, para metais cúbicos com menor EFE, são as maclas de deformação. As bandas de transição são deformações heterogêneas do reticulado formadas entre partes diferentes de um mesmo grão que sofreram rotações diferentes durante a deformação, devido à utilização de diferentes sistemas de deslizamento. Sua ocorrência se dá no interior do grão e depende da orientação e do tamanho do grão inicial e da temperatura. Já as bandas de cisalhamento são concentrações de escorregamento em regiões de máxima tensão macroscópica de

cisalhamento e em planos nos quais a deformação encontra pequena resistência. Não se limitam a um determinado grão e sua ocorrência se dá em metais altamente deformados a frio e com grãos grossos [9].

Já as maclas de deformação ocorrem em materiais com poucos sistemas de deslizamentos, (o que não é caso do aço inoxidáveis ferríticos que possuem uma estrutura CCC e que apesar de não tão compactos possuem 48 sistemas de deslizamento) ou quando a deformação acontece em baixas temperaturas ou com alta taxa de deformação. Nos metais com alta EFE a maclação não predomina, e, sim, a deformação por escorregamento, já em metais de baixa EFE a energia para formar o contorno de macla é menor, facilitando sua formação [9].

Tanto as bandas de transição quanto as bandas de cisalhamento e também as maclas de deformação são importantes para o início do processo de recristalização durante o recozimento, pois tais heterogeneidades servem de locais preferenciais para a nucleação e crescimento dos grãos [11].

Para valores altos de EFE, as deslocações geradas formam contornos de células, com diferença de orientação entre estas de aproximadamente 1° . Para pequenas ou médias deformações, blocos de células de deslocações são divididos por densas paredes de deslocações ou microbandas (Fig. 3.4(a)). O aumento na quantidade de deformação tende a aumentar a diferença de orientação entre os blocos de células de deslocações. Para altas deformações, as densas paredes de deslocações e as microbandas são substituídas por contornos de alto ângulo e os grãos mudam de formato, tornando-se mais alongados na direção de deformação (Fig.3.4(b)) [3,4,9].

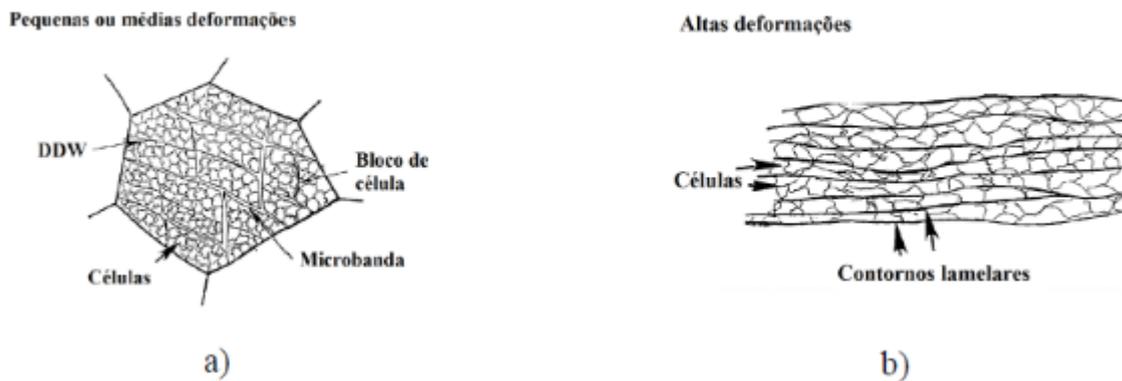


Figura 3. 4: Desenho esquemático da microestrutura do estado deformado após: a) pequenas ou médias deformações; b) altas deformações [9,12].

3.4 O Estado Recozido

O recozimento é composto pelos processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão, quando ocorre diminuição da energia armazenada na deformação pelo rearranjo e eliminação das deslocações [9].

Na etapa de recuperação ocorre a diminuição da quantidade de defeitos puntiformes, aniquilação das deslocações de sinais opostos e rearranjo das mesmas, diminuindo a energia interna do sistema, e formação de contornos de baixo ângulo. Na recuperação tem-se a restauração parcial das propriedades do material. Os aços inoxidáveis ferríticos possuem uma estrutura CCC com alta EFE e o principal mecanismo de amaciamento é a recuperação dinâmica. Ao serem deformados a quente, os aços inoxidáveis ferríticos se endurecem por deformação até que um platô de tensão seja atingido. Neste ponto, o metal deixa de se encruar no sentido de que há um balanço entre o aumento da densidade de deslocações e a sua redução na recuperação [13].

A recristalização pode ser definida como a formação e a migração dos contornos de alto ângulo que tem como força motriz a redução da energia armazenada na deformação [11]. Na recristalização ocorre absorção de deslocações e de defeitos puntiformes gerados na deformação plástica pelos contornos de alto ângulo em migração. Durante a recristalização ocorrem as etapas de nucleação e de crescimento [9].

A nucleação indica o início da recristalização e durante essa etapa as deslocações se rearranjam de modo a formar regiões livres de defeitos associadas a um contorno de alto ângulo com alta mobilidade e capaz de migrar rapidamente sobre a matriz encruada ou recuperada. Os núcleos que originarão os novos grãos recristalizados não são formados no recozimento e sim durante a conformação do metal (deformação plástica). As subestruturas de deformação com altas diferenças de orientação locais podem constituir núcleos pré-formados, e as heterogeneidades de deformação são locais propícios para conter esses pré-núcleos para o início da recristalização [9].

Após o fim da recristalização ocorre o crescimento de grão, a fim de abaixar ainda mais a energia interna do sistema diminuindo o número de contornos por volume. O crescimento de grão ocorre pela migração e crescimento dos contornos sobre a matriz recristalizada livre de defeitos [9].

Para um aço inoxidável do tipo 430 estabilizado com Nb com 85% de redução a frio, por exemplo, a 850°C a microestrutura se encontrará completamente recristalizada e constituída de grãos equiaxiais. O aumento da temperatura de recozimento proporciona o aumento no tamanho do grão recristalizado [14].

3.5 Cinética de Recristalização

A cinética de recristalização pode ser descrita de modo bem simplificado pela variação da fração volumétrica recristalizada (X_v) em função do tempo, geralmente em condições isotérmicas. Existem diversas técnicas para a determinação da X_v , dentre elas destacam-se as medidas diretas por metalografia quantitativa [15], a distribuição do índice de qualidade em mapeamentos de EBSD [16] e a medida indireta de microdureza, gerando o parâmetro fração amaciada [17].

Pettigand e colaboradores em 2004 [17] estudaram a cinética de recristalização de diferentes tipos de aços *Interstitial Free* (IF) e observaram que havia uma grande correlação entre o amaciamento e a recristalização do material durante o recozimento. Foi então determinada a fração volumétrica recristalizada a partir dos

valores experimentais de dureza do material recristalizado e da matriz deformada, utilizando a equação 3.1.

$$A = \frac{HVe - HVx}{HVe - HVr} \quad (3.1)$$

Onde:

HVe = dureza do material encruado;

HVr = dureza do material recristalizado;

HVx = dureza da amostra em questão.

A recristalização, tal como várias transformações de fases, tem sido tratada formalmente como um processo de nucleação e crescimento há mais de 50 anos. Nessa abordagem, as grandezas fundamentais são taxa de nucleação \dot{N} (número de núcleos formados por unidade de volume por unidade de tempo) e velocidade de crescimento do núcleo recristalizado, \bar{G} (derivada do espaço que a interface percorre na direção normal a ela mesma em relação ao tempo). A partir dessas grandezas, e utilizando algumas considerações, é possível o cálculo da fração recristalizada pela equação 3.2 [9,18].

$$X_v = 1 - \exp\left(-\frac{\pi}{3} \cdot \bar{G}^3 \cdot \dot{N} \cdot t^4\right) \quad (3.2)$$

A equação 3.2 geralmente é apresentada na forma da equação 3.3, onde B e n são constantes.

$$X_v = 1 - \exp(-B \cdot t^n) \quad (3.3)$$

A equação 3.3 é apropriada quando a nucleação é aleatória e o crescimento de grão é isotrópico. A constante B depende do material e da temperatura de recozimento, e a constante n depende do tipo de nucleação e das dimensões do grão [19].

O modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) foi o pioneiro na tentativa de descrever matematicamente a cinética de recristalização em metais deformados. Esse modelo também considera as grandezas \dot{N} e \bar{G} e que a formação

dos núcleos esféricos se dá em condições isotrópicas. A equação 3.3 também é conhecida como equação JMAK e a constante n como expoente de Avrami. Nesse modelo considera-se que o grão cresce igualmente nas três direções, com taxas de nucleação e de crescimento são constantes, e que não existe restrição ao crescimento pela interação ou contato com outros grãos [20].

Tais equações descrevem uma curva do tipo sigmoide com os eixos fração recristalizada versus tempo, como mostrado na figura 3.5.

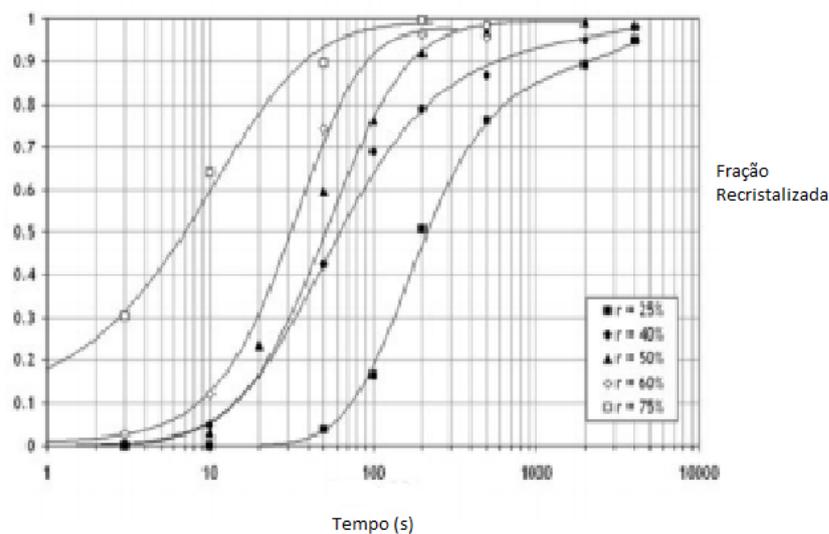


Figura 3. 5: Cinética de recristalização de amostras de aço inoxidável ferrítico estabilizado com Ti deformadas a frio com diferentes graus de redução (r) e recozidas isotermicamente a 750°C [21].

De acordo com Sinclair *et al.* [21], um problema comum entre os aços carbono e os aços inoxidáveis ferríticos é que a taxa de recristalização diminui quando ainda falta cerca de 5% a 10% para a sua finalização. Várias teorias foram elaboradas com o objetivo de explicar esse fenômeno. Essa diminuição da taxa de recristalização pode ser explicada pela heterogeneidade da microestrutura encruada e também devido à baixa energia armazenada e à recuperação rápida dos grãos deformados de orientação preferencial.

Sellars e Rossi em 1996 [15] deduziram as equações da fração volumétrica recristalizada X_{vex} (Eq.3.4), da área interfacial por unidade de volume S_{vex} (Eq. 3.5).

$$X_{\text{vex}} = \ln(1/(1-X_v)) \quad (3.4)$$

$$S_{vex} = S_v/(1-X_v) \quad (3.5)$$

X_v é a fração volumétrica recristalizada em função do tempo (Eq 3.3) e S_v é a área interfacial entre as zonas recristalizadas e deformadas por unidade de volume dada por $S_v = 2/D$, onde D é a média do diâmetro dos grãos recristalizados [19].

De acordo com os resultados experimentais propostos por Sellars e Rossi em 1996 [15,19] as expressões 3.4 e 3.5 podem ser redefinidas para expressões do tipo:

$$X_{vex} = B \cdot t^k \quad (3.6)$$

$$S_{vex} = C \cdot t^m \quad (3.7)$$

As equações 3.6 e 3.7 podem ser linearizadas a fim de se obter os parâmetros B e C (interceptos da reta no eixo das abcissas) e k e m (coeficientes angulares das retas) para posterior cálculo da taxa de nucleação e crescimento dos grãos [15,19].

De acordo com Sellars e Rossi [15], a taxa de nucleação para cada tempo de recozimento em relação à área e ao volume é avaliada a partir das equações 3.8 a 3.10.

$$\dot{N}(t) = \frac{4C}{K_s \cdot P^2} \cdot \left[\frac{\Gamma(m+1)}{(\Gamma(2k-2m+1) \cdot \Gamma(3m-2k))} \right] \cdot t^{3m-2k-1} \quad (3.8)$$

$$\dot{N}(t) = \frac{8B}{K_v \cdot P^3} \cdot \left[\frac{\Gamma(k+1)}{(\Gamma(3k-3m+1) \cdot \Gamma(3m-2k))} \right] \cdot t^{3m-2k-1} \quad (3.9)$$

$$P \cong \frac{2 \cdot B}{C} \cdot \left(\frac{k}{k-m} \right) \quad (3.10)$$

Nessas equações K_v e K_s são fatores geométricos e Γ é a função Gama. Os valores das equações 3.8 e 3.9 são para grãos recristalizados aparentes, a equação 3.10 fornece a taxa real de nucleação em função do tempo de recozimento somente para os grãos deformados [15,19].

$$\dot{N}(t)_{real} = \dot{N}(t) \cdot (1-X_v) \quad (3.11)$$

A curva obtida através das equações 3.8 e 3.9 da taxa de nucleação e da fração recristalizada em função do tempo de recozimento de uma liga de Al-1Mg

deformada a 60% com uma taxa de deformação constante de 2.5 s^{-1} seguida de um recozimento a 400°C sob deformação compressiva é mostrada na figura 3.6 ^[15].

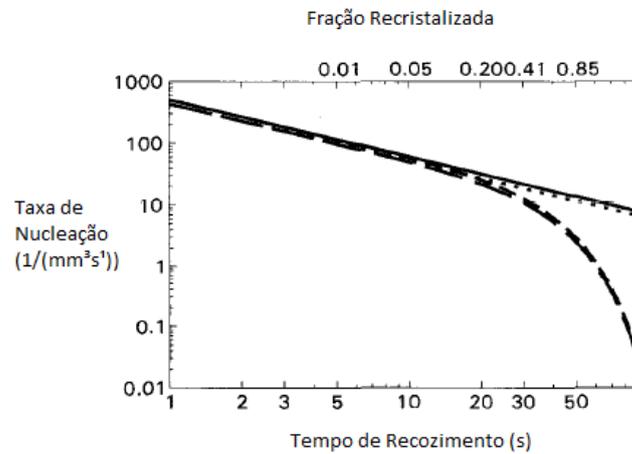


Figura 3. 6: Curva da taxa de nucleação e da fração recristalizada em função do tempo de recozimento de uma amostra de Al-1Mg deformada a 60% e submetida a recozimento de 400°C sob condições de deformação compressiva ^[15].

A taxa de crescimento do grão \bar{G} é calculada pela equação 3.12.

$$\bar{G} = \frac{B}{C} \cdot k \cdot t^{k-m-1} \quad (3.12)$$

Uma forma de comparar os dados medidos experimentalmente com os calculados pelo modelo JMAK é por meio da construção do gráfico de $\ln[\ln(1/(1-X_v))]$ em função de $\ln t$. Com a linearização da função, a inclinação da reta obtida é igual ao expoente de Avrami, n , conforme ilustrado na figura 3.7 ^[20].

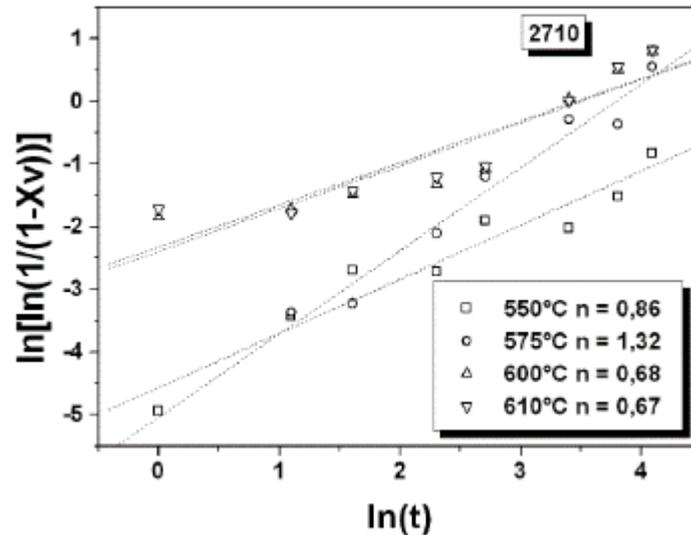


Figura 3. 7: Gráfico JMAK para o aço CSN 2710 com redução a frio de 90% recozido nas temperaturas indicadas [22].

Em algumas situações, os valores de n variam entre 1 até 4. Poucos dados experimentais mostram concordância total com o modelo cinético proposto por JMAK para saturação de sítios numa configuração tridimensional [23]. Estes desvios podem ser explicados pela heterogeneidade da microestrutura que levam a uma distribuição heterogênea de sítios de nucleação e de energia armazenada e à diminuição da taxa de crescimento com o tempo [20].

3.6 Textura de Recristalização dos Metais

Os metais policristalinos são constituídos de pequenos cristais, denominados grãos, os quais são separados uns dos outros por fronteiras denominadas contornos de grão. Cada grão em um agregado policristalino tem orientação cristalográfica diferente de seus vizinhos. As propriedades do material dependem da forma, do tamanho e da orientação dos grãos [24,25].

A recristalização pode gerar uma orientação cristalográfica preferencial diferente ou não daquela gerada pela deformação plástica, da mesma forma que também pode gerar ausência de textura. A textura cristalográfica é o termo utilizado quando a recristalização gera orientação preferencial [9]. A figura 3.8 mostra um desenho esquemático de um policristal com (a) presença e (b) ausência de textura

crystallográfica. As orientações dos cristais são dadas em relação aos eixos correspondentes à direção de laminação (DL), direção transversal (DT) e direção normal (DN) à chapa [25].

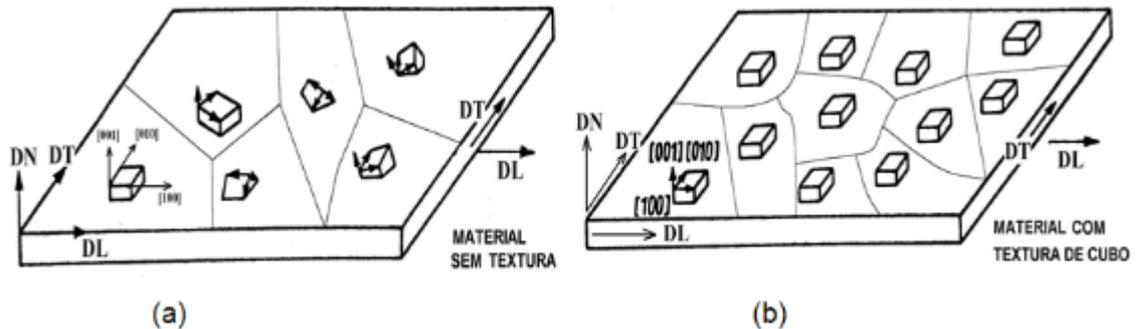


Figura 3. 8. Material com cristais (a) com orientação aleatória e (b) com textura cristalográfica [25].

A textura é representada por componentes. Uma componente é representada por uma orientação cristalina ideal próxima da qual as orientações de um certa quantidade de grãos se agrupam. Considerando uma chapa laminada, 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). Isto fixa a posição do cristal em relação aos eixos DL, DT e DN da chapa [25].

Há vários métodos de representar a textura de um metal ou liga. Recentemente, o uso do EBSD (*Electron Backscatter Diffraction*) associado à microscopia eletrônica de varredura (MEV) permitiu a determinação da orientação individual de cada grão, de modo rápido. A quantidade de grãos com cada orientação do material em análise é, assim, obtida diretamente e automaticamente [25].

A representação quantitativa da textura é realizada através da Função de Distribuição de Orientações Cristalinas (FDOC), que expressa a frequência de ocorrência de determinadas orientações $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ em uma amostra de material. A orientação de um cristal é definida por três ângulos de Euler, ψ , θ , ϕ , os quais constituem três rotações consecutivas que, aplicadas aos eixos [100], [010] e [001] da célula cristalina, torna-a coincidente com os eixos DL, DT e DN da chapa. A

notação mais usada para os ângulos de Euler foi proposta por Bunge, utilizando os ângulos φ_1 , ϕ , φ_2 (Fig. 3.9) [12,23].

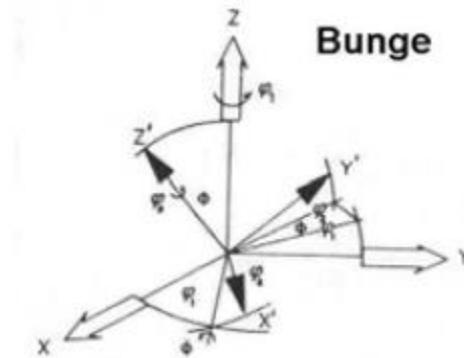


Figura 3. 9: Definição dos ângulos de Euler conforme notação de Bunge ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$) [25].

A FDOC é representada em seções para valores de φ_2 constantes escolhidos com a notação de Bunge como pode ser visto nos mapas de orientação (Fig. 3.10). Nos mapas, os planos são representados por linhas retas e as direções por pontos sobre as linhas. Os planos e direções mais prováveis da amostra são determinados por comparação das seções da FDOC para φ_2 constante com os mapas de orientação [25].

Em particular, a seção de $\varphi_2 = 45^\circ$ concentra as orientações principais que aparecem nos materiais do sistema cúbico. A figura 3.11 (a) mostra regiões chamadas “fibras” que são regiões nos mapas representativos da textura cristalográfica. A fibra DL é formada pelas orientações do tipo $(hkl)[110]$, ou seja, têm a direção $[110]$ paralela à direção DL. A fibra DN contém as orientações $(111)[uvw]$, ou seja, aquelas com o plano (111) paralelo ao plano da chapa. Na figura 3.11 (b), observa-se os nomes usados para algumas das principais orientações observadas nos materiais cúbicos [25].

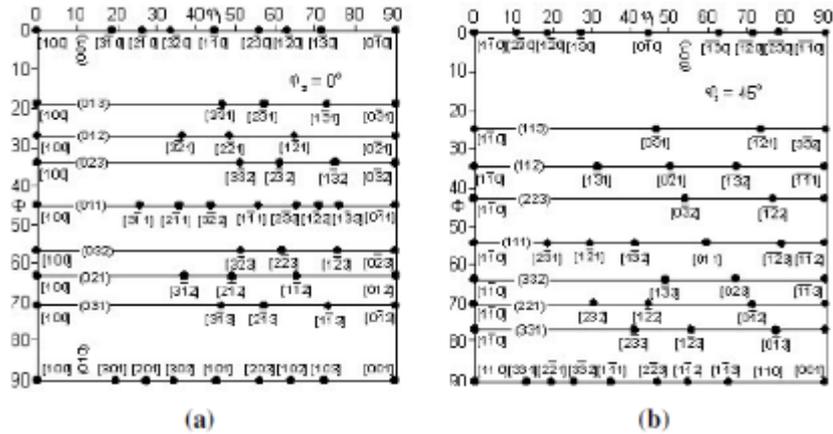


Figura 3. 10: Mapas de orientações conforme as notações de Bunge para a interpretação da FDOC, para as seções (a) $\phi_2= 0^\circ$ e (b) $\phi_2= 45^\circ$ [25].

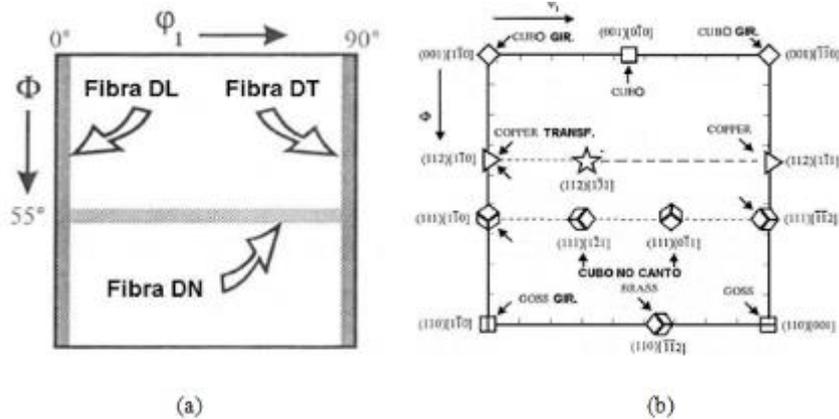


Figura 3. 11: (a) Seção $\phi_2 = 45^\circ$ com as fibras clássicas do sistema cúbico. (b) Seção de $\phi_2= 45^\circ$ mostrando os nomes de orientações clássicas do sistema cúbico [25].

3.7 Texturas dos Aços Inoxidáveis Ferríticos

3.7.1 Textura de Laminação a Quente

As texturas de laminação a quente de aços inoxidáveis ferríticos (Fe-16%Cr e Fe-3%Si) apresentam uma heterogeneidade do centro para a superfície, com a predominância da fibra α e γ no centro, e na superfície, as componentes $\{001\}\langle 110\rangle$ e $\{112\}\langle 111\rangle$. Da mesma forma, a microestrutura é também heterogênea através da espessura, cujo centro apresenta grãos alongados e altamente deformados, enquanto que a superfície apresenta grãos recristalizados e equiaxiais [26,27].

De acordo com os estudos de Raabe (1996) e Humphreys (204) os aços com 11% e 17% de cromo microligados ao nióbio também apresentam, na superfície a componente Goss $\{011\}\langle 100\rangle$ mais intensa e, no centro, uma forte tendência para a fibra α . Em ambas as camadas do aço com 17%Cr, revela-se uma textura bem acentuada ^[13]. Em uma análise do aço inoxidável ferrítico com 11%Cr e 0,32%Nb verificou-se que além da forte intensidade da fibra α na camada central há ainda uma fraca intensidade da fibra γ nesta região. Na superfície há uma forte componente $\{011\}\langle 100\rangle$ e uma fraca intensidade da fibra α ^[28,29].

3.7.2 Textura de Laminação a Frio

As texturas de laminação a frio dos materiais CCC se caracterizam por apresentarem suas orientações principais localizadas em duas fibras parciais: $\{hkl\}\langle 110\rangle$ e $\{111\}\langle uvw\rangle$. A orientação $\{001\}\langle 110\rangle$ é característica da laminação a frio de aços ferríticos e tende a ser consumida durante a recristalização ^[30].

Raabe *et al.*, 1993 e em 1996 ^[30,31] estudaram os aços inoxidáveis ferríticos e verificaram que após 90% de deformação a textura desses aços com 17%Cr e microligados ao nióbio torna-se muito parecidas tanto no centro quanto na superfície e que os aços com nióbio e titânio apresentaram o mesmo comportamento durante a laminação a frio, com a fibra α sendo a componente mais forte no centro e menos acentuada na superfície. Foi observado também que a presença do Nb e do Ti não muda a textura de laminação a frio e que o cromo interfere na localização da fibra $\{112\}\langle 110\rangle$.

Em estudos do aço inoxidável ferrítico com 16%Cr e 0,37%Nb verificou-se em sua textura a presença da fibra γ , com alta intensidade das direções $\langle 121\rangle$, $\langle 231\rangle$ e $\langle 110\rangle$. Também foi observada a fibra α , com forte intensidade das componentes em $\{112\}$ e $\{223\}$ e, em menores intensidades, as componentes $\{001\}$ nas direções $\langle 110\rangle$ e $\langle 120\rangle$ ^[32].

Normalmente, a adição de Nb e Ti leva a um enfraquecimento da componente $\{011\}\langle 110\rangle$ (cubo girado) nas texturas de laminação a frio. Em amostras com Nb e

Ti em condições em que ambos estejam precipitados, a textura $\{111\}\langle 112\rangle$ torna-se máxima substituindo a textura $\{001\}\langle 110\rangle$ [13].

3.7.3 Textura de Recristalização

A textura de recristalização dos aços inoxidáveis ferríticos apresenta tipicamente as componentes pertencentes às fibras α e γ [33]. A figura 3.12 mostra a representação no espaço de Euler reduzido dessas fibras e a tabela 3.2 apresenta as características das mesmas para metais e ligas CCC.

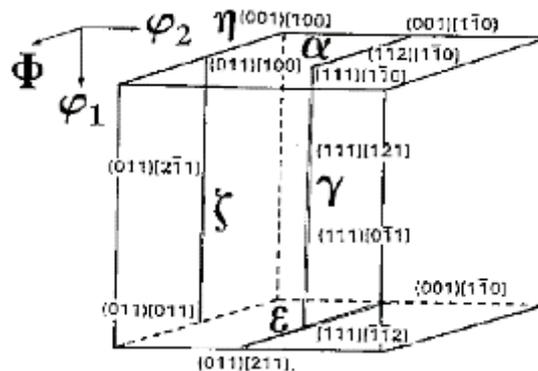


Figura 3. 12: Representação das fibras no espaço de Euler reduzido [31].

As texturas de recozimento dependem da microestrutura e da textura inicial de laminação a quente e a frio. A textura de recristalização do aço inoxidável ferrítico com 11% de cromo e com 80% de deformação a frio foi estudada por Raabe em 1996 [28] e verificou-se que esta apresentou uma degradação da componente α e um aumento da intensidade da fibra γ . Na camada central a fibra α foi parcialmente removida devido à recuperação.

Para os aços inoxidáveis ferríticos estabilizados com nióbio, após a laminação a frio com 50% a 70%, ocorre um aumento da intensidade da componente Goss. A formação de carbonitretos de Nb na matriz ferrítica com tamanho médio de $1\ \mu\text{m}$ e finamente dispersos levam ao surgimento da componente $\{557\}\langle 583\rangle$, ao invés da componente $\{111\}\langle 112\rangle$, pertencente à fibra γ . Apenas o aço inoxidável ferrítico com 11% de cromo e 0,21% de Ti apresentou essa nucleação clássica da fibra γ [31].

Tabela 3. 2: Fibras para os metais e ligas CCC - Adaptado de Rodrigues [4]

Fibra	Eixo da fibra	Componentes
A	$\langle 001 \rangle$ DL	$\{001\}\langle 110 \rangle$, $\{112\}\langle 110 \rangle$, $\{111\}\langle 110 \rangle$
γ	$\langle 111 \rangle$ DN	$\{111\}\langle 110 \rangle$, $\{111\}\langle 112 \rangle$
η	$\langle 001 \rangle$ DL	$\{001\}\langle 100 \rangle$, $\{011\}\langle 100 \rangle$
ε	$\langle 110 \rangle$ DT	$\{001\}\langle 110 \rangle$, $\{112\}\langle 111 \rangle$, $\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8 \rangle$, $\{111\}\langle 112 \rangle$, $\{11\ 11\ 8\}\langle 4\ 4\ 11 \rangle$, $\{011\}\langle 100 \rangle$
ζ	$\langle 110 \rangle$ DN	$\{110\}\langle 112 \rangle$, $\{110\}\langle 110 \rangle$

Raabe e Lucke [31] observaram após o recozimento, em amostras do aço inoxidável ferrítico deformados com 70% de redução, que existe a influência direta da presença de carbonitreto finos e estáveis dispersos na matriz na textura de recristalização, pois essas partículas retardam a recristalização atuando como barreira para a movimentação dos contornos.

O controle da textura de recristalização nos aços inoxidáveis ferríticos pode ser realizado diminuindo o teor de carbono e nitrogênio em solução sólida, adicionando elementos de liga estabilizantes como Nb e Ti, aumentando a quantidade dos grãos equiaxiais na solidificação, refinando a microestrutura, aumentando a fibra γ nos aços laminados a quente e recozidos, controlando o tamanho de grão no aço laminado a frio e recozido, e otimizando a velocidade de redução a frio [8,33].

4. METODOLOGIA

O presente trabalho apresentará duas séries de amostras como fornecidas, sendo a primeira laminada a quente e não recozida e a segunda laminada a quente e recozida. Essas séries de amostras serão, a partir de agora, designadas por LQNR e LQR, respectivamente. Foram utilizadas tiras com 4,5 mm (amostras LQNR) e 4,3 mm (amostras LQR) de espessura de aço inoxidável ferrítico tipo 430, estabilizado com Nb, cedida pela empresa Aperam South America SA, com a seguinte composição química: 0,02% C, 0,20% Mn, 0,03% P, 0,32% Nb, 16,07% Cr, 0,18% Ni, 0,002% Al, 0,004% Ti, 0,0005% S e 0,024% N. A laminação a quente foi realizada na empresa em um laminador tipo Steckel em temperaturas entre 800°C a 1000°C. Após a laminação a quente uma série de amostras foi recozida em temperaturas em torno de 1030°C a 1050°C.

4.1 Laminação a frio

As amostras retiradas da tira laminada a quente e da tira laminada a quente e recozida foram laminadas a frio com uma redução de 77,8% e 76,7% da espessura, respectivamente, em um laminador de laboratório marca Fröhling de 40 t de capacidade, com cilindros de diâmetro de 200 mm e comprimento de 300 mm, instrumentado com células de cargas de compressão e interface A/D instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG. Tiras foram retiradas com 1,0 cm de largura e 1 mm de espessura para os recozimentos isotérmicos, variando-se o tempo, em um forno tipo mufla, usando as temperaturas de 650°C, 700°C, 750°C e 800°C.

A laminação a frio das amostras LQNR realizada no laboratório foi composta por 14 passes e das amostras LQR foi composta de 12 passes, com redução em torno de 10% cada um até atingir a espessura desejada de 1 mm. As tabelas 4.1 e 4.2 contém as espessuras inicial (h_i), final (h_f) e real medida (h_r) de cada passe

realizado nas amostras LQNR e LQR, respectivamente. Para os cálculos de h_f utilizou-se da equação 4.1.

$$h_f = h_i / e^{0,1} \quad (4.1)$$

Em que o valor 0,1 corresponde a 10% de deformação em cada passe.

Tabela 4. 1: Espessuras dos passes da laminação a frio das amostras do aço inox ferrítico tipo 430 com Nb não recozido

PASSE	h_i (mm)	ϵ	h_f (mm)	h_r (mm)	Abertura	ϵ real
1	4,7	10%	4,2	4,5	3,9	8,90%
2	4,3	10%	3,9	4,1	3,5	4,70%
3	4,1	10%	3,7	3,8	3,1	7,50%
4	3,8	10%	3,4	3,5	2,7	8,22%
5	3,5	10%	3,2	3,2	2,4	8,96%
6	3,2	10%	2,9	2,9	2	9,84%
7	2,9	10%	2,6	2,5	1,6	14,84%
8	2,5	10%	2,3	2,2	1,3	12,70%
9	2,2	10%	2	2	1	9,53%
10	2	10%	1,8	1,7	0,8	16,20%
11	1,7	10%	1,5	1,5	0,5	13,00%
12	1,5	10%	1,3	1,3	0,3	14,30%
13	1,3	10%	1,2	1,1	0,1	16,70%
14	1,1	10%	1	1	0	9,53%

Tabela 4. 2: Espessuras dos passes da laminação a frio das amostras do aço inox ferrítico tipo 430 com Nb recozido

PASSE	h_i (mm)	ϵ	h_f (mm)	h_r (mm)	Abertura	ϵ real
1	4,4	10%	3,9	4,3	3,6	18,60%
2	4	10%	3,6	3,5	2,8	13,10%
3	3,5	10%	3,2	3,1	2,3	10,60%
4	3,1	10%	2,8	2,8	1,9	12,10%
5	2,8	10%	2,5	2,5	1,6	10,50%
6	2,5	10%	2,2	2,2	1,3	12,60%
7	2,2	10%	1,9	1,9	1,1	10,70%
8	1,9	10%	1,7	1,7	0,9	10,90%
9	1,7	10%	1,6	1,5	0,7	11,10%
10	1,5	10%	1,4	1,4	0,5	10,50%
11	1,4	10%	1,2	1,2	0,4	11,00%
12	1,2	10%	1	1	0	16,50%

4.2 Perfil Térmico

A figura 4.1 mostra o perfil térmico obtido através do aquecimento das amostras até as temperaturas de 600°C, 680°C, 700°C e 800°C no forno tipo mufla no Laboratório de Tratamentos Térmicos do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG e com a utilização de um termopar tipo K (Cromel–Alumel) e os softwares ThermoMeter e Origin™.

As taxas de aquecimento das amostras permitem o cálculo do tempo necessário para a amostra atingir a temperatura necessária para o tratamento térmico requerido.

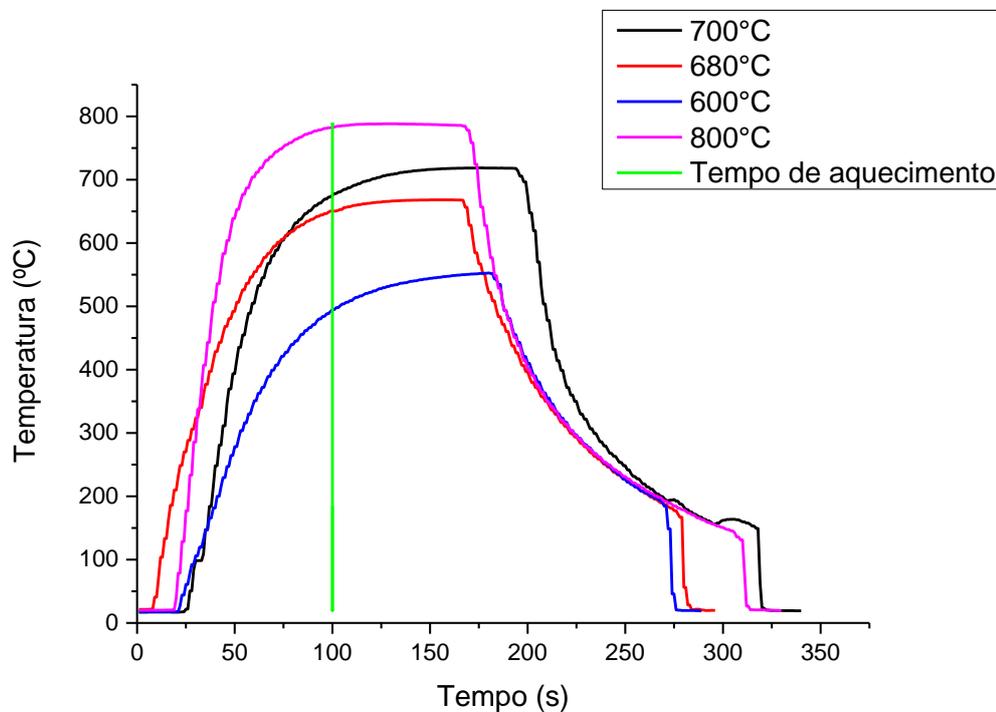


Figura 4. 1: Perfil térmico das amostras do aço inoxidável tipo 430 com Nb LQNR. Aquecimento a 600°C, 680°C, 700°C e 800°C.

Os tempos em que as amostras permaneceram no forno foram calculados como sendo o tempo que a amostra leva para aquecer (tempo de aquecimento) somado do tempo do recozimento em si (tempo de encharque). Neste caso, o tempo de aquecimento obtido foi de 100 s (Fig. 4.1).

4.3 Recozimento

As figuras 4.2 e 4.3 são fluxogramas correspondentes aos recozimentos realizados nas amostras LQNR e LQR, respectivamente.

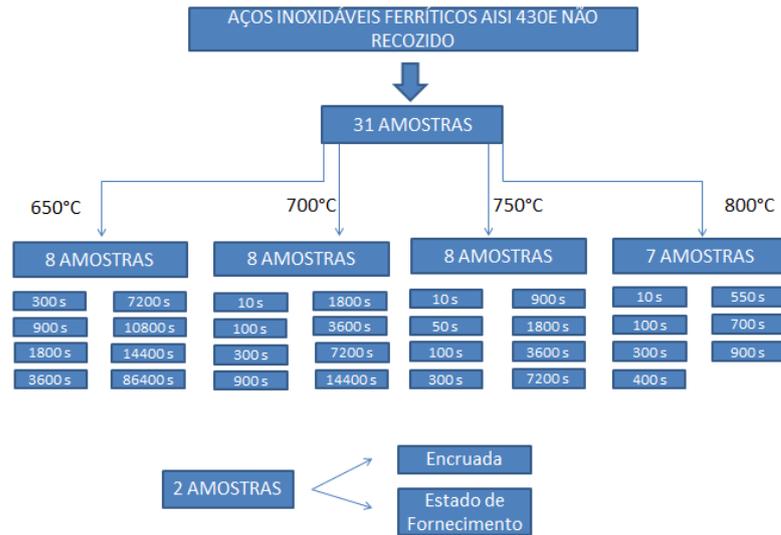


Figura 4. 2: Fluxograma das amostras LQNR e seus respectivos tratamentos térmicos.



Figura 4. 3: Fluxograma das amostras LQR e seus respectivos tratamentos térmicos.

A seguir, as amostras foram resfriadas ao ar natural até a temperatura ambiente para verificar a evolução da recristalização com o recozimento e para obtenção da temperatura de recristalização deste aço. Também foram analisadas neste trabalho as amostras como fornecidas e deformadas a frio das duas séries (LQNR e LQR), com a totalidade de 65 amostras analisadas.

4.4 Caracterização Microestrutural

As amostras foram cortadas e embutidas, objetivando a análise da seção longitudinal, lixadas, polidas e atacadas com reativo de Vilella (95 mL de álcool etílico PA, 1 g de ácido pícrico e 3 mL de HCl) com o tempo de imersão de 90 s. As etapas de preparação das amostras foram realizadas com os equipamentos do Laboratório de Metalografia do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG. As micrografias foram obtidas no microscópio óptico (MO) e no microscópio eletrônico de varredura (MEV).

A caracterização da microtextura foi feita segundo procedimento próprio para exames por difratometria de elétrons retroespalhados (EBSD). Este envolve a preparação metalográfica convencional (lixamento e polimento) utilizada nas amostras preparadas para a microscopia óptica, mais a etapa de polimento final com sílica coloidal em tempos longos de 1 a 2 h na politriz automática. Este polimento foi realizado com pano Op-Chem da Struers e placa de vidro utilizando-se uma solução contendo 30 mL de sílica coloidal e 5 mL de lubrificante metalográfico DP Azul da Struers. O tempo e condições de polimento foram otimizados.

4.5 Microdureza Vickers e Cinética de Amaciamento

A medição de microdureza Vickers foi feita com carga de 2,29 N (300 gf) utilizando um microdurômetro da marca Future Tec FM 700 e tempo de penetração de 10 s.

As medições foram realizadas de forma aleatória na seção longitudinal da amostra. Foram feitas 20 medições em cada amostra de forma a obter uma média da dureza ao longo da mesma. As curvas de amaciamento foram construídas

mediante o valor médio das microdurezas e a temperatura de recozimento para um tempo fixo de 900 s. Também foram construídas as curvas de amaciamento mediante o valor médio da microdureza e do tempo de encharque em cada temperatura (650°C, 700°, 750°C e 800°C).

4.6 Cinética de Recristalização

Foram utilizadas duas técnicas distintas para medição da fração recristalizada. Para efeito de comparação, a primeira via fração amaciada e a segunda via metalografia quantitativa.

4.6.1 Via Fração Amaciada

De forma indireta, após a medição dos valores médios de microdureza, foram construídas as curvas de amaciamento em função do tempo de recozimento, em escala logarítmica, para cada condição de temperatura, assim como também para as amostras como fornecidas e encruadas (após laminação a frio com redução de 80%).

Conforme mencionado anteriormente, admite-se que a fração amaciada pode ser dada como a fração volumétrica recristalizada ^[17], e a fração recristalizada via fração amaciada foi calculada de acordo com a equação 3.1.

4.6.2 Via Metalografia Quantitativa

De forma direta, foi utilizada a Norma ASTM E:562-08 ^[34] para determinação de Xv por contagem de pontos via microscopia óptica. Utilizou-se um microscópio óptico acoplado a uma câmera e um monitor de computador, de forma a possibilitar o movimento da amostra no microscópio e a obtenção de várias imagens das diversas regiões das mesmas na câmera sem a necessidade de fotografá-las, facilitando as medições. Utilizando o programa Image-Pro Plus, foi possível o

registro e a análise de imagens a várias ampliações. Utilizou-se ampliações variáveis de acordo com o conforto para a contagem de pontos. As frações volumétricas foram determinadas por meio de grades quadradas com diferentes quantidades de pontos (16, 25, 49 ou 100). Cada amostra foi analisada com uma malha apropriada de acordo com a norma ASTM.

O cálculo de expoente de Avrami, n , foi realizado pela metodologia de JMAK, i.e., pela linearização de X_v em função do tempo, $\ln[\ln(1/1-X_v)]$ versus $\ln t$. O coeficiente angular da reta obtida fornece o valor de n , assim como o parâmetro B , pelo intercepto da mesma com o eixo da ordenada. Realizou-se o mesmo cálculo via o método fração amaciada a fim de se comparar os parâmetros da cinética com o via metalografia quantitativa.

4.6.3 Via Processamento e Análise de Imagens

As imagens "IQ" (Image Quality – Imagens da microestrutura obtida pelo programa através da indexação de pontos obtida enquanto a amostra é processada no MEV) obtidas pelo programa OIM foram processadas e analisadas pelo programa Image-Pro Plus. Utilizou-se as imagens IQ das duas séries de amostras recozidas por 900 s nas temperaturas de 650°C, 700°C, 750°C e 800°C para analisar a evolução do processo de recristalização através da coloração das mesmas. A porcentagem recristalizada foi obtida pela diferença de resolução na imagem colorida, ou seja, a diferença na quantidade de pixels.

4.7 Textura Cristalográfica

A microtextura foi calculada via EBSD nas amostras como fornecidas, encruadas (laminadas a frio) e recozidas a 650°C, 700°C, 750°C e 800°C. Nas amostras recozidas a microtextura foi avaliada no início, meio e fim da recristalização de cada temperatura, o que corresponde aos tempos indicados na tabela 4.3.

Tabela 4. 3: Amostras utilizadas para análise da microtextura com os tempos de início, meio e fim de recristalização

Temperatura / Condição	650°C	700°C	750°C
Início	900 s	10 s	10 s
Meio	14400 s	900 s	50 s
Final	86400 s	14400 s	900 s

Na etapa de microscopia eletrônica de varredura e análise por EBSD, com objetivo de se obter a microtextura foi utilizado software OIM versão 6.1 da TSL/EDAX, fabricante do difratômetro EBSD acoplado ao MEV instalado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Microscopia Óptica

5.1.1 Amostras como fornecidas

A figura 5.1 mostra a microestrutura do aço inoxidável AISI430E como fornecido, à esquerda (letra A) da amostra LQNR e à direita (letra B) da amostra LQR. Observa-se que a microestrutura se encontra parcialmente recristalizada com grãos mais grossos. Os grãos se encontram sutilmente alongados na direção de laminação e é possível notar a presença de precipitados em toda a matriz, tanto dentro quanto no contorno dos grãos. A amostra em estado de fornecimento LQR apresenta uma estrutura mais refinada e homogênea do que as amostras LQNR, devido ao tratamento térmico de recozimento ao qual ela foi submetida.

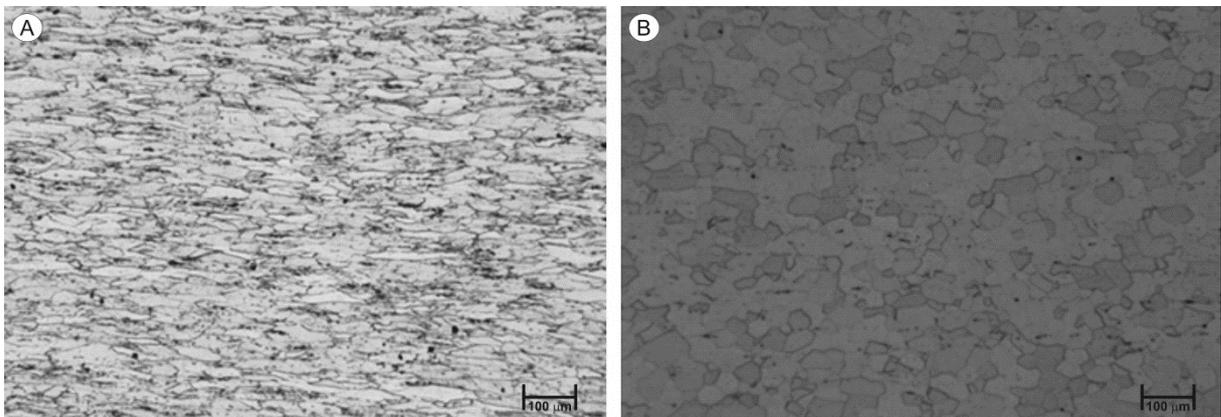


Figura 5. 1: (a) Micrografias da amostra como fornecida LQNR. (b) como fornecida LQR. Ataque reativo Vilella.

5.1.2 Amostras laminadas a frio

A figura 5.2 apresenta as microestruturas das duas séries de amostras: letra A para LQNR e letra B para LQR laminadas a frio com redução de 80% na espessura. Os grãos, em ambos os casos, se apresentam altamente deformados e alongados na direção de laminação. É possível também observar a distribuição dos precipitados em toda matriz.

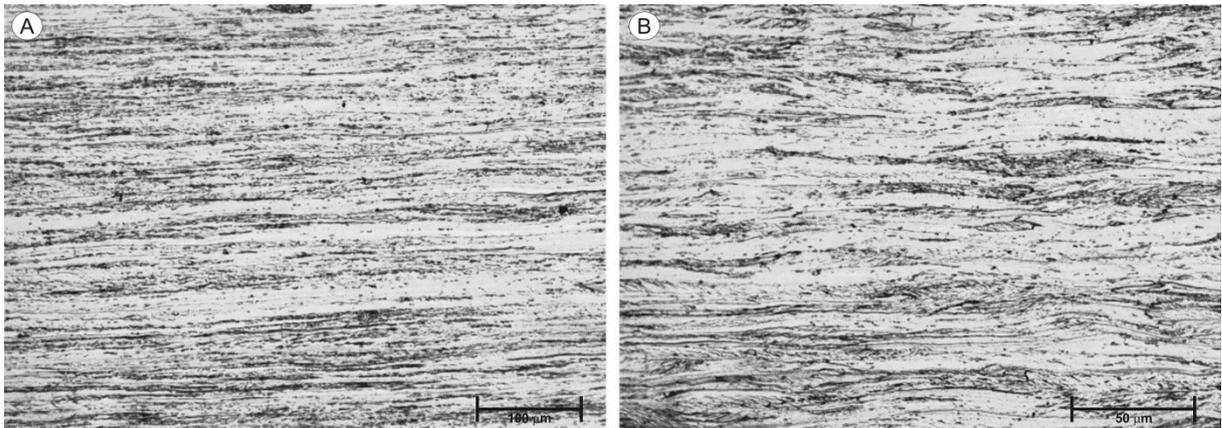


Figura 5. 2: (a) Micrografias das amostras encruadas com redução de 80%. (a) LQNR e (b) LQR. Ataque com reativo de Vilella.

5.1.3 Amostras laminadas a quente e não recozidas (LQNR)

A figura 5.3 ilustra a evolução da microestrutura das amostras LQNR com o tempo de recozimento nas temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C. As microestruturas das amostras estão representadas por letras (de A a I) e suas temperaturas e seus tempos de recozimento são designados na tabela 5.1.

Tabela 5. 1: Designações das micrografias das amostras LQNR e seus tratamentos térmicos

Aço Inoxidável tipo 430 com Nb não recozido		
Amostras	Temperatura (°C)	Tempo (s)
A	650	900
B	650	14400
C	650	86400
D	700	10
E	700	900
F	700	14400
G	750	10
H	750	50
I	750	900

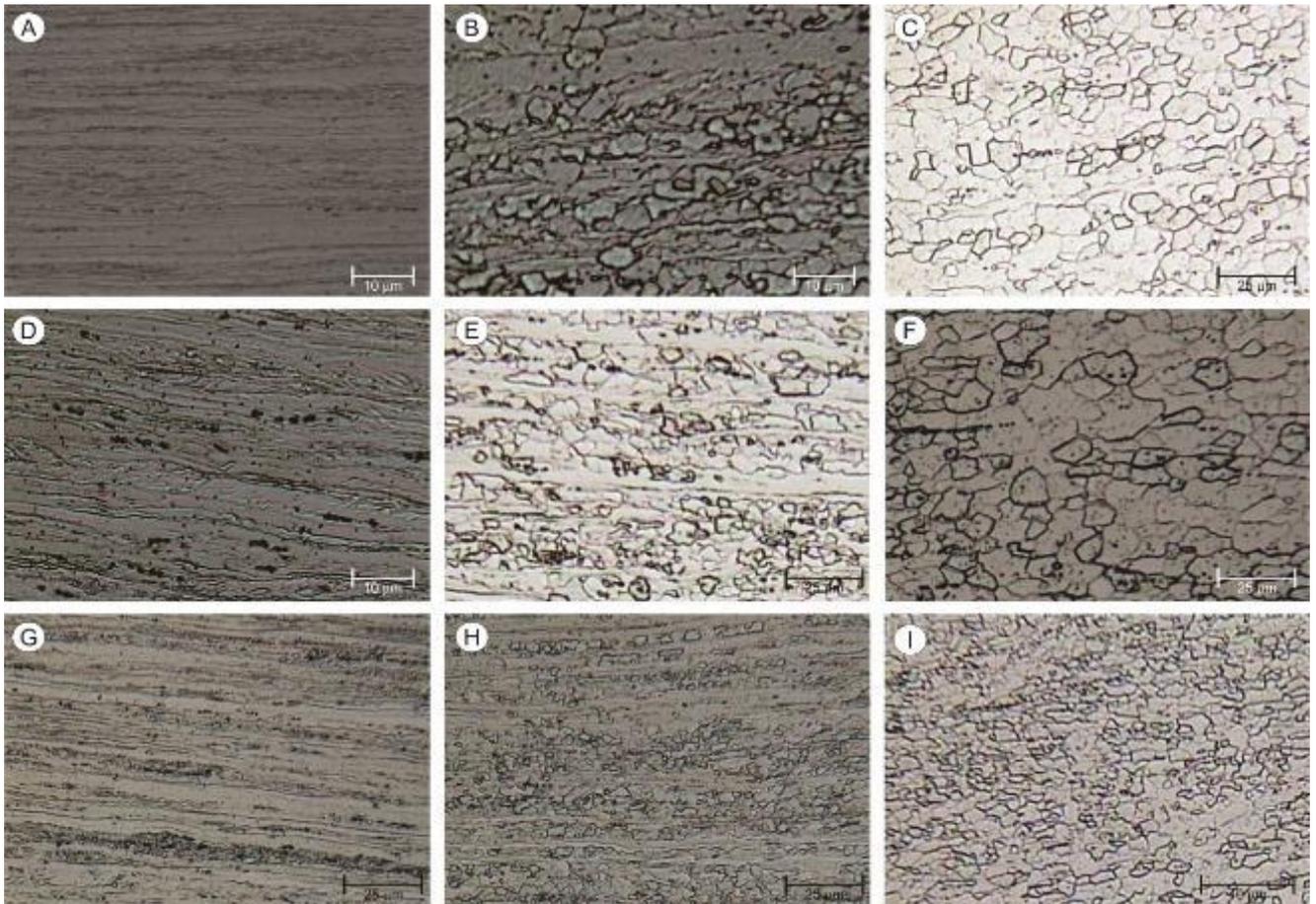


Figura 5. 3: Evolução da microestrutura das amostras LQNR submetidas a diferentes tratamentos térmicos como mostrado na tabela 5.1.

Com o recozimento, a energia armazenada durante a deformação a frio age como força motriz para o início da recristalização e novos grãos nucleiam a partir das heterogeneidades de deformação [9]. Nas micrografias A, D e G os grãos se encontram deformados e alinhados na direção de laminação. Ressalta-se que apesar de o tempo em que a amostra submetida ao recozimento a 650°C ser consideravelmente significativo para que se inicie e se desenvolva o processo de recristalização (900 s), não se evidenciou mudança significativa no estado da matriz, ou seja, de encruada para recristalizada. Esse fato é explicado pela temperatura de recozimento ser muito baixa, diminuindo a taxa de recristalização. Já nas amostras D e G pode-se identificar nas micrografias o início da nucleação de alguns grãos em tempos menores que 900 s devido ao aumento da temperatura de recozimento. Vale ressaltar que um acréscimo de 50°C na temperatura de recozimento acelera o processo de recristalização de maneira considerável.

As micrografias da figura 5.3 B, E e H caracterizam um estado parcialmente recristalizado em que os grãos se encontram nucleados a partir das bandas de deformação. Os precipitados estão distribuídos de forma heterogênea na matriz e se encontram alinhados ao longo da direção de laminação.

As amostras representadas pelas micrografias C, F e I se encontram quase que completamente recristalizadas. Pela visualização da microestrutura pode-se garantir a completa recristalização das amostras, mas os dados das medições da fração recristalizada via metalografia quantitativa e via fração amaciada, que serão mostrados adiante, mostram que essa afirmação é parcialmente verdadeira. Nessas micrografias (Fig. 5.3 e 5.4) observa-se os precipitados distribuídos de maneira homogênea ao longo da matriz.

A evolução da microestrutura para as temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C é observada pelo aumento do tamanho do grão recristalizado com a temperatura de recozimento, que será melhor evidenciado no tópico “tamanho do grão recristalizado” deste capítulo.

5.1.4 Amostras laminadas a quente e recozidas (LQR)

A figura 5.4 apresenta as micrografias das amostras LQR nas temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C. Do mesmo modo que na figura 5.3, a primeira coluna representa o início, a segunda o meio e a terceira o fim do processo de recristalização.

Tabela 5. 2: Designação das micrografias das amostras LQR e seus tratamentos térmicos

AISI 430E Recozido		
Amostras	Temperatura (°C)	Tempo (s)
A	650	900
B	650	14400
C	650	86400
D	700	10
E	700	900
F	700	14400
G	750	10
H	750	100
I	750	900

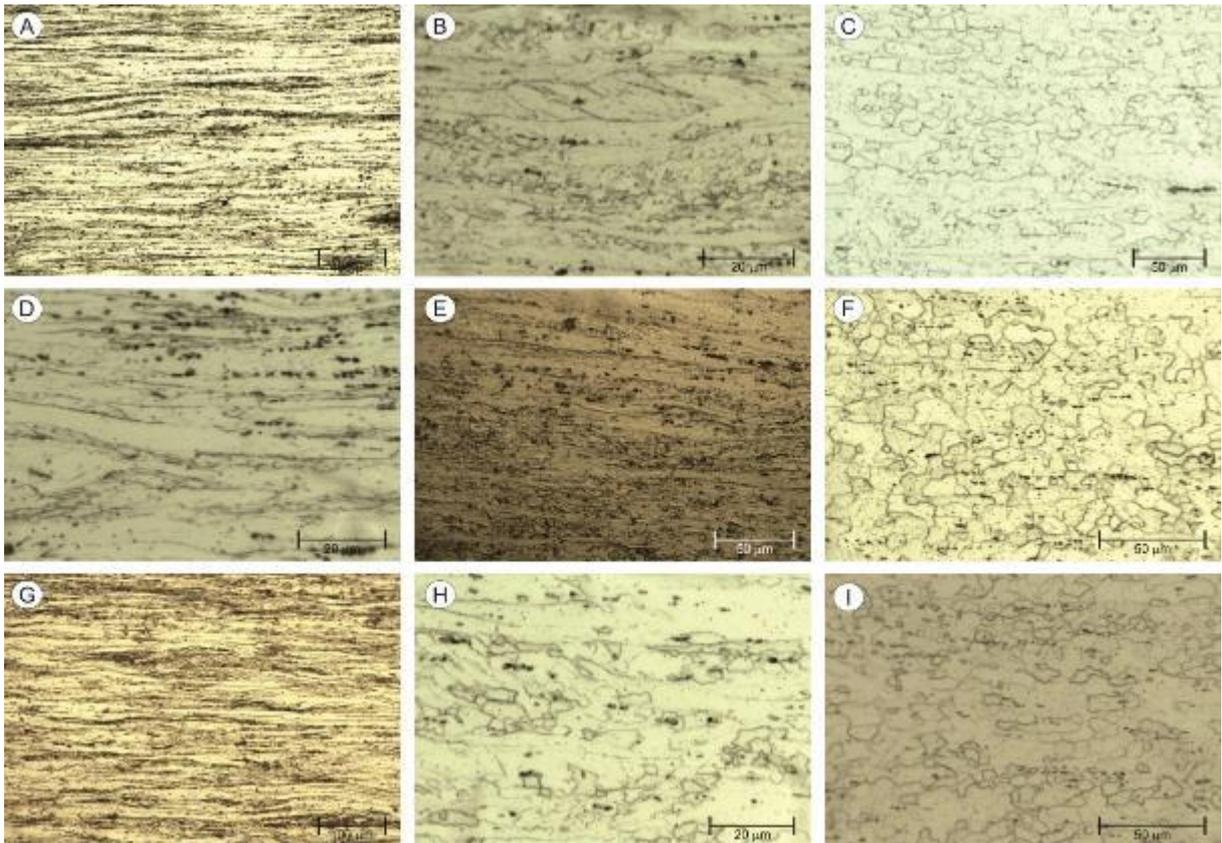


Figura 5. 4: Evolução da microestrutura das amostras LQR submetidas a diferentes tratamentos térmicos como mostrado na Tabela 5.2.

As designações das amostras e seus respectivos tratamentos térmicos são mostrados na tabela 5.2. As micrografias A, D e G apresentam grãos altamente deformados, as B, E e H apresentam uma microestrutura parcialmente recristalizada com precipitados dispersos e alinhados ao longo da direção de laminação, enquanto que as micrografias C, F e I se encontram quase que totalmente recristalizadas.

A microestrutura das amostras LQR possui grãos sutilmente maiores e com tamanho mais homogêneo do que as amostras como fornecidas não recozidas. Os precipitados estão mais bem distribuídos ao longo de toda a matriz. O tratamento térmico de recozimento realizado após a laminação a quente forneceu ao aço essa maior homogeneidade em sua estrutura.

5.1.5 Amostras LQNR e LQR recozidas a 800°C

A amostra como fornecida recozida submetida ao tratamento térmico de recozimento à 800°C no tempo de 10 s não se recristalizou completamente. Já a

amostra como fornecida não recozida submetida às mesmas condições se apresentou completamente recristalizada. A figura 5.5 evidencia esse fato que pode ser justificado pelas condições iniciais de cada amostra, ou seja, recozida e não recozida.

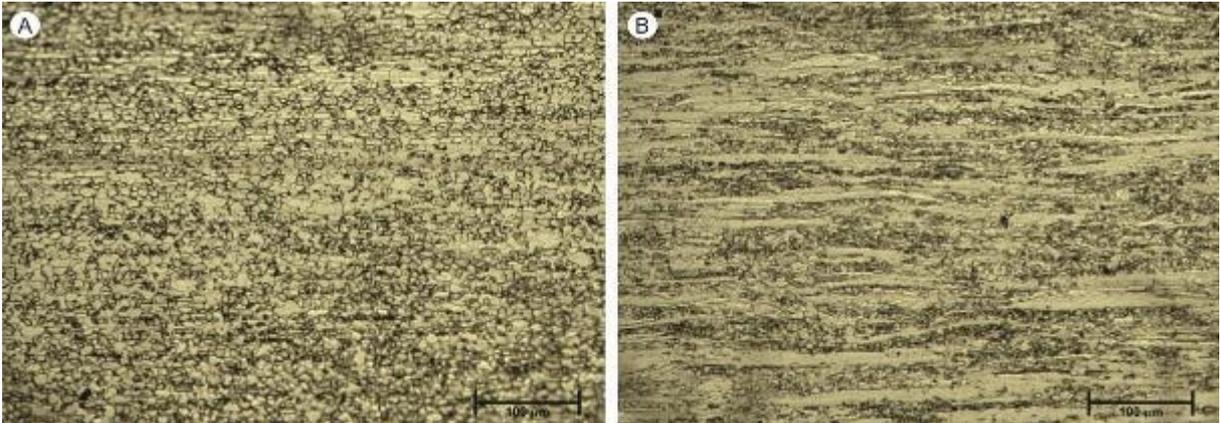


Figura 5.5. Micrografias das amostras como fornecidas. (a) LQNR e (b) LQR. Ambas laminadas a frio e recozidas a 800°C por 10 s.

Quando o recozimento é realizado a altas temperaturas o tempo necessário para a completa recristalização é menor. Essa é uma das 7 leis de recristalização abordada por Burke e Turnbull em 1952 [9,35]. Ambas as amostras LQNR e LQR recozidas a 800°C dispenderam cerca de 100 s no forno para a completa recristalização. A figura 5.6 mostra as micrografias das duas séries de amostras recozidas a 800°C por 300 s. Estas microestruturas se encontram completamente recristalizadas.

Nos processos industriais a temperatura de recristalização é determinada como sendo aquela em que o material se encontra completamente recristalizado após 1 h de tratamento no forno. De acordo com essa abordagem, a temperatura de recristalização das duas séries de amostras foi de 750°C.

O Nb, tanto em solução sólida quanto na forma de precipitados, durante o processo de recristalização, ele o facilita agindo como sítio preferencial para nucleação (carbonitretos) e, ao mesmo tempo, ele o dificulta, agindo como barreiras para a movimentação dos contornos de alto ângulo.

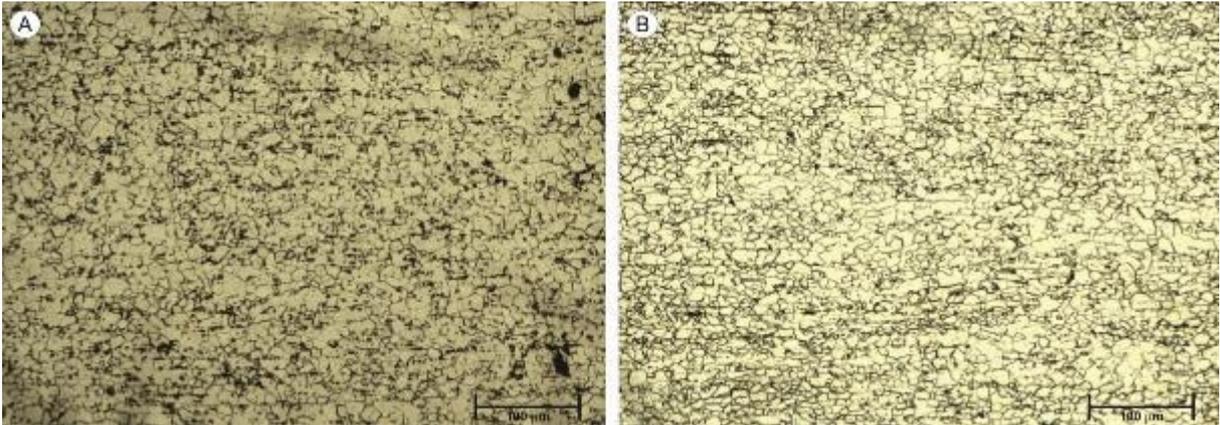


Figura 5.6. Micrografias das amostras. (a) LQNR e (b) LQR. Ambas laminadas a frio e recozidas a 800°C por 300 s.

A figura 5.7 mostra a microestrutura ao longo de toda a espessura da amostra LQNR laminada a frio e submetida ao recozimento a 800°C por 900 s. As amostras se encontram completamente recristalizadas. Pode-se observar que os grãos no centro da amostra são maiores que os da superfície. Essa heterogeneidade do tamanho do grão ao longo da espessura é explicada pelo atrito recebido na superfície devido a laminação. Dessa forma, a superfície armazena maior quantidade de energia na forma de defeitos cristalinos. Quanto maior as quantidades de defeitos cristalinos, mais locais preferenciais de nucleação existirão, logo mais grãos irão se nuclear, refinando a estrutura de forma majoritária na superfície que no centro da amostra.

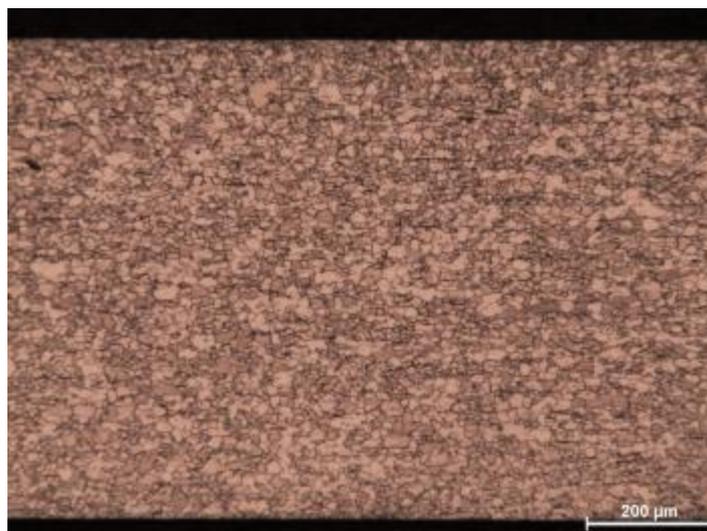


Figura 5.7. Micrografia da seção referente à espessura da amostra LQR após laminação a frio seguida de recozimento a 800°C por 900 s.

5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

As figuras 5.8 e 5.9 apresentam as micrografias eletrônicas de varredura das amostras LQNR e LQR, respectivamente. As amostras escolhidas para o MEV foram as encruadas e as recozidas nas temperaturas de 650°C, 700°C, 750°C e 800°C, todas por 900 s de encharque.

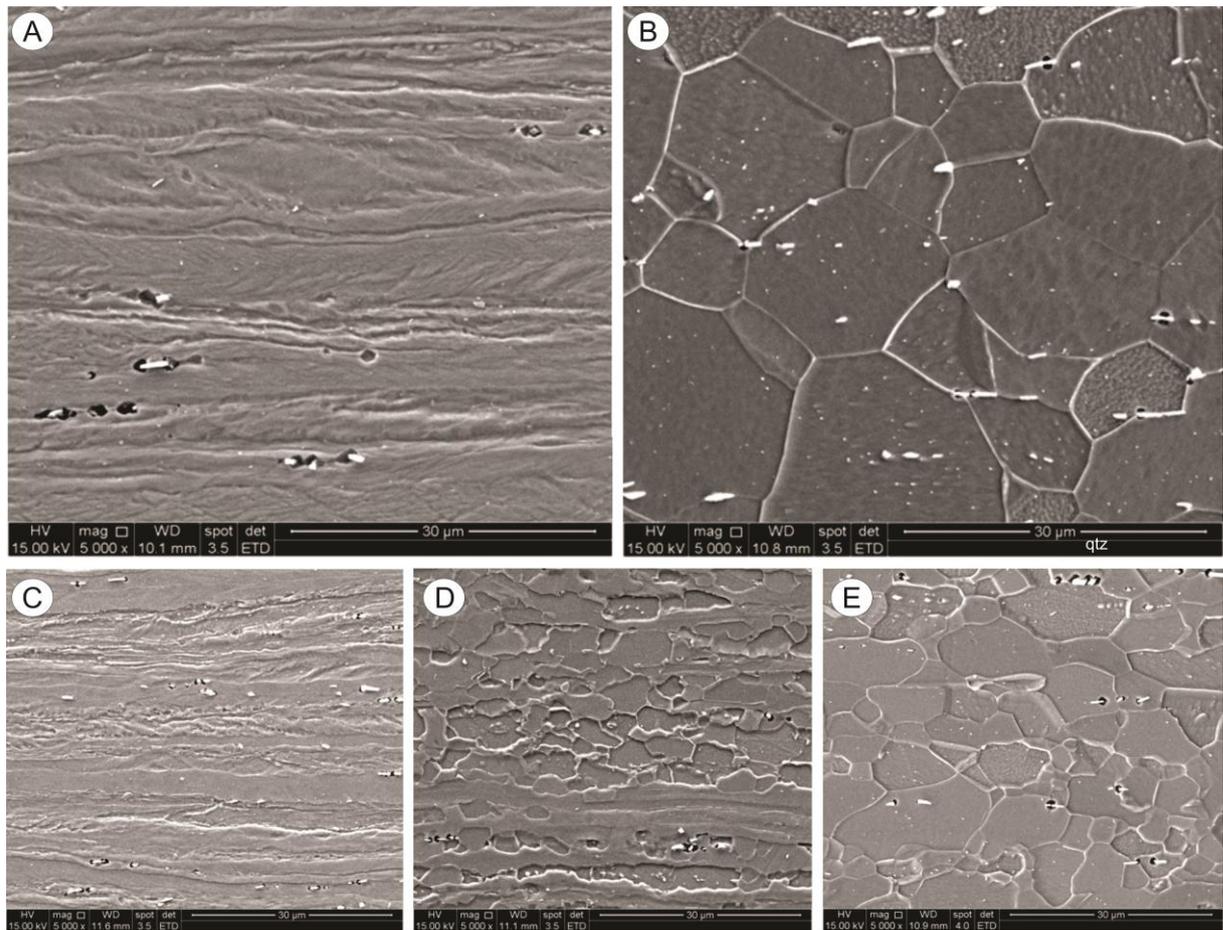


Figura 5. 8: Evolução da microestrutura com a temperatura de recozimento das amostras LQNR: A) encruada; B) 800°C; C) 650°C; D) 700°C e E) 750°C.

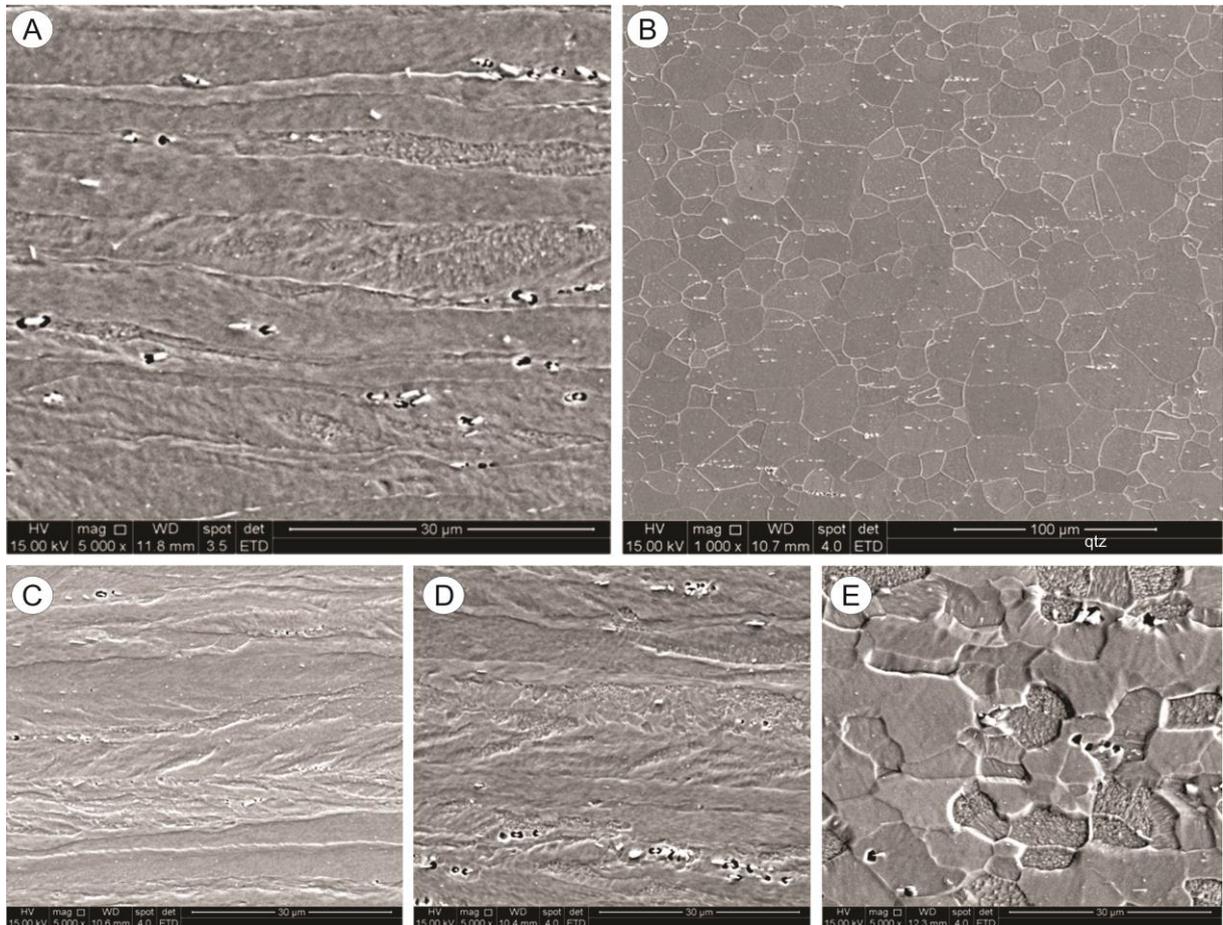


Figura 5. 9: Evolução da microestrutura com a temperatura de recozimento das amostras LQR: A) encruada; B) 800°C; C) 650°C; D) 700°C e E) 750°C.

5.3 Microdureza e Amaciamento

5.3.1 Amostras como fornecidas não recozidas (LQNR)

As microdurezas obtidas em cada amostra da série LQNR, nas diferentes condições de tratamento térmico, são apresentadas na tabela 5.3. A curva de amaciamento em função do tempo para cada temperatura é mostrada na figura 5.10. Já na figura 5.11 é apresentado o amaciamento em função da temperatura de recozimento para um mesmo tempo de encharque de 900 s.

Tabela 5. 3: Microdurezas das amostras como fornecidas não recozidas

Tempo (s)	Microdureza (HV)			
	Temperatura (°C)			
	650	700	750	800
10	-	285	246	180
50	-	-	234	-
100	-	274	227	170
300	294	249	172	162
400	-	-	-	170
550	-	-	-	166
700	-	-	-	167
900	293	198	144	150
1800	292	184	157	-
3600	268	179	159	-
7200	243	163	158	-
10800	254	-	-	-
14400	226	161	-	-
86400	189	-	-	-

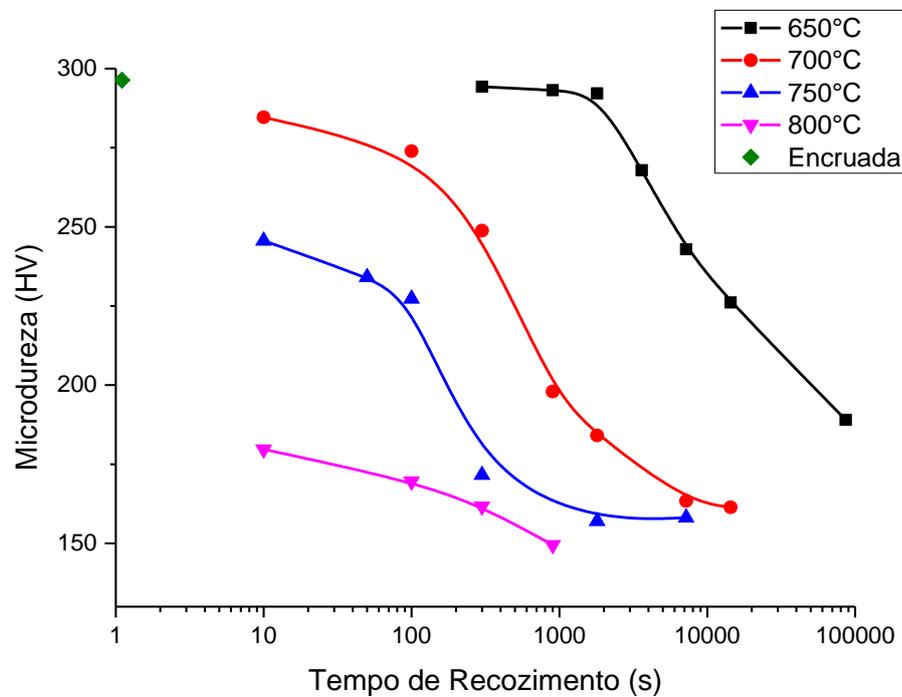


Figura 5. 10: Curvas de microdureza das amostras da série LQNR, em função do tempo para cada temperatura de recozimento.

Pode-se observar a diminuição da microdureza com o tempo de recozimento a cada temperatura. A microdureza da amostra encruada (296 HV) é muito maior do que as microdurezas das amostras completamente recristalizadas (cerca de 160HV), pois as amostras encruadas se encontram altamente deformadas e com uma grande quantidade de energia armazenada na microestrutura, enquanto que as amostras recristalizadas não.

O amaciamento é semelhante em cada temperatura de recozimento, mas o tempo para se ter uma percepção do início do processo de recristalização aumenta com a diminuição da temperatura. Este fato é explicado pelo retardamento da recristalização devido ao efeito da recuperação e pela menor energia de ativação a baixas temperaturas. A mobilidade dos contornos de alto ângulo é responsável pelo processo de recristalização que é afetada tanto pela ativação térmica quanto pela energia armazenada na deformação. Esta energia armazenada é gasta no processo de recuperação ou a energia de ativação não é suficiente para movimentar os contornos de alto ângulo [20,29]. Em contrapartida, as amostras tratadas termicamente a 800°C possuem um processo de recristalização rápido devido à alta mobilidade dos contornos de alto ângulo em altas temperaturas, logo, não se observa grandes mudanças na respectiva curva da figura 5.10, pois o processo de recristalização está completo.

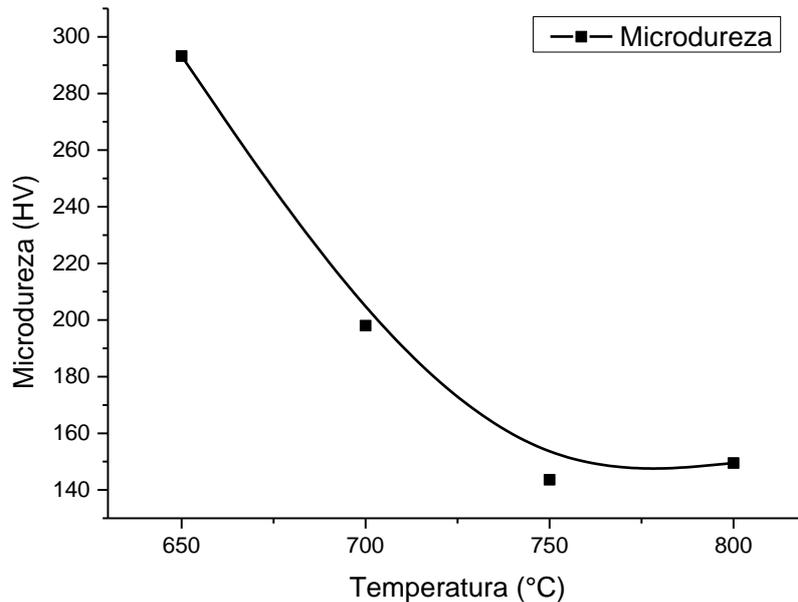


Figura 5. 11: Variação da microdureza das amostras LQNR com tempo de encharque de 900 s nas temperaturas de 650°C, 700°C, 750°C e 800°C.

O amaciamento com o aumento da temperatura das amostras recozidas com o tempo de encharque de 900 s é evidente. Esta situação pode ser explicada pelo fato de que em maiores temperaturas os processos de recuperação, nucleação e crescimento ocorrem mais rapidamente, e a energia armazenada que age como força motriz para que esses processos ocorram é consumida de forma mais rápida, tornando o material mais macio.

5.3.2 Amostras como fornecidas e recozidas (LQR)

A tabela 5.4 mostra as microdurezas Vickers das amostras da série LQR com seus respectivos tratamentos térmicos. As figuras 5.12 e 5.13 apresentam as curvas de amaciamento com o tempo e com a temperatura de recozimento (com tempo de encharque de 900 s), respectivamente.

Tabela 5. 4: Microdurezas das amostras LQR submetidas a seus respectivos tratamentos térmicos

Temperatura/ Tempo (s)	Microdureza (HV)			
	650°C	700°C	750°C	800°C
10	-	279	261	203
100	-	276	223	166
300	295	252	173	154
400	-	-	-	152
550	-	-	-	154
700	-	-	-	154
900	281	242	164	153
1800	-	196	154	-
3600	271	172	153	-
7200	255	164	146	-
10800	260	-	-	-
14400	262	153	-	-
86400	172	-	-	-

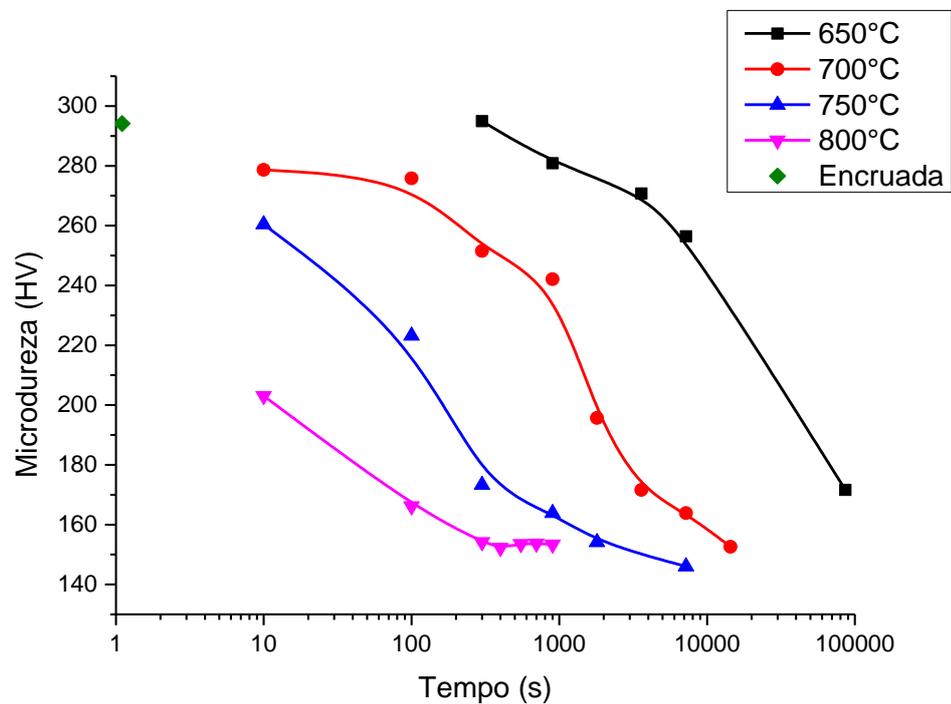


Figura 5. 12: Microdureza das amostras LQR em função do tempo para cada temperatura de recozimento.

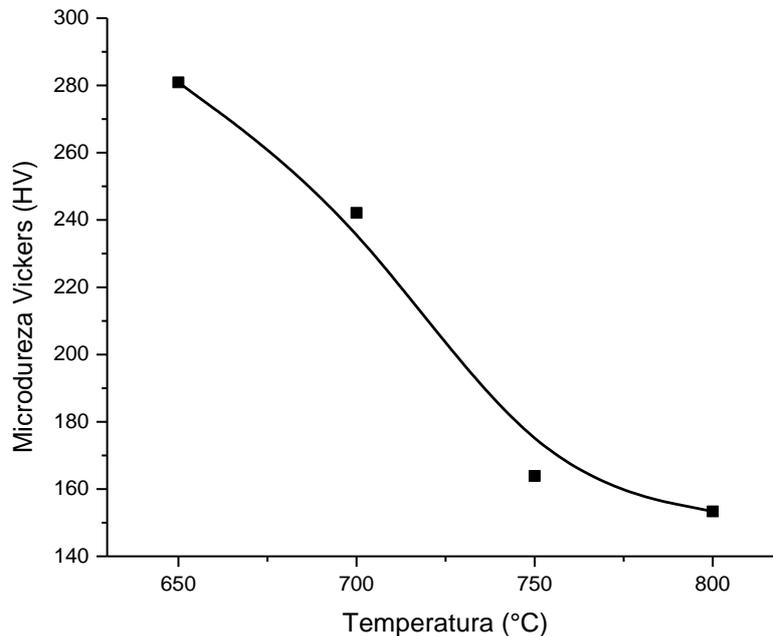


Figura 5.13: Variação da microdureza das amostras LQNR com o recozimento por 900 s nas temperaturas de 650°C, 700°C, 750°C e 800°C.

Da mesma forma que nas amostras LQNR a microdureza diminui com o tempo e com a temperatura de recozimento pelas mesmas razões já abordadas, explicadas por Humphreys em 2004 [29]. Pode-se comparar as microdurezas das duas séries de amostras. As LQNR apresentam, em geral, microdurezas menores que as LQR por que a quantidade de energia armazenada na forma de defeitos cristalinos nas LQR é menor do que a da LQNR. Isso se deve ao recozimento realizado após laminação a quente, o que propicia alívio das tensões armazenadas na microestrutura, diminuindo a quantidade de defeitos pontuais.

5.4 Tamanho do Grão Recristalizado

O tamanho do grão recristalizado foi medido com o auxílio do programa Image-Pro Plus e foi realizado para auxiliar na modelagem matemática da cinética de recristalização via metalografia quantitativa. O aumento do tamanho do grão com o recozimento é evidente, pois durante a recristalização o grão nucleia e cresce a fim de diminuir a energia interna do sistema, ou seja, diminuir a quantidade de grãos

por volume ^[9]. As tabelas 5.5 e 5.6 mostram o tamanho médio dos grãos recristalizados medidos, em μm , para cada condição de recozimento para as séries LQNR e LQR, respectivamente. As figuras 5.14 e 5.15 mostram a evolução do mesmo ao longo tempo e da temperatura (em um tempo fixo de 900 s), respectivamente, para as LQNR, enquanto que as figuras 5.16 e 5.17 mostram a mesma evolução para as amostras LQR.

Tabela 5. 5: Tamanho do grão em cada condição de recozimento das amostras LQNR

Tamanho médio do grão da série não recozida (μm)				
Temperatura/ Tempo (s)	650°C	700°C	750°C	800°C
	10	-	0,5	1,5
50	-		1,9	-
100	-	0,6	2,3	8,2
300	-	1,8	6,7	8,7
400	-	-	-	10,1
550	-	-	-	10,7
700	-	-	-	14,0
900	0,6	3,4	6,9	-
1800	0,8	3,6	9,8	-
3600	1,4	3,8	9,4	-
7200	1,4	6,7	10,8	-
10800	1,4	-	-	-
14400	1,8	6,7	-	-
86400	4,1	-	-	-

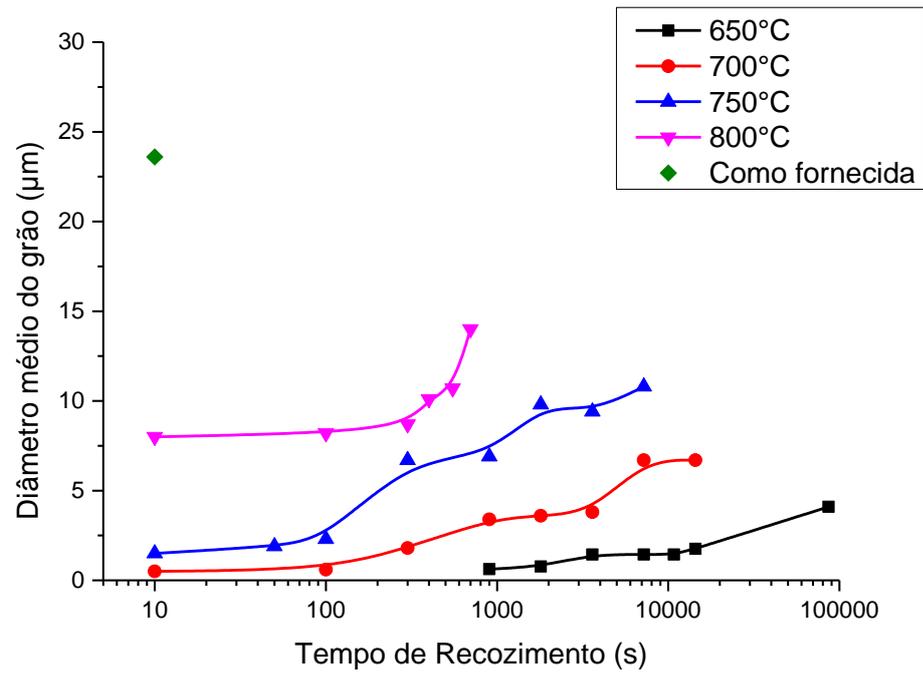


Figura 5. 14: Tamanho médio dos grãos ao longo do tempo de recozimento para as amostras LQNR.

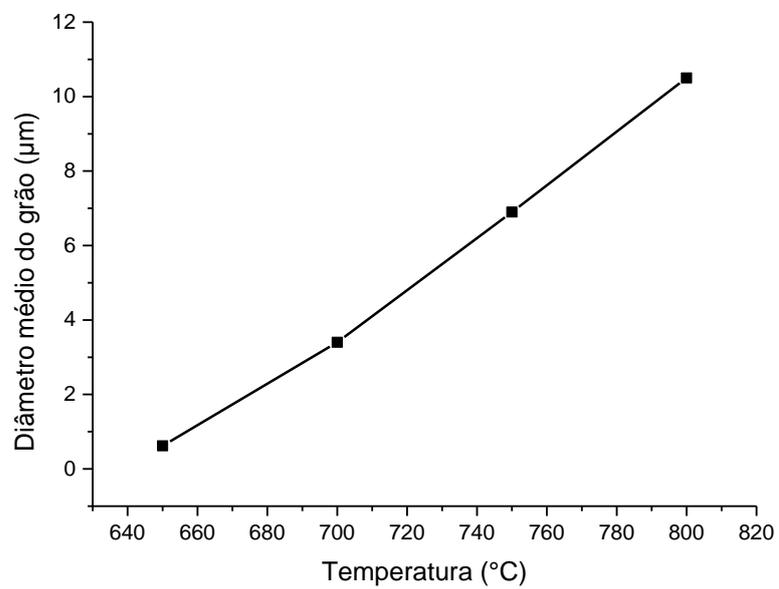


Figura 5. 15: Tamanho médio do grão ao longo da temperatura de recozimento das amostras LQNR para um tempo de encharque de 900 s.

Tabela 5. 6: Tamanho médio do grão das amostras LQR

Tamanho médio do grão da série recozida (μm)				
Temperatura/ Tempo (s)	650°C	700°C	750°C	800°C
	10	-	1,7	-
100	-	1,7	2,8	4,5
300	-	1,9	5,3	5,6
400	-	-	-	6,3
550	-	-	-	7,1
700	-	-	-	9,7
900	-	2,8	6,9	11,6
1800	-	3,1	8,3	-
3600	1,6	5,5	8,6	-
7200	-	5,7	10,7	-
10800	2,0	-	-	-
14400	2,3	6,5	-	-
86400	4,4	-	-	-

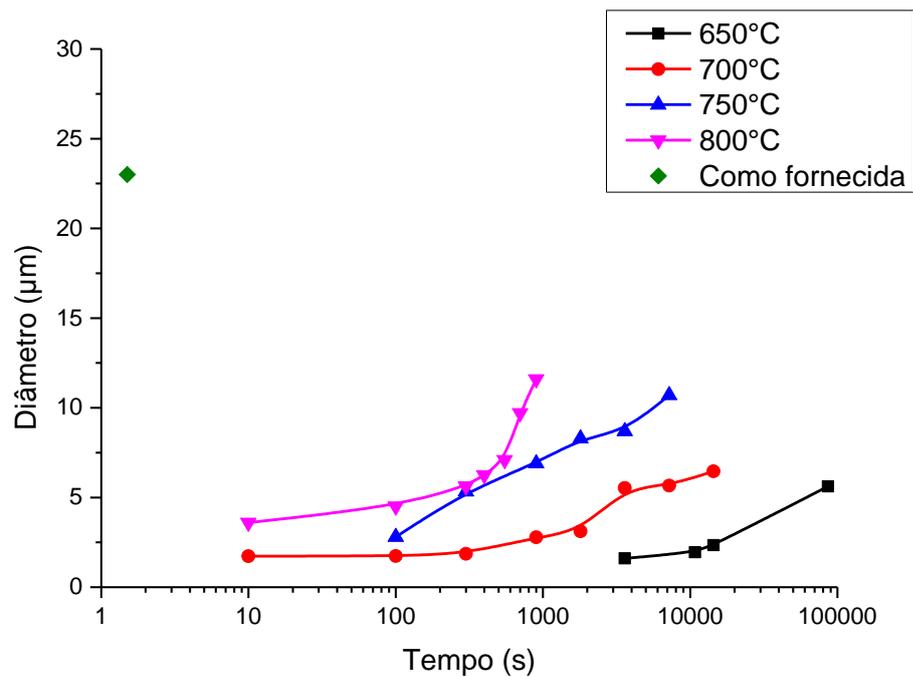


Figura 5. 16: Tamanho médio do grão ao longo do tempo de recozimento para as amostras LQR.

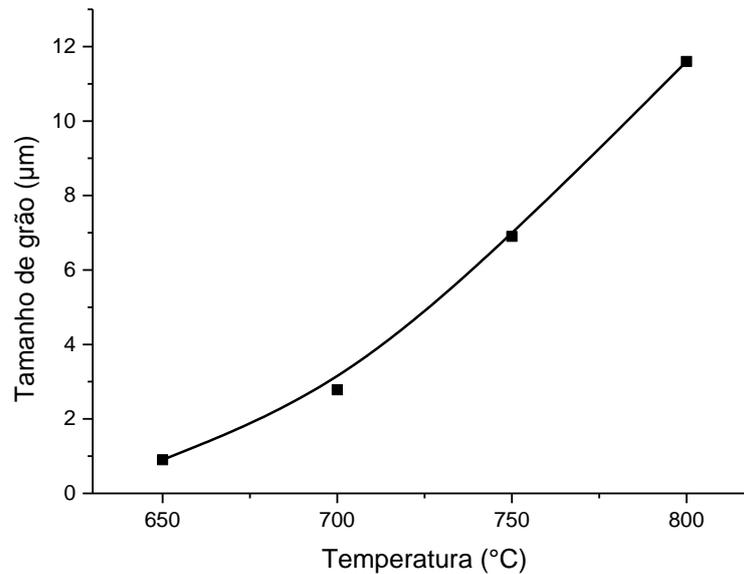


Figura 5. 17: Tamanho médio do grão ao longo da temperatura de recozimento das amostras LNR para um tempo de encharque de 900 s.

5.5 Cinética de Recristalização

5.5.1 Via Fração Amaciada

De acordo com Petitgand ^[17], a fração amaciada ao longo do recozimento pode ser associada à fração recristalizada do material através da equação 3.1, abordada no item “Cinética de Recristalização” na revisão bibliográfica. Considera-se que a fração recristalizada (X_v) é igual à fração amaciada (A). As tabelas 5.7 e 5.8 mostram os valores obtidos da fração amaciada para cada condição de temperatura e tempo de recozimento para as duas séries de amostras. As figuras 5.18 e 5.19 representam a fração amaciada ao longo do tempo de recozimento em cada temperatura das amostras LQNR e LQR, respectivamente.

Optou-se por não apresentar a curva da fração amaciada para as amostras da série não recozidas e recozidas a 800°C já que elas se encontram quase que completamente recristalizadas desde os primeiros tempos de recozimento (10 s), o que não se aplicaria ao modelo de JMAK, pois a curva não se adaptaria ao tipo sigmoide e sim a uma reta paralela ao eixo das ordenadas.

Tabela 5. 7: Fração amaciada das amostras LQNR

Tempo (s)	Fração Amaciada			
	650°C	700°C	750°C	800°C
10	-	0,09	0,39	0,89
50	-	-	0,48	-
100	-	0,17	0,53	0,97
300	0,02	0,36	0,95	1,00
400	-	-	-	1,00
550	-	-	-	1,00
700	-	-	-	1,00
900	0,02	0,76	1,00	1,00
1800	0,03	0,86	1,00	-
3600	0,22	0,89	1,00	-
7200	0,41	1,00	1,00	-
10800	0,43	-	-	-
14400	0,54	1,00	-	-
86400	0,82	-	-	-

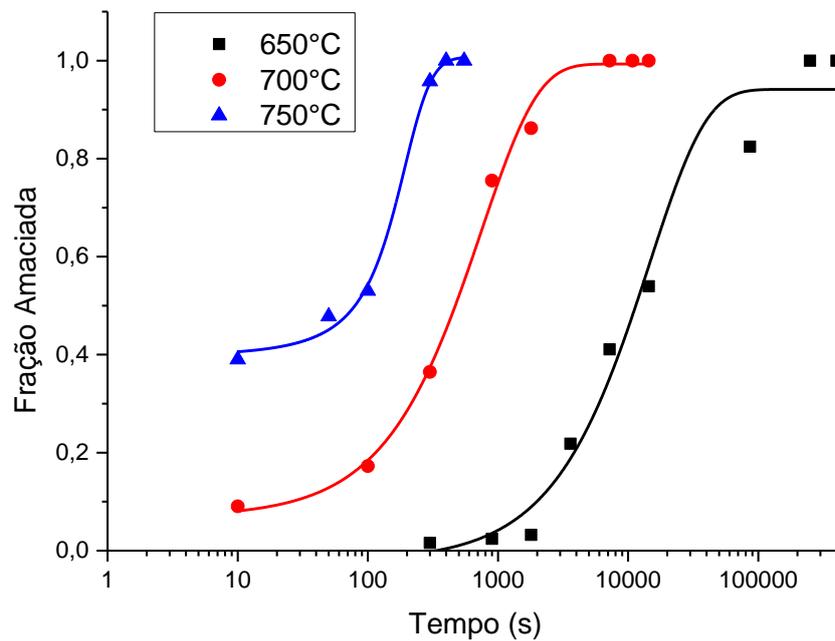


Figura 5.18. Fração amaciada ao longo do tempo de recozimento para cada temperatura das amostras LQNR.

Tabela 5. 8: Fração amaciada das amostras LQR

Tempo (s)	Fração Amaciada			
	650°C	700°C	750°C	800°C
10	-	0,12	0,39	0,71
100	-	0,14	0,53	1,00
300	0,02	0,33	0,95	1,00
400	-	-	-	1,00
550	-	-	-	1,00
700	-	-	-	1,00
900	0,1	0,41	1,00	1,00
1800	0,18	0,76	1,00	-
3600	0,29	0,96	1,00	-
7200	0,27	1,00	1,00	-
10800	0,25	-	-	-
14400	0,53	1,00	-	-
86400	0,96	-	-	-

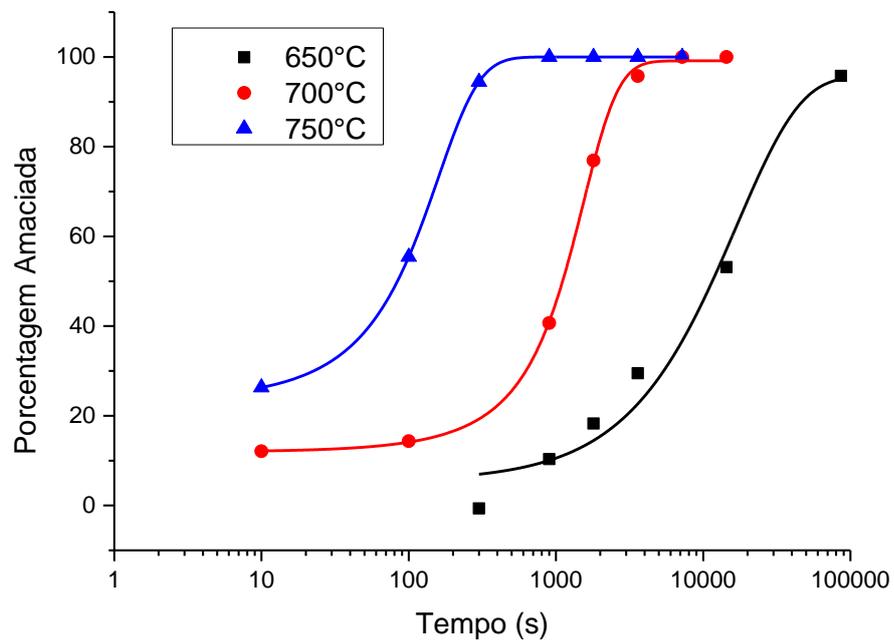


Figura 5. 19: Fração amaciada ao longo do tempo de recozimento para cada temperatura das amostras LQR.

Os valores de HVe e de HVr utilizados para o cálculo do amaciamento das amostras LQNR foram 296 HV e 166 HV, respectivamente. Já os valores de HVe e

de HVr utilizados para as amostras LQR foram 294 HV e 166 HV. As microdurezas correspondentes à incógnita HVx da equação 3.1 são as microdurezas do material ao longo do recozimento como mostrado nas tabelas 5.2 e 5.3 no tópico “Microdureza e Amaciamento”.

A linearização das curvas da fração amaciada com o tempo foi realizada com o objetivo de se comparar os valores do expoente de Avrami da cinética de recristalização via fração amaciada com a via metalografia quantitativa. As curvas de JMAK para as amostras LQNR e LQR estão apresentadas nas figuras 5.20 e 5.21, respectivamente. Os valores da constante B e do expoente de Avrami (n) obtidos são mostrados na tabela 5.9.

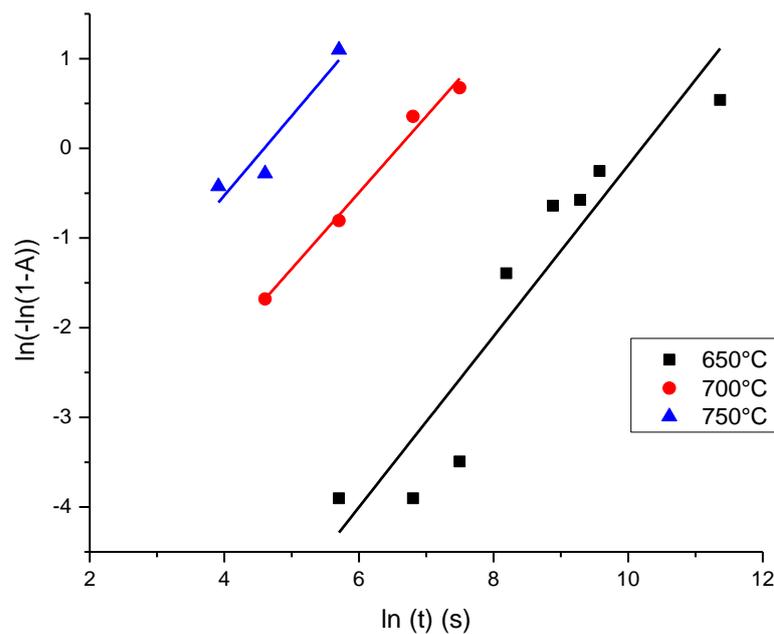


Figura 5. 20: Linearização da fração amaciada (A) com o tempo de recozimento para as amostras LQNR.

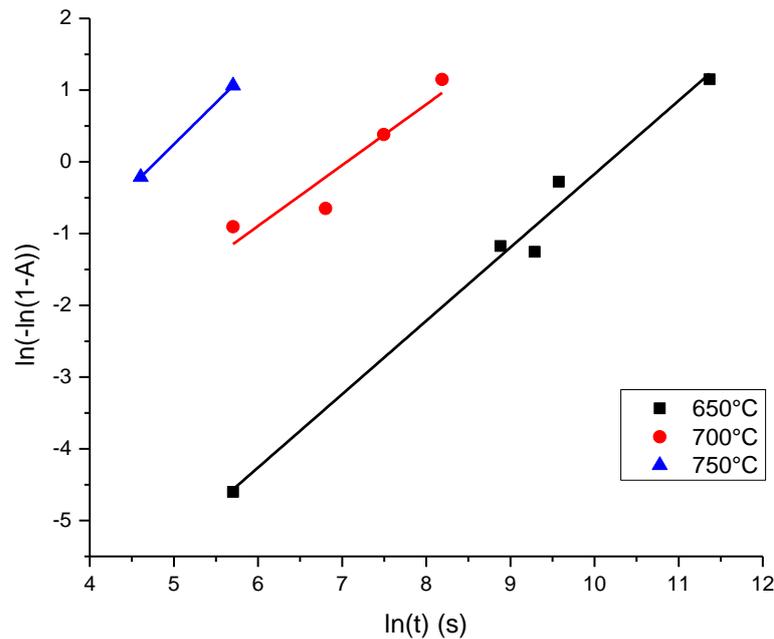


Figura 5. 21: Linearização da fração amaciada com o tempo de recozimento das amostras LQR.

Tabela 5. 9: Valores dos parâmetros B e n para cinética de recristalização via fração amaciada

	Cinética de Recristalização						
	Não Recozidas				Recozidas		
	650°C	700°C	750°C	800°C	650°C	700°C	750°C
n	0,95	0,85	0,89	0,20	1,02	0,84	1,16
B	0,00006	0,0037	0,017	1,39	0,00003	0,0025	0,004

A obtenção dos valores do expoente de Avrami e da constante B para as amostras da série recozidas com recozimento secundário a 800°C não foi possível devido ao fato de se ter somente um ponto possível de linearizar (amostra recozida por 10 s), impossibilitando a plotagem de uma reta.

Pelos dados obtidos os valores de n variaram pouco com a temperatura de recozimento, exceto para a temperatura de 800°C das amostras da série não recozidas em que se obteve um valor de n muito menor do que os outros (0,20). Essa variação é explicada devido ao fato de que a distribuição da energia armazenada, após deformação plástica, ao longo da microestrutura é heterogênea, portanto, a taxa de nucleação e crescimento do grão ocorre mais rapidamente em

algumas regiões do que em outras causando essa variação dos parâmetros de quantificação da recristalização.

5.5.2 Via Metalografia Quantitativa

Com o base na norma ASTM E562:08 ^[34] foi medida a fração recristalizada das amostras através do método por contagem de pontos com o auxílio de malhas quadriculadas de diferentes quantidades e pontos de acordo com os requisitos da norma. As tabelas 5.10 e 5.11 apresentam as frações recristalizadas ao longo do tempo para cada temperatura das amostras LQNR e LQR, respectivamente, enquanto que as figuras 5.22 e 5.23 mostram as curvas sigmóides da fração recristalizada versus o tempo de recozimento de acordo com o modelo de JMAK dessas amostras.

Tabela 5.10: Fração recristalizada para diferentes condições de tratamento térmico (tempo e temperatura) das amostras LQNR

Fração Recristalizada (Xv)				
Tempo (s)	Temperatura			
	650°C	700°C	750°C	800°C
10	0,00	0,03	0,4	1,00
50	0,00	--	0,43	-
100	0,00	0,05	0,44	1,00
300	0,00	0,31	0,95	1,00
400	-	-	-	1,00
550	-	-	-	1,00
700	-	-	-	1,00
900	0,04	0,51	1,00	1,00
1800	0,07	0,59	1,00	-
3600	0,07	0,65	1,00	-
7200	0,10	0,80	-	-
10800	0,44	-	-	-
14400	0,58	0,85	-	-
86400	0,86	1,00	-	-

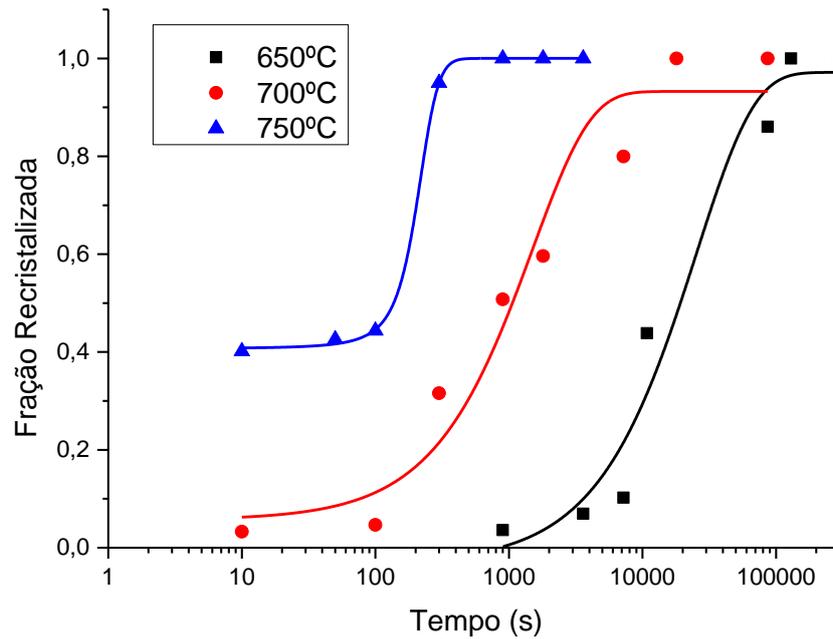


Figura 5. 22: Fração recristalizada com o tempo de recozimento de acordo com o modelo de JMAK para as amostras LQNR.

Tabela 5. 11: Fração recristalizada para diferentes condições de tratamento térmico (tempo e temperatura) das amostras LQR

Fração Recristalizada (X_v)				
Tempo (s)	Temperatura			
	650°C	700°C	750°C	800°C
10	0,00	0,02	0,31	0,69
100	0,00	0,15	0,46	1,00
300	0,00	0,22	0,53	1,00
400	-	-	-	1,00
550	-	-	-	1,00
700	-	-	-	1,00
900	0,00	0,29	0,86	1,00
1800	0,02	0,55	1,00	-
3600	0,06	0,62	1,00	-
7200	0,16	0,66	1,00	-
10800	0,37	-	-	-
14400	0,46	1,00	-	-
86400	0,76	1,00	-	-

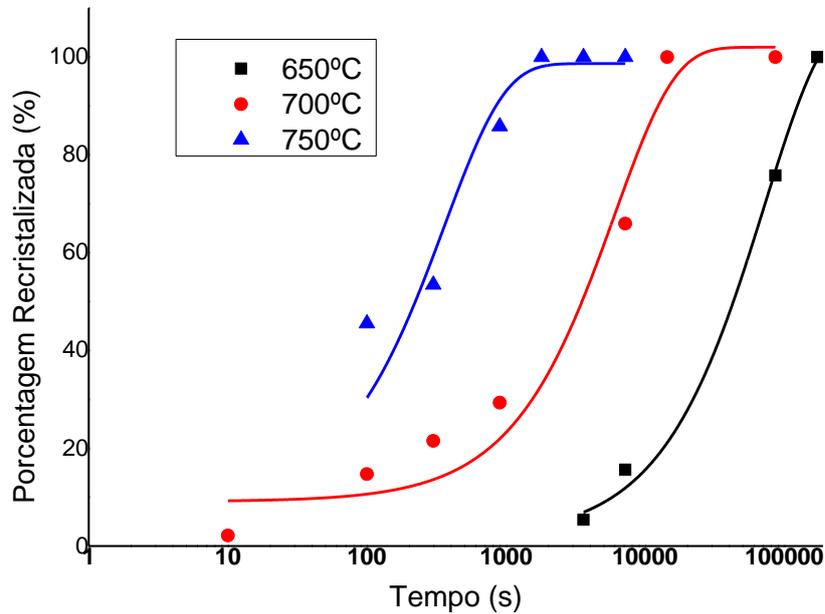


Figura 5. 23: Fração recristalizada com o tempo de recozimento de acordo com o modelo de JMAK para as amostras LQR.

A cinética de recristalização do aço tipo 430 estabilizado com nióbio se dá via nucleação e crescimento ao longo do tempo e as curvas sigmóides mostram um início de recristalização lento seguido de um aumento brusco na velocidade de recristalização e, quando o processo está praticamente no final, ou seja, quando o material se encontra quase que completamente recristalizado, ocorre novamente uma diminuição da velocidade de recristalização. Essas variações da velocidade da recristalização ao longo do tempo que causa o formato da curva em “S” típica do modelo de JMAK.

O início do processo de recristalização é lento devido ao fato de a recuperação do material levar muito tempo para ocorrer. Isto é explicado pela alta energia de falha de empilhamento (EFE) que os aços inoxidáveis ferríticos possuem, gerando na rede subestruturas celulares de deslocações ao invés de regiões com grandes quantidades de defeitos cristalinos associadas às falhas de empilhamento. Dessa forma, ao se realizar o recozimento, como a energia associada aos defeitos cristalinos nos materiais de alta EFE é menor do que nos materiais de baixa EFE, as

deslocações levam um maior tempo para se reorganizarem e migrarem para os contornos das células gerando os subgrãos (etapa de recuperação) e posteriormente os grãos (etapa de recristalização). Além disso, os precipitados de nióbio presentes na microestrutura retardam o processo de recristalização agindo como barreiras para os contornos em migração [9,29].

Ao passar do tempo de recozimento, após o processo de recuperação, ou ainda ao longo dele, os grãos nucleiam e crescem rapidamente nas heterogeneidades de deformação e próximos às partículas de carbonitreto de Nb. Dessa maneira a energia armazenada na deformação vai sendo consumida. Quando todos os grãos já nuclearam ao longo de todos os potenciais possíveis de nucleação, ocorre o crescimento isotrópico dos mesmos até se atingir o impingimento, o que faz a velocidade de recristalização cair no final do processo [9,29].

A linearização das curvas sigmóides foi realizada e é apresentada nas figuras 5.24 e 5.25 para as duas séries de amostras, LQNR e LQR, respectivamente. As constantes B e os expoentes de Avrami, n , estão mostrados na tabela 5.12.

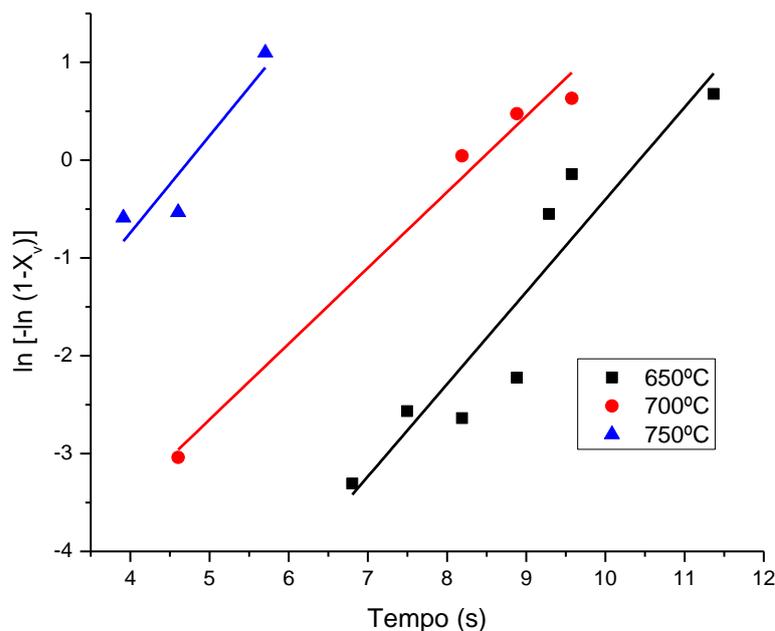


Figura 5. 24: Linearização da fração recristalizada via metalografia quantitativa das amostras LQNR.

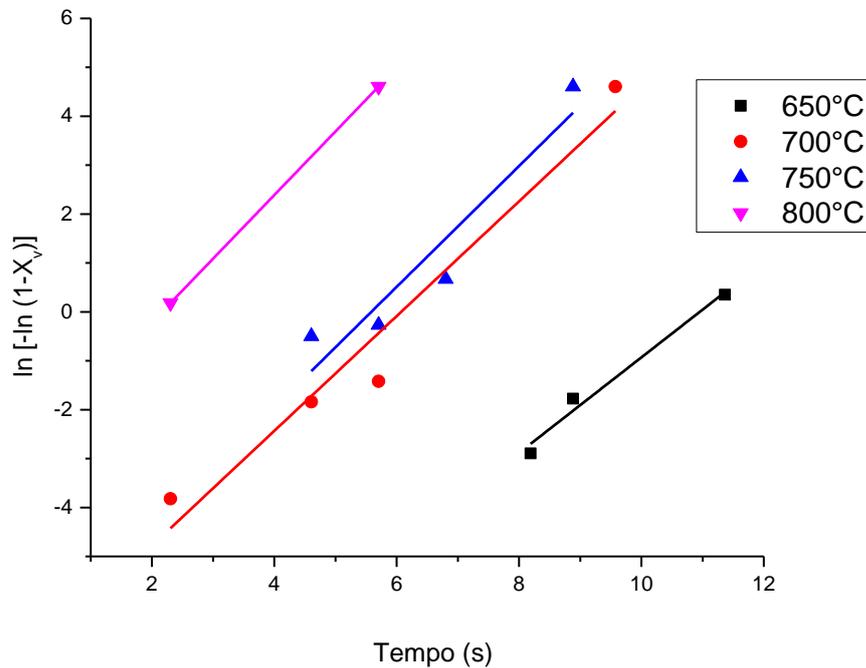


Figura 5. 25: Linearização da fração recristalizada via metalografia quantitativa das amostras LQR.

Tabela 5. 12: Valores dos parâmetros n e B para cinética de recristalização via metalografia quantitativa

Cinética de Recristalização						
	Não Recozidas			Recozidas		
	650°C	700°C	750°C	650°C	700°C	750°C
n	0,94	0,78	0,99	0,98	1,17	1,24
B	0,000055	0,001	0,0091	0,000023	0,0008	0,001

De acordo com a abordagem de Sellars e Rossi ^[15], os valores de k e B da equação 3.6 podem ser associados aos valores de n e B do modelo de JMAK (Eq. 3.3), de acordo com a dedução apresentada. Igualando as equações 3.4 e 3.6, temos:

$$X_{vex} = \ln(1/(1-X))$$

e

$$X_{vex} = Bt^k$$

$$\ln(1/(1-X)) = Btk$$

(5.1)

Aplicando a função ln nos dois lados da equação 3.12, tem-se:

$$\ln(\ln(1/(1-X))) = \ln B + k \cdot \ln(t) \quad (5.2)$$

ou de outra forma:

$$\ln(-\ln(1/(1-X))) = \ln B + k \cdot \ln(t) \quad (5.3)$$

A equação 5.3 mostra que a abordagem de Rossi e Sellars possui concordância com a linearização da fração recristalizada realizada no modelo de JMAK, ou seja, ambas as abordagens formam uma reta em que o eixo da ordenada é dado pelo termo $\ln(-\ln(1/(1-X)))$ e o eixo da abcissa é dado por $\ln(t)$. Os coeficientes angulares das retas são os valores de k (para abordagem de Rossi e Sellars ^[15]) e n (para o modelo de JMAK) e os valores de $\ln B$ são os interceptos das retas no eixo da ordenada. Dessa forma, pode-se concluir que as constantes B dos dois modelos são iguais e o parâmetro k é igual ao expoente de Avrami, n .

Os valores dos parâmetros C e m são encontrados através do cálculo de S_{vex} em função do tempo de recozimento (Eq. 3.7), da mesma forma, realizando a linearização da equação 3.7 obtém-se uma reta na qual o coeficiente angular é o valor de m e a interseção da reta com o eixo das ordenadas é igual à $\log C$. As figuras 5.26 e 5.27 mostram a relação de $\log(S_{vex})$ com $\log(t)$ das amostras LQNR e LQR, respectivamente. Pode-se inferir que S_{vex} aumenta com o tempo, o que pode ser explicado através de relações desse parâmetro com o tamanho do grão recristalizado e com a fração volumétrica recristalizada através da equação 3.5. Com o aumento do tempo de recozimento o tamanho médio do grão aumenta logo a área interfacial (S_v) diminui devido à relação inversa entre ambos, dessa forma, na prática, espera-se que o valor de S_{vex} diminua, já que há uma relação direta entre S_v e S_{vex} (Eq. 3.5), mas tal fato não ocorre, pois a fração recristalizada aumenta em proporções maiores causando uma considerável diminuição no denominador da equação 3.5 e aumentando S_{vex} .

Além das relações matemáticas, o aumento de S_{vex} ao longo do processo é justificado de forma simples pelo aumento da quantidade de grãos que surgem ao longo da recristalização, aumentando a área superficial estendida.

A tabela 5.13 mostra os valores dos parâmetros m e C calculados via linearização das curvas de S_{vex} das amostras das séries não recozidas e recozidas.

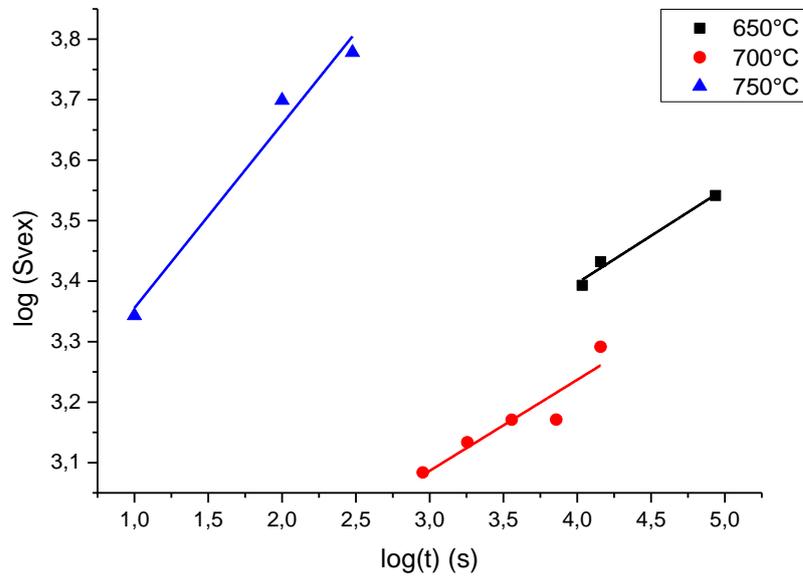


Figura 5. 26: Área interfacial estendida (mm^{-1}) em função do tempo de recozimento (s) das amostras LQNR.

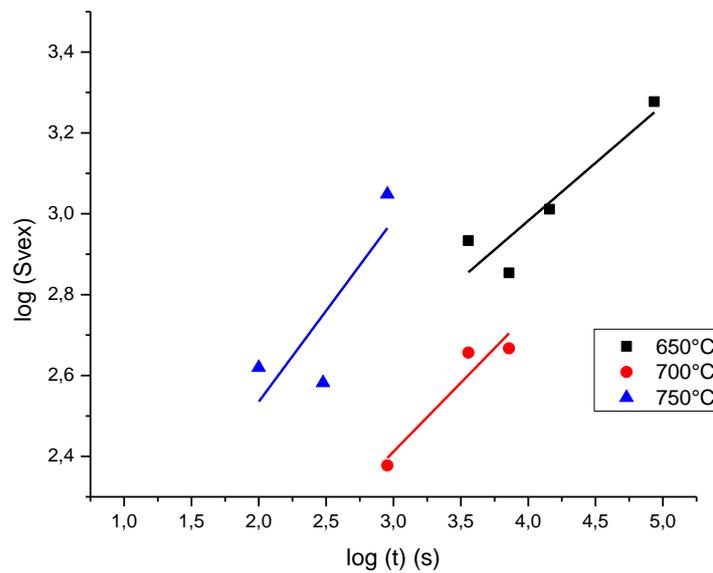


Figura 5. 27: Área superficial estendida (mm^{-1}) em função do tempo de recozimento (s) das amostras LQR.

Tabela 5. 13: Valores dos parâmetros m e C calculados via linearização de S_{vex} com o tempo das amostras LQNR e LQR

Cinética de Recristalização						
	Não Recozidas			Recozidas		
	650°C	700°C	750°C	650°C	700°C	750°C
m	0,16	0,15	0,3	0,29	0,34	0,45
C	588,8	426,6	1122,02	63,09	24,54	39,81

Encontrado os valores dos parâmetros k, m, B e C pode-se calcular através da Eq. 3.10, os valores de P. O valor do parâmetro geométrico K_v é dado por $4\pi/3$ considerando os grãos esféricos de excentricidade igual a 1 [36]. A tabela 5.14 mostra os valores encontrados para P.

Tabela 5. 14: Valores de P para cada condição de recozimento para as duas séries de amostras

Cinética de Recristalização						
	Não Recozidas			Recozidas		
	650°C	700°C	750°C	650°C	700°C	750°C
P	$2,17 \cdot 10^{-7}$	$6,18 \cdot 10^{-5}$	$6,35 \cdot 10^{-4}$	$1,33 \cdot 10^{-6}$	$8,67 \cdot 10^{-5}$	$6,99 \cdot 10^{-5}$

As taxas de nucleação, \dot{N} , e a taxa de crescimento do grão, \dot{G} , podem agora ser calculadas de acordo com as equações 3.9 e 3.12. As figuras 5.28 a 5.31 mostram a taxa de nucleação convencional e de crescimento de grão com o tempo de recozimento das duas séries de amostras.

Tanto a taxa de nucleação quanto a de crescimento do grão recristalizado diminuem com o tempo de recozimento a uma dada temperatura. Isso se dá porque os sítios preferenciais para nucleação vão diminuindo à medida que o recozimento prossegue e a energia armazenada na deformação plástica vai sendo consumida. A força motriz responsável pelo crescimento do grão é a energia superficial do grão que vai diminuindo à medida que ele cresce, quando todos os grãos já se formaram e o material se encontra completamente recristalizado, o grão cresce até ocorrer o encontro com os grãos vizinhos, nesse momento a taxa de crescimento se torna constante e praticamente igual a zero como pode ser visto nas figuras 5.30 e 5.31 (ponto a partir do qual a curva se torna paralela ao eixo das abscissas).

A diminuição da taxa de crescimento pode ser explicada como sendo resultado da concorrência do processo de recristalização na fração não transformada do aço durante a recristalização, assim como também devido às heterogeneidades de longo alcance, como a distribuição não uniforme da energia armazenada [15].

Uma comparação entre as taxas de nucleação convencional e real de cada temperatura (600°C, 700°C e 750°C) são mostradas nas figuras 5.32 e 5.33 para as amostras LQNR e LQR, respectivamente. Pode-se perceber que ocorre uma variação das taxas de nucleação ao longo do tempo de recozimento. Inicialmente verifica-se que a taxa de nucleação real é essencialmente igual a \dot{N} . Com o tempo, quando a fração recristalizada se torna significativa, a taxa de nucleação real se torna menor do que a convencional \dot{N} , alcançando o zero no final da transformação. Nota-se também que a taxa de nucleação diminui continuamente e que a sua maior queda é observada no início do processo de recristalização [15].

Quanto maior é a inclinação da reta característica da curva de \dot{N} versus tempo de recozimento, ou seja, quanto mais íngreme as mesmas estiverem, maior é a quantidade de sítios de nucleação presentes no estágio antes da recristalização (material deformado) [15]. No caso das amostras LQNR houve uma variação maior das inclinações das curvas de \dot{N} (principalmente das amostras recozidas a 750°C) do que no caso das amostras LQR, em que as curvas se apresentaram com praticamente a mesma inclinação. Isso pode ser explicado pelo tratamento térmico de recozimento realizado após laminação a quente na mesma, que as fizeram adquirir uma microestrutura mais homogênea e com menor quantidade de tensões residuais decorrentes da deformação plástica.

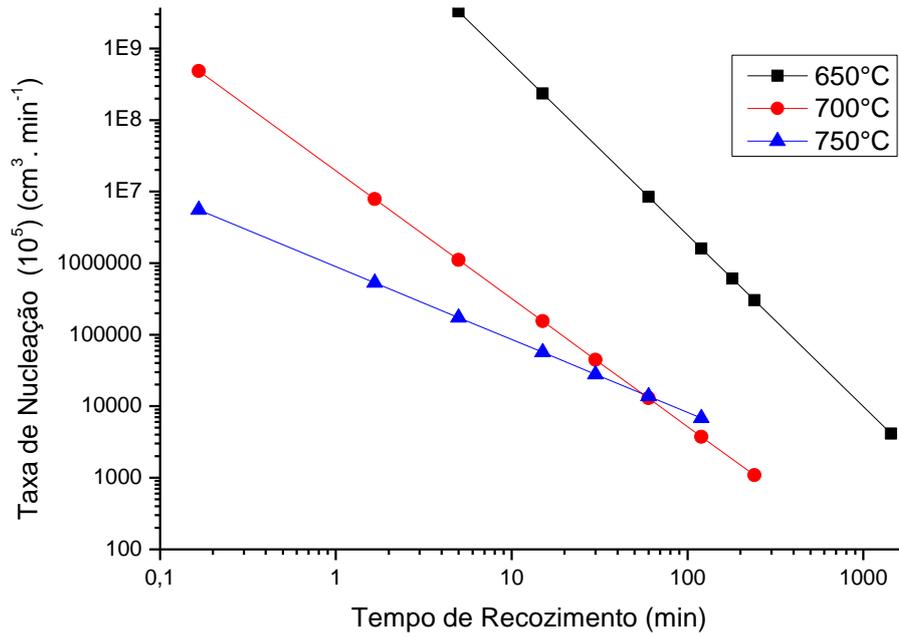


Figura 5. 28: Taxa de Nucleação com o tempo de recozimento das amostras LQNR.

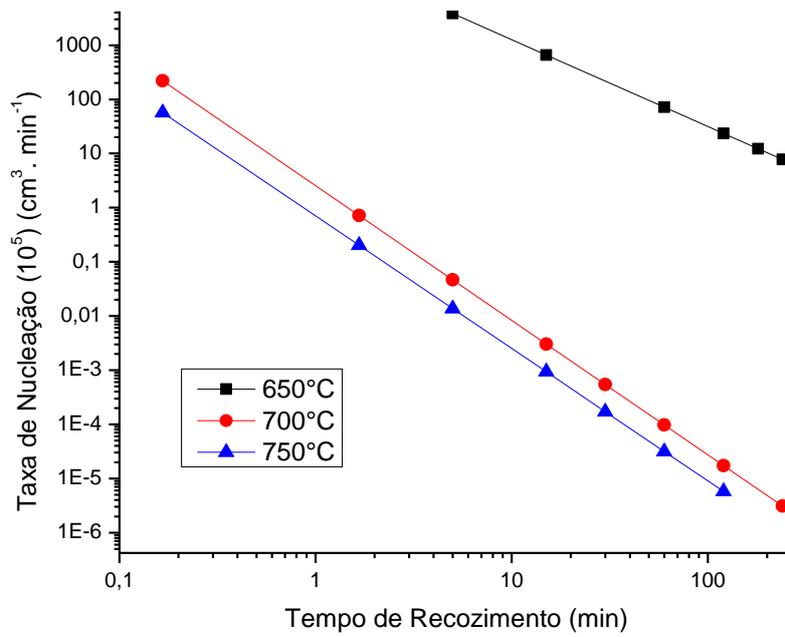


Figura 5. 29: Taxa de Nucleação com o tempo de recozimento das amostras LQR.

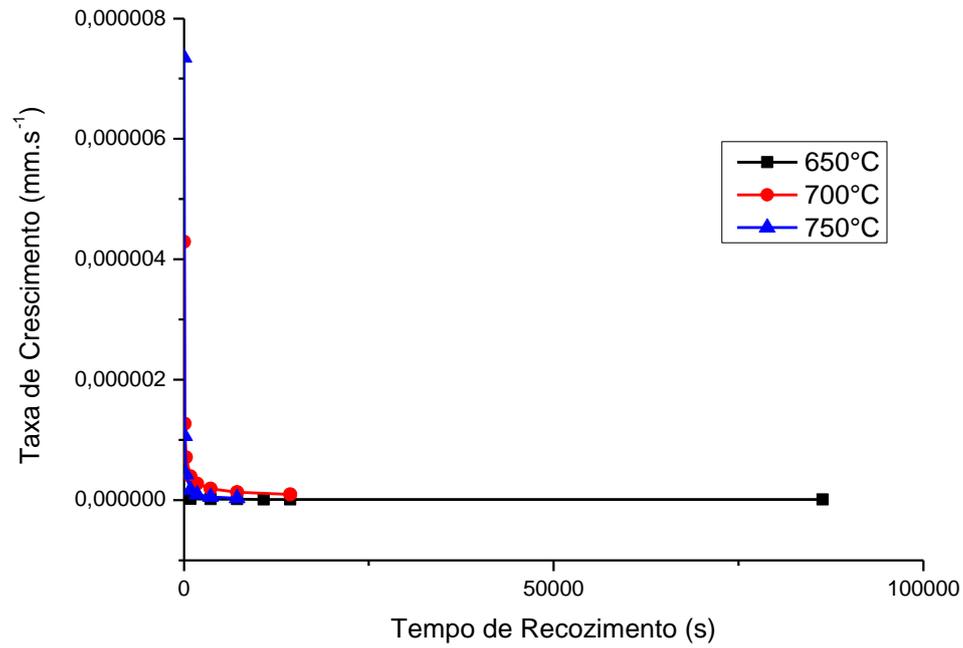


Figura 5. 30: Taxa de crescimento de grão com o tempo de recozimento das amostras LQNR.

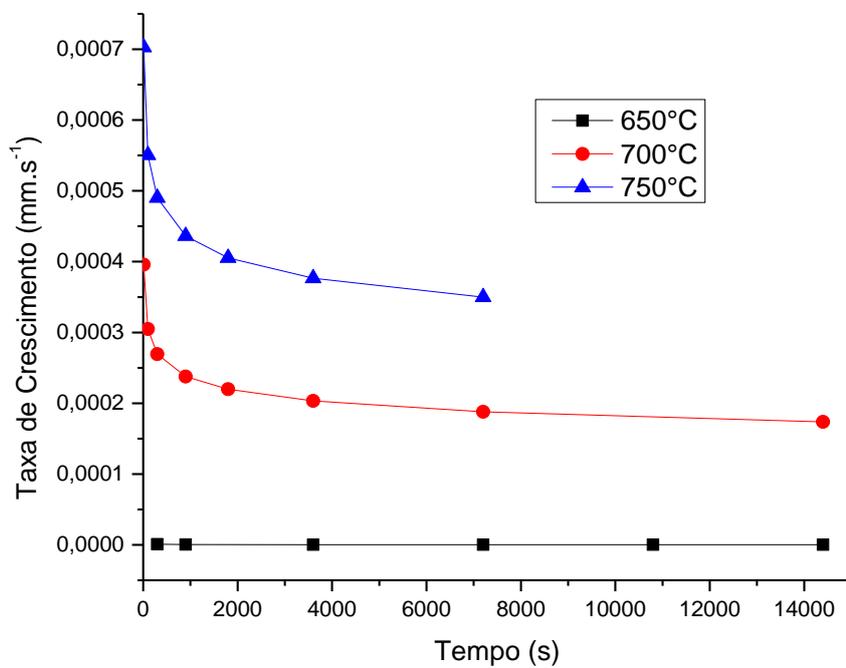


Figura 5.31. Taxa de crescimento de grão com o tempo de recozimento das amostras LQR.

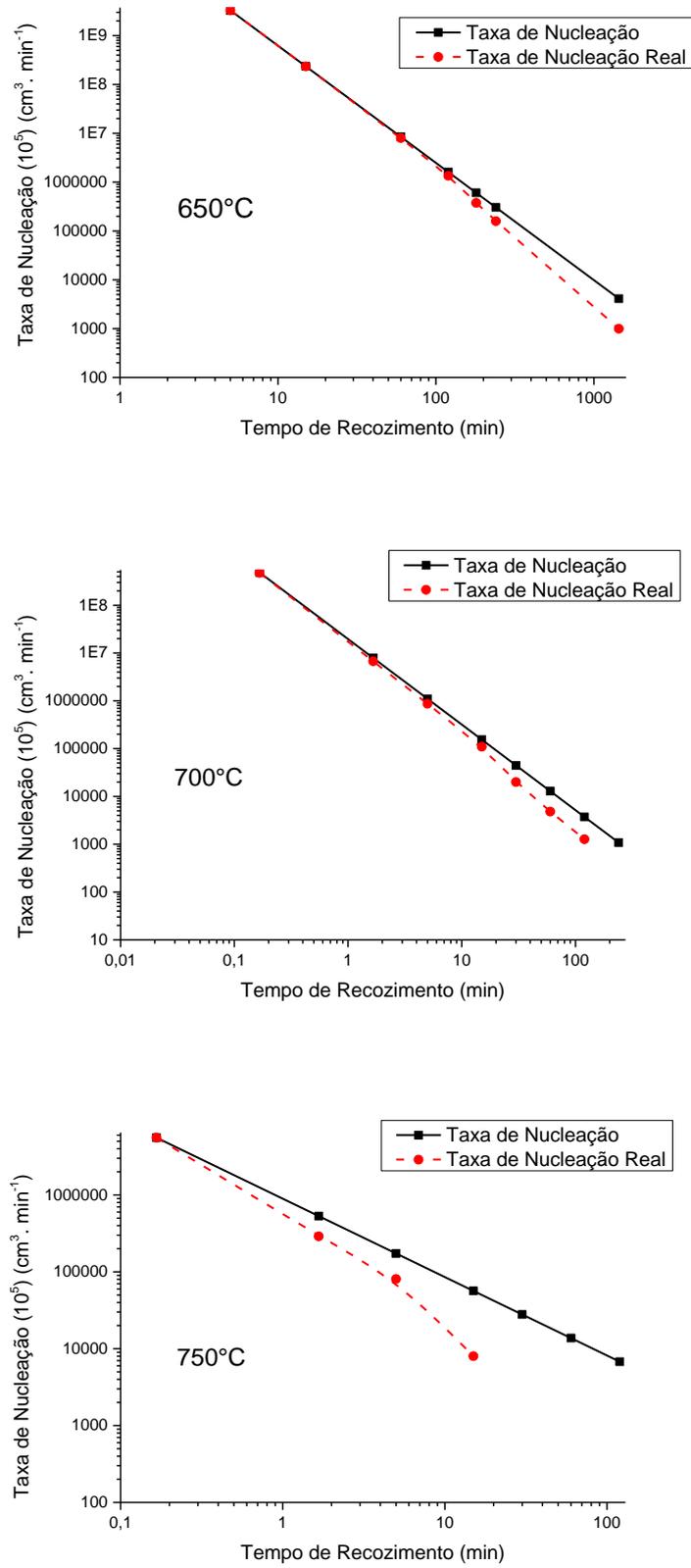


Figura 5.32. Taxa de nucleação convencional e real das amostras LQNR.

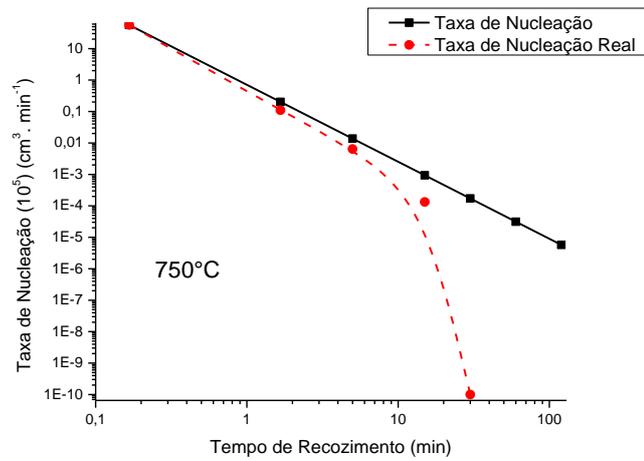
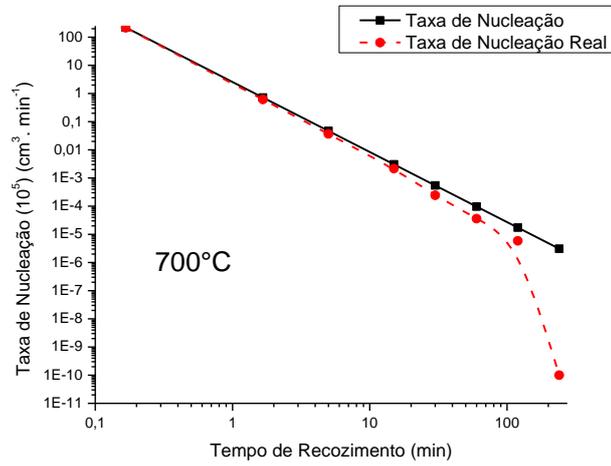
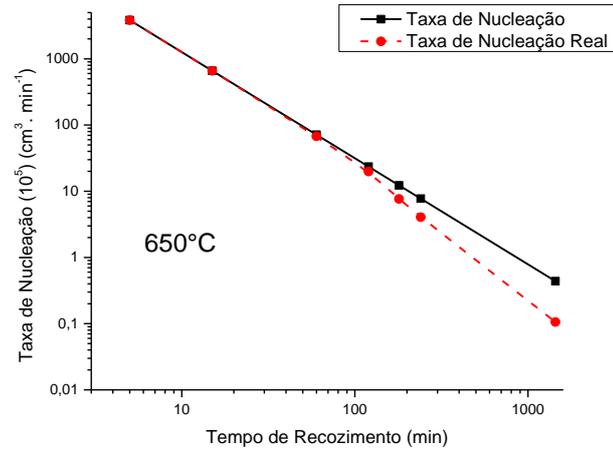


Figura 5.33. Taxa de nucleação convencional e real para as amostras LQR.

De acordo com Vandermeer e Rath ^[36], uma abordagem para se verificar se a nucleação acontece por saturação de sítios ou é dependente do tempo é realizando o cálculo do valor de $3m - 2n$, em que m e n são os parâmetros encontrados no modelo de JMAK da cinética de recristalização, para cada temperatura de recozimento. Caso esse valor seja muito próximo de zero, a nucleação é dita por ser por saturação de sítios, caso o contrário, ela é dependente do tempo. No presente trabalho os cálculos evidenciaram que a nucleação não se dá por saturação de sítios (exceto da amostra LQNR recozida a 750°C) e sim que ela é dependente do tempo, pois $3m - 2n$ para todas as situações se apresentaram bastantes diferentes de zero. A tabela 5.15 lista os valores encontrados para $3m - 2n$ em cada situação de recozimento para as amostras LQNR e LQR.

Tabela 5. 15: Valores de $3m - 2n$ para cada condição de recozimento das duas séries de amostras

Cinética de Recristalização						
	Não Recozidas			Recozidas		
	650°C	700°C	750°C	650°C	700°C	750°C
3m - 2n	-1,4	-0,79	-0,02	-0,45	-1,47	-1,38

5.5.3 Comparação entre as Cinéticas de Recristalização via Fração Amaciada e via Metalografia Quantitativa

Os valores do Expoente de Avrami (n) e da constante B para os dois métodos utilizados é mostrado na Tabela 5.16. As figuras 5.34 e 5.35 comparam melhor os valores de A e de X_v obtidos em cada condição de experimento (de acordo com as Tab. 5.8 e 5.11), das amostras LQNR e LQR, respectivamente.

Pode-se verificar que o comportamento do aço ao longo da recristalização é parecido quando medido de forma direta (metalografia quantitativa) ou indireta (fração amaciada), tornando-se próximo ao do modelo (curva rosa). O desvio

observado nas curvas é devido aos erros de medição, inerentes ao modelo de cinética de recristalização.

Tabela 5.16. Valores dos parâmetros do modelo de JMAK obtidos via fração amaciada e via metalografia quantitativa

Comparação da Cinética de Recristalização												
	Via Fração Amaciada						Via Metalografia Quantitativa					
	Não Recozida			Recozida			Não Recozida			Recozida		
	650°C	700°C	750°C	650°C	700°C	750°C	650°C	700°C	750°C	650°C	700°C	750°C
n	0,95	0,85	0,89	1,02	0,84	1,16	0,94	0,78	0,99	0,98	1,17	1,24
B	0,00006	0,0037	0,017	0,00003	0,0025	0,004	0,000055	0,001	0,0091	0,000023	0,0008	0,001

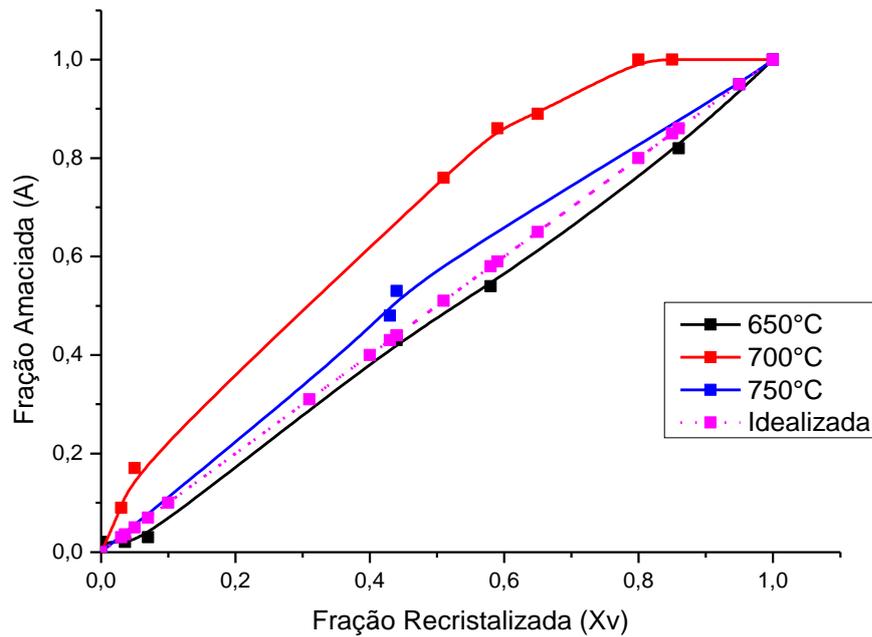


Figura 5. 34: Comparação da fração amaciada (A) e X_v das amostras LQNR.

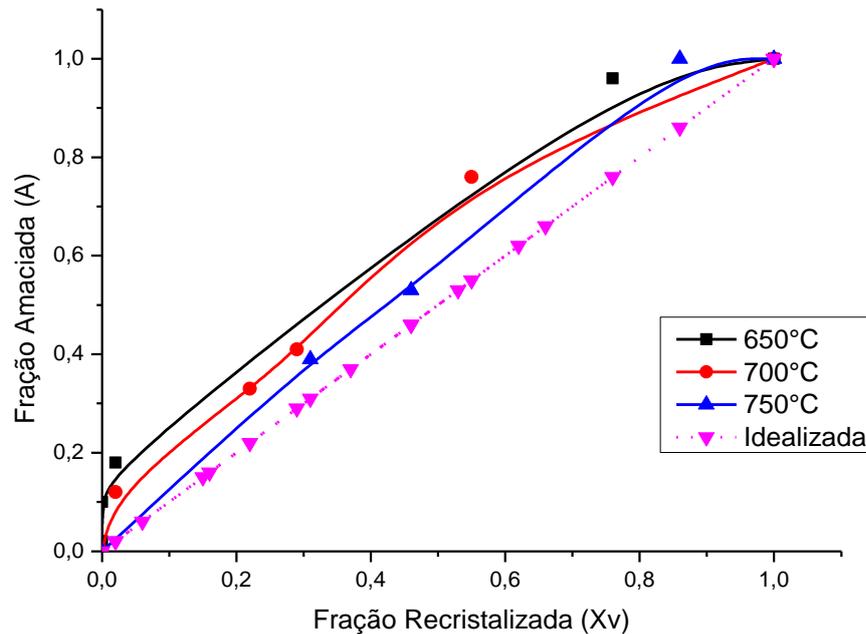


Figura 5. 35: Comparação da fração amaciada (A) e X_v das amostras LQR.

Os valores de n e de B encontrados na cinética de recristalização via fração amaciada e via metalografia quantitativa são similares e compatíveis com a literatura, embora os valores do expoente de Avrami apresentaram-se um pouco menor do que o esperado pelo modelo de JMAK, entre 1 e 4 [19,21]. Devido às condições de processamento as quais este material foi submetido, ou seja, alta redução (maior que 70%), os valores de n esperados seriam maiores do que o obtido [20]. Isto pode ser explicado pela presença de outras variáveis influentes no fenômeno de recristalização e que podem contribuir para um comportamento cinético diferente como [20]:

- Tamanho de grão inicial – contornos de grãos são sítios preferenciais para a nucleação, logo, quanto mais refinada é a microestrutura maior será a aceleração do processo de recristalização [20].
- Modo e quantidade de deformação – dita a uniformidade da distribuição da deformação, ou seja, da distribuição da energia armazenada ao longo da microestrutura [20].

- Solutos – podem segregar nos contornos de alto ângulo ou formarem “atmosferas” que irão dificultar a movimentação dos contornos e atrasar o processo de recristalização [20].
- Presença de partículas – pode ter um efeito de impedir a migração dos contornos, dependendo da relação entre sua fração volumétrica e seu tamanho médio [20].
- Efeito 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 [20].

5.5.4 Via Processamento e Análise de Imagens

As figuras 5.36 e 5.37 mostram a evolução da recristalização medida via processamento e análise de imagens das amostras LQNR e LQR, respectivamente. A cor azul indica a porção recristalizada (maior resolução), enquanto que a cor vermelha, a não recristalizada (menor resolução). As figuras 5.38 e 5.39 mostram os pontos obtidos via análise de imagens plotados no gráfico “fração recristalizada *versus* tempo de recozimento” via metalografia quantitativa das duas séries de amostras. Pode-se notar coerência dos pontos com as respectivas curvas, evidenciando que tal método de medição da fração recristalizada é confiável.

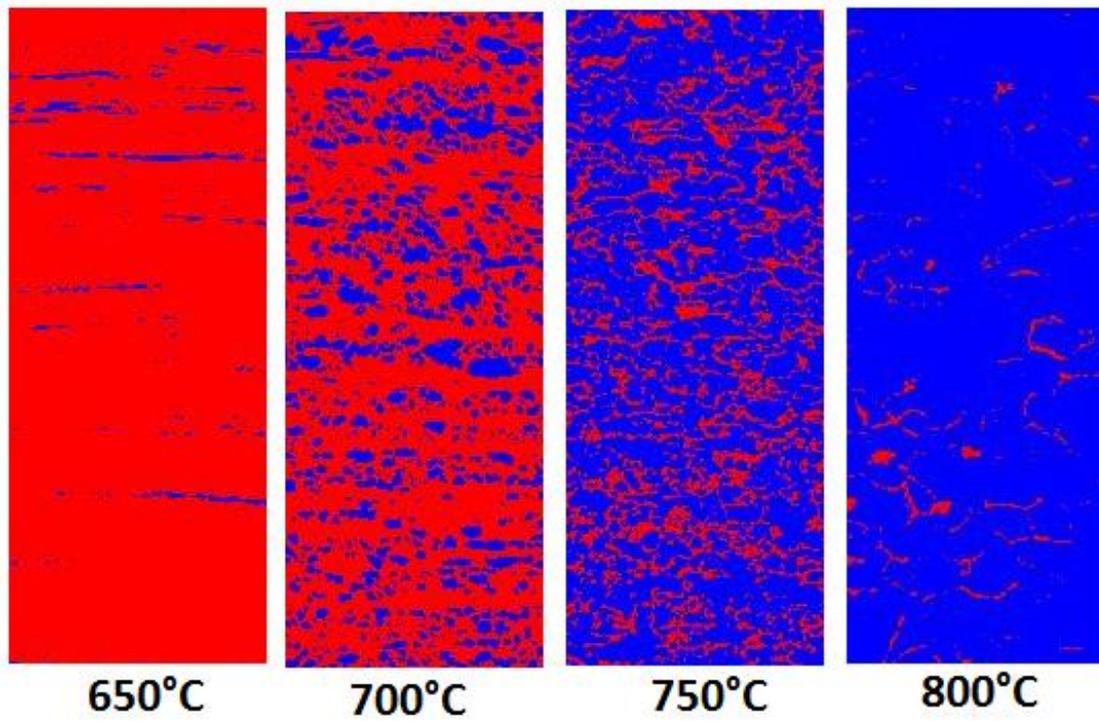


Figura 5. 36: Imagens das amostras LQNR obtidas pelo EBSD analisadas pelo programa para obtenção da fração recristalizada.

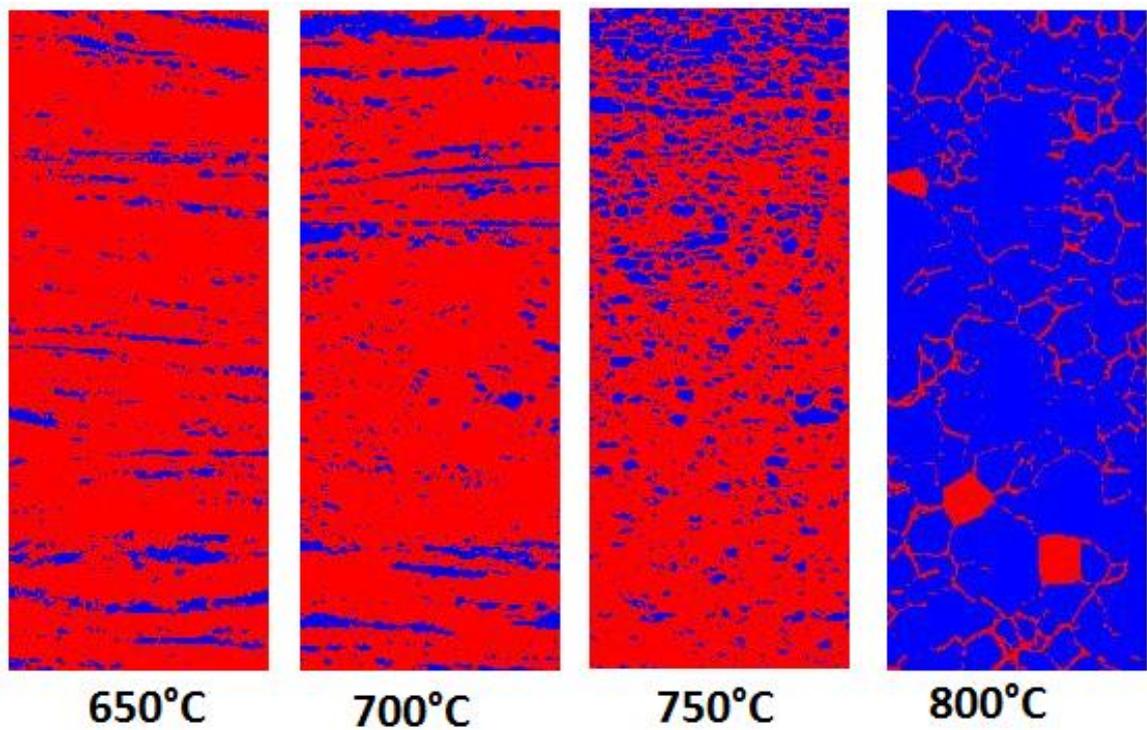


Figura 5. 37: Imagens das amostras LQR obtidas pelo EBSD analisadas pelo programa para obtenção da fração recristalizada.

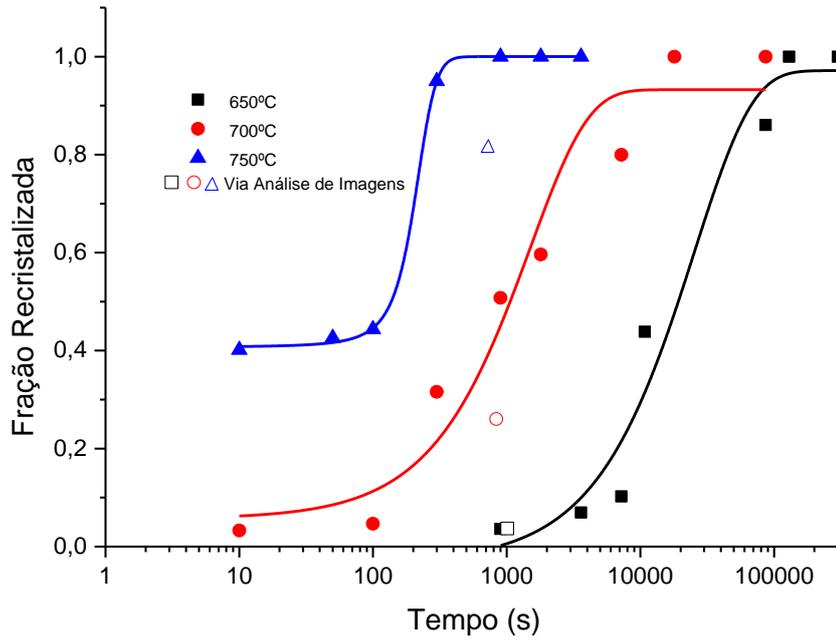


Figura 5. 38: Pontos obtidos via análise de imagens das amostras LQNR.

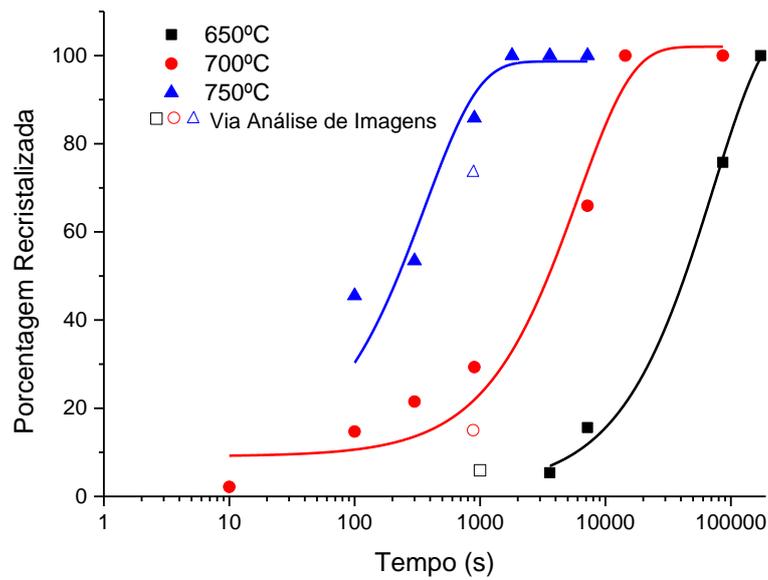


Figura 5. 39: Pontos obtidos via análise de imagens das amostras LQR.

5.6 Energia de Ativação para a Recristalização

Para determinar o tempo necessário para recristalizar metade da microestrutura (τ_{50}) traça-se uma linha horizontal que corresponde a 50% de recristalização nas curvas sigmóides isotérmicas da fração recristalizada *versus* o tempo de recozimento, como mostra a figura 5.40. A interseção dessa linha com as curvas em “S” fornece τ_{50} .

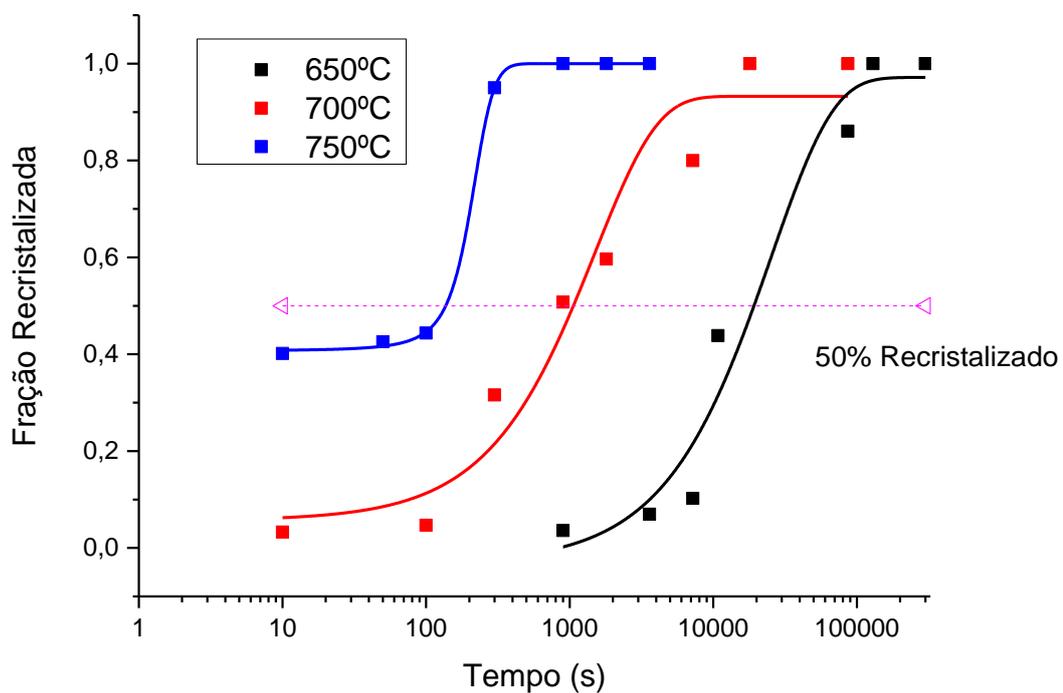


Figura 5. 40: Interseção da linha horizontal de 50% de recristalização nas curvas em "S" obtidas via metalografia quantitativa das amostras LQNR.

A relação entre τ_{50} e a temperatura pode ser expressa pela equação 5.4 em que $1/\tau$ é a velocidade com a qual 50% da estrutura se recristaliza, R é a constante dos gases ideais e Q é chamada de energia de ativação para a recristalização [37].

$$\frac{1}{\tau} = A e^{-Q/RT} \quad (5.4)$$

Há uma diferença entre a energia de ativação para a recristalização e a energia de ativação para movimentação de lacunas da recuperação. Esta pode ser relacionada diretamente com uma grandeza física simples: o valor da barreira

energética que um átomo deve ultrapassar para saltar uma lacuna. No caso da recristalização, o significado de Q não é tão bem explicado. Há boas razões para se acreditar que mais do que um processo esteja envolvido na recristalização, de forma que não se pode descrever Q de uma forma simples. Portanto, considera-se Q uma constante empírica [37].

A figura 5.41 apresenta a relação entre o logaritmo neperiano inverso de τ (em s) *versus* o inverso da temperatura absoluta tomados a partir das curvas em “S” obtidas via metalografia quantitativa e via fração amaciada das duas séries de amostras. As retas obtidas fornecem os valores de $\ln A$ (intercepto com o eixo y) e de $-Q/R$ (inclinação da curva). O valor de R utilizado foi 8,31 J/mol K, pôde-se, assim, encontrar os valores correspondentes à Q . A tabela 5.17 apresenta os valores de Q e de τ encontrados para as amostras LQNR e LQR pelos dois métodos de cinética de recristalização realizados.

A partir dos valores de τ apresentados, verifica-se pouca variação dos tempos necessários para recristalizar 50% da microestrutura. Os tempos calculados via metalografia quantitativa se apresentaram maiores do que os via fração amaciada. Observando os valores de τ pelo mesmo método para ambas séries de amostras, os valores são praticamente iguais quando calculados via fração amaciada e ocorre uma pequena diferença nos valores obtidos via metalografia quantitativa entre as amostras LQNR e LQR.

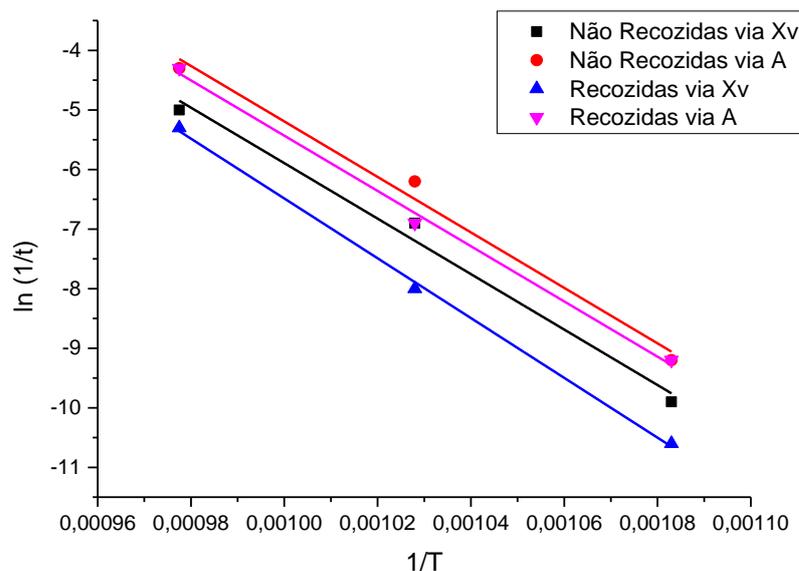


Figura 5. 41: Linearização da Eq. 5.4 para obtenção da energia de ativação para recristalização.

Tabela 5. 17: Valores da energia de ativação para recristalização e do tempo necessário para recristalizar 50% da microestrutura

Energia de Ativação e tempo para recristalizar 50% da microestrutura												
	Via Fração Amaciada						Via Metalografia Quantitativa					
	Não Recozidas			Recozidas			Não Recozidas			Recozidas		
	650°C	700°C	750°C	650°C	700°C	750°C	650°C	700°C	750°C	650°C	700°C	750°C
τ_{50} (s)	10000	500	75	10000	1000	75	20000	1000	150	40000	3000	200
Q (kJ/mol)	387			385			387			417		

Os tempos para recristalização de 50% da microestrutura é maior quanto menor é a temperatura de recozimento ^[9]. As variações obtidas nos valores de τ entre os dois métodos de cinética de recristalização podem ser explicadas pela presença de possíveis erros de medição, inerentes ao processo, durante a quantificação da fração recristalizada.

Os valores da energia de ativação (Q) encontrados foram altos quando comparados com a literatura. De acordo com Mohapatra em 2010 ^[38] o valor de Q obtido pelo modelo de JMAK para um aço TWIP após laminação a quente foi de 330 kJ/mol. Vandermeer e Rath ^[39] em 1989 encontraram, para o ferro puro, o valor de Q igual a 209 kJ/mol. Já Larouk e Bouhalais ^[40] encontraram, para um aço baixo carbono, um valor de Q igual a 403 kJ/mol, valor mais coerente com o encontrado neste trabalho. O fato de os valores de Q obtidos terem sido maiores que os da literatura pode ser explicado pela presença de nióbio, um elemento de tamanho atômico grande e com difícil capacidade de difusão na matriz do ferro, requerendo uma maior energia para que ocorra a recristalização nos materiais estabilizados com nióbio do que os não estabilizados. O elemento ferro também possui grande dificuldade de difusão na sua própria matriz, pelo mesmo motivo do nióbio, mas o maior valor de Q encontrado, em relação aos propostos por Vandermeer e Mohapatra se dá principalmente devido à presença do nióbio que possui maior energia de ativação para difusão no ferro (300 kJ) do que o próprio ferro (251 kJ) ^[41].

5.7 Textura Cristalográfica

A microtextura foi realizada nos centros das amostras de forma a se investigar as orientações dos grãos ferríticos no plano longitudinal da espessura de laminação formado pelas direções DL e DN. As componentes de textura representadas pelas ODF (função de distribuição de orientações), correspondem à seção 45° com o ângulo de Bunge φ_2 constante.

5.7.1 Textura das amostras como fornecidas

As amostras como fornecidas foram submetidas à laminação a quente, sendo que uma das séries em questão neste trabalho foi submetida a um posterior recozimento e a outra série não. A figura 5.42 mostra as ODF das duas séries das amostras como fornecidas. Nas amostras LQNR nota-se a predominância da componente $(112)[1\bar{1}0]$ pertencente à fibra α , enquanto que na amostra LQR predomina-se as componentes pertencentes à fibra γ $(111)[1\bar{1}0]$, $(111)[1\bar{2}1]$ e $(111)[0\bar{1}1]$. A presença da fibra α é característica do material deformado, enquanto que a da fibra γ é do material recozido. A amostra LQNR apresentou maior quantidade de grãos com orientação de deformação após laminação a quente do que as LQR. A figura 5.43 mostra o mapa de orientação das duas séries de amostras como fornecidas.

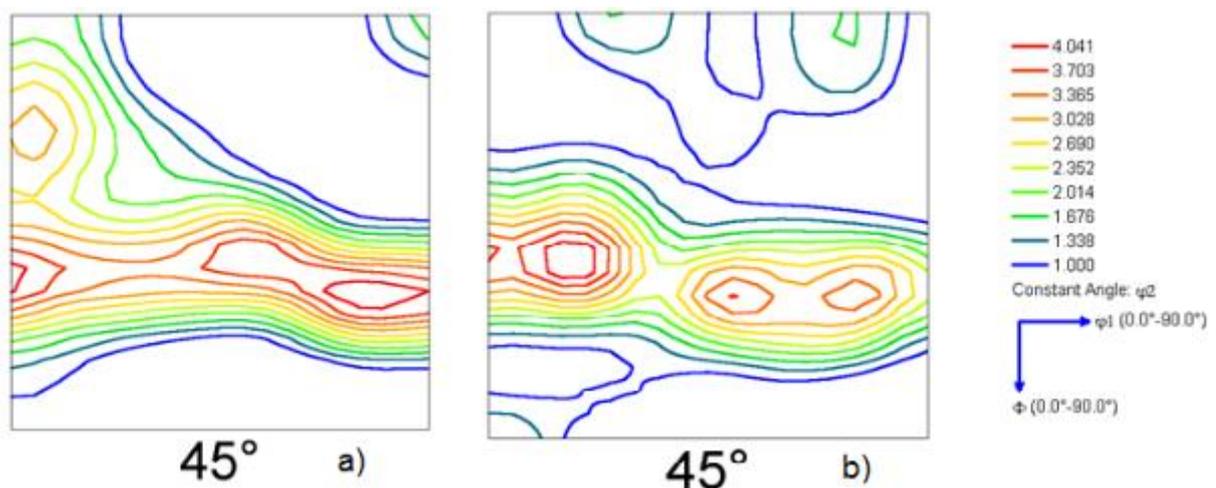


Figura 5. 42: ODF das amostras como fornecidas: (a) LQNR e (b) LQR.

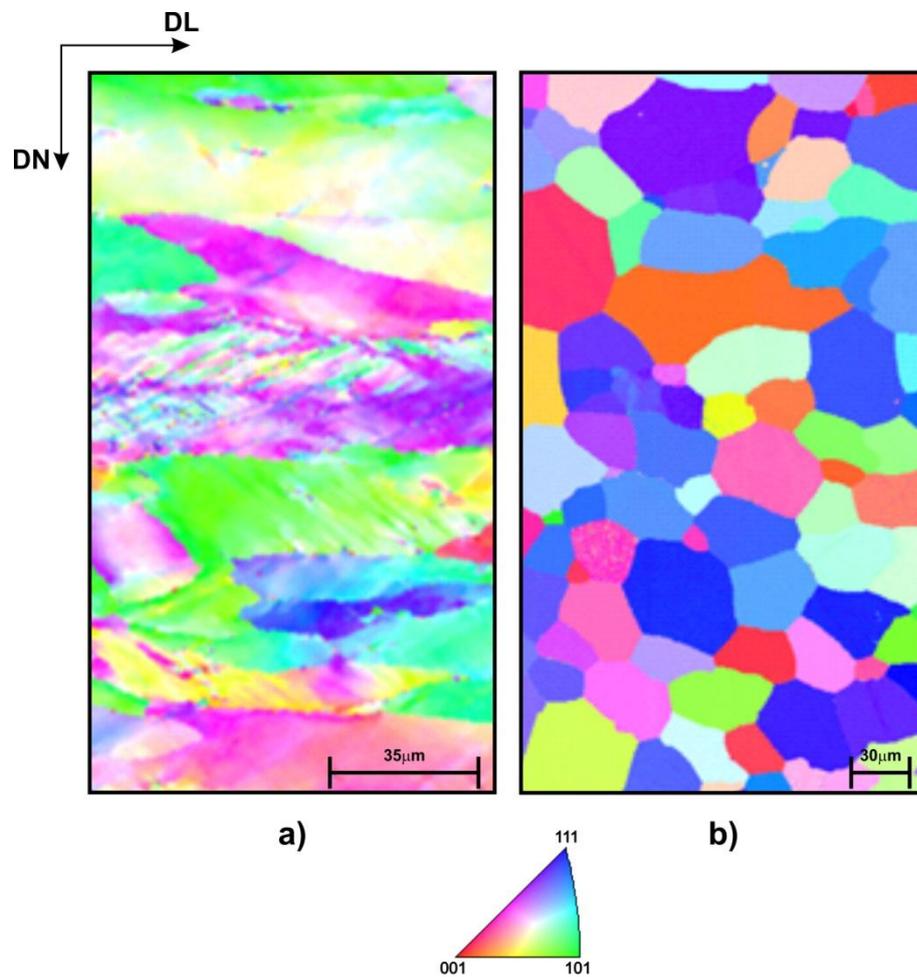


Figura 5. 43: Mapa de orientação dos grãos das duas séries de amostras como fornecidas: a) LQNR e b) LQR.

A figura 5.43 revela certa heterogeneidade de orientação dos grãos com predominância de orientação nas amostras recozidas das componentes $(111)\langle uvw \rangle$ e nas não recozidas das componentes $(101)\langle uvw \rangle$ e menor intensidade da $(111)\langle uvw \rangle$ do que nas recozidas. A componente $(101)\langle uvw \rangle$ é a componente Goss e está designada pela cor verde nos mapas de orientação, ela aparece devido à forte deformação por cisalhamento sofrida pelo material, assim como também podem aparecer, nessa mesma situação, as componentes Dillamore $(44\bar{1}\bar{1})[11\ 11\ 8]$, Latão $(110)[\bar{1}12]$ e Cobre $(112)[11\bar{1}]$ [4,31].

A figura 5.44 mostra as imagens de IQs (*Image Quality*) das amostras LQNR e LQR. Os grãos se apresentam mais homogêneos e refinados nas LQR, enquanto

que nas LQNR os grãos estão panquecados na direção de laminação e mais deformados. Essa diferença na microestrutura é proveniente do recozimento no qual as amostras recozidas foram submetidas.

O tamanho médio dos grãos foi medido usando o programa Image-Pro-Plus, como especificado no item “Metodologia” deste trabalho, e a amostra LQNR apresentou um tamanho médio de grão de 40 μm , enquanto que a LQR foi de 30 μm . O recozimento após a laminação a quente sofrido pelas amostras recozidas possibilitou a ocorrência do processo de recristalização na microestrutura, consumindo a energia armazenada na deformação a quente para permitir a recuperação, nucleação e o crescimento do grão, obtendo assim, um maior refinamento da microestrutura e uma menor quantidade e distribuição de defeitos cristalinos.

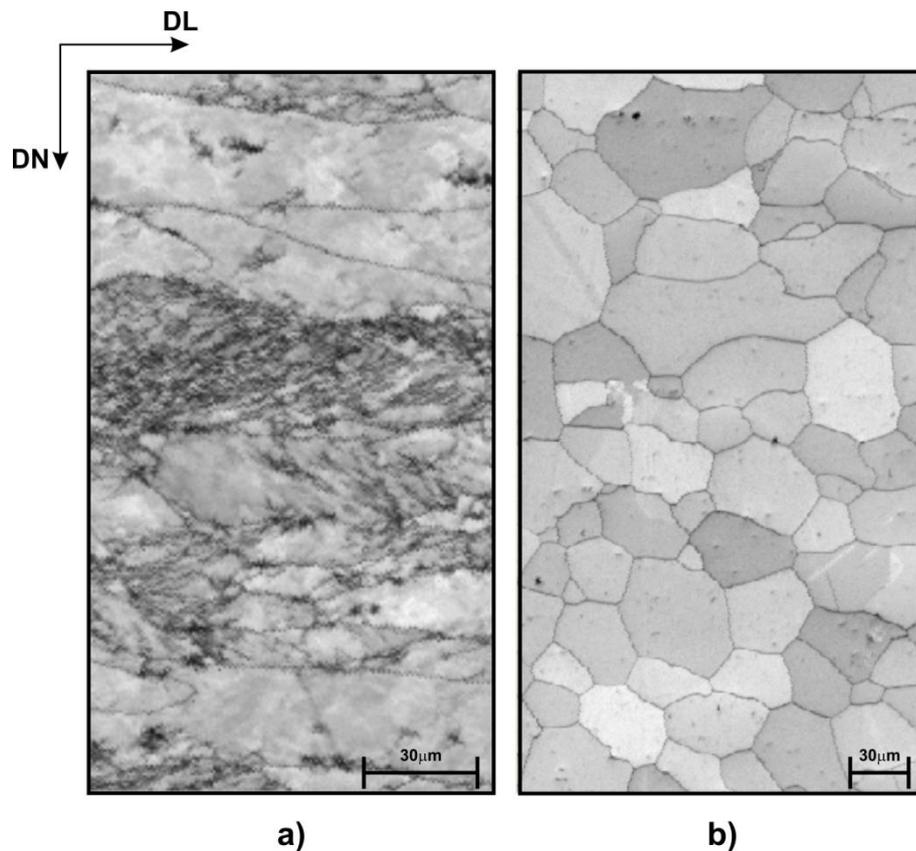


Figura 5. 44: Imagem de qualidade das amostras como fornecidas laminadas a quente: (a) LQNR (b) LQR.

5.7.2 Textura das amostras laminadas a frio

As texturas das amostras laminadas a frio das duas séries de amostras são apresentadas na figura 5.45 e os mapas de orientações dos grãos são apresentados na figura 5.46.

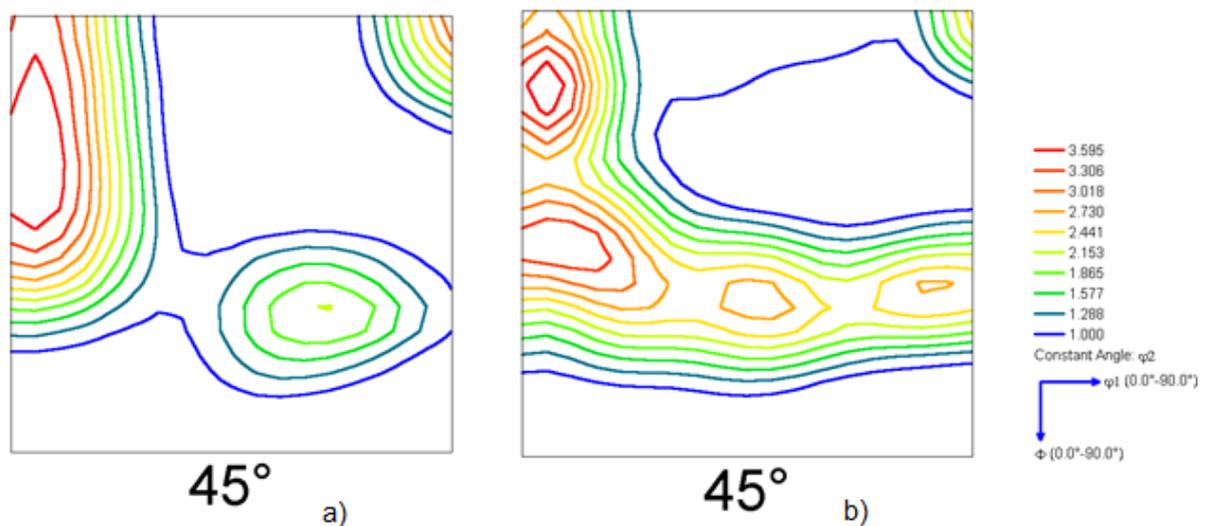


Figura 5. 45: ODF das amostras laminadas a frio: (a) LQNR e (b) LQR.

As ODF da figura 5.45 mostraram alta intensidade da fibra α com alta intensidade das componentes $(112)[1\bar{1}0]$ nas amostras LQNR e $(112)[1\bar{1}0]$ e $(114)[1\bar{1}0]$ nas amostras LQR. Essa alta intensidade da fibra α é herdada da forte textura inicial de laminação a quente [4,31]. Ressalta-se a presença de componentes pertencentes à fibra γ com uma fraca intensidade da componente $(111)[0\bar{1}1]$ na amostra não recozida e alta intensidade da componente $(111)[1\bar{1}0]$ e, com menor intensidade, as componentes $(111)[0\bar{1}1]$ e $(111)[1\bar{2}3]$ na amostra recozida. Na condição de laminada a frio, as amostras se encontram encruadas e era de se esperar maior intensidade da fibra α do que da fibra γ pois, de acordo com Rodrigues [4], para reduções maiores que 75% a fibra α é fortalecida ao longo de toda espessura da tira, principalmente na região central, onde foi realizada a análise.

Em ambas as amostras, mesmo após a redução a frio de 80%, é clara a presença da componente cubo girado $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ com uma maior intensidade na

amostra não recozida do que na recozida, sugerindo que a mesma foi retida e intensificada durante a laminação a frio já que ela também se encontra presente nas amostras laminadas a quente, embora com menor intensidade. De acordo com Siqueira [33], a presença desta componente sugere a ausência de recristalização na microestrutura. Nota-se posteriormente que, à medida que o recozimento prossegue, essa componente diminui até desaparecer à medida que o aço se recristaliza.

Com os mapas de orientação é possível identificar, poucos grãos com orientação pertencente à fibra γ (grãos em coloração roxa e azul escuro) ressaltando ainda mais sua fraca intensidade nos materiais deformados como mencionado anteriormente. Os grãos com orientação cubo girado são apresentados de cor vermelha e estão presentes de forma mais intensa na amostra não recozida do que na recozida, como também, concluído através da análise pelas ODF. A maior parte dos grãos se apresenta em azul claro caracterizando as orientações representadas pelas componentes citadas anteriormente pertencentes à fibra α .

Com a análise das ODF e dos mapas de orientação é possível comparar as texturas obtidas com as orientações de cada grão na microestrutura e relacioná-los com as propriedades do material em cada condição de tratamento térmico. Pode-se perceber que ocorre diminuição da intensidade da fibra α à medida que ϕ_1 aumenta.

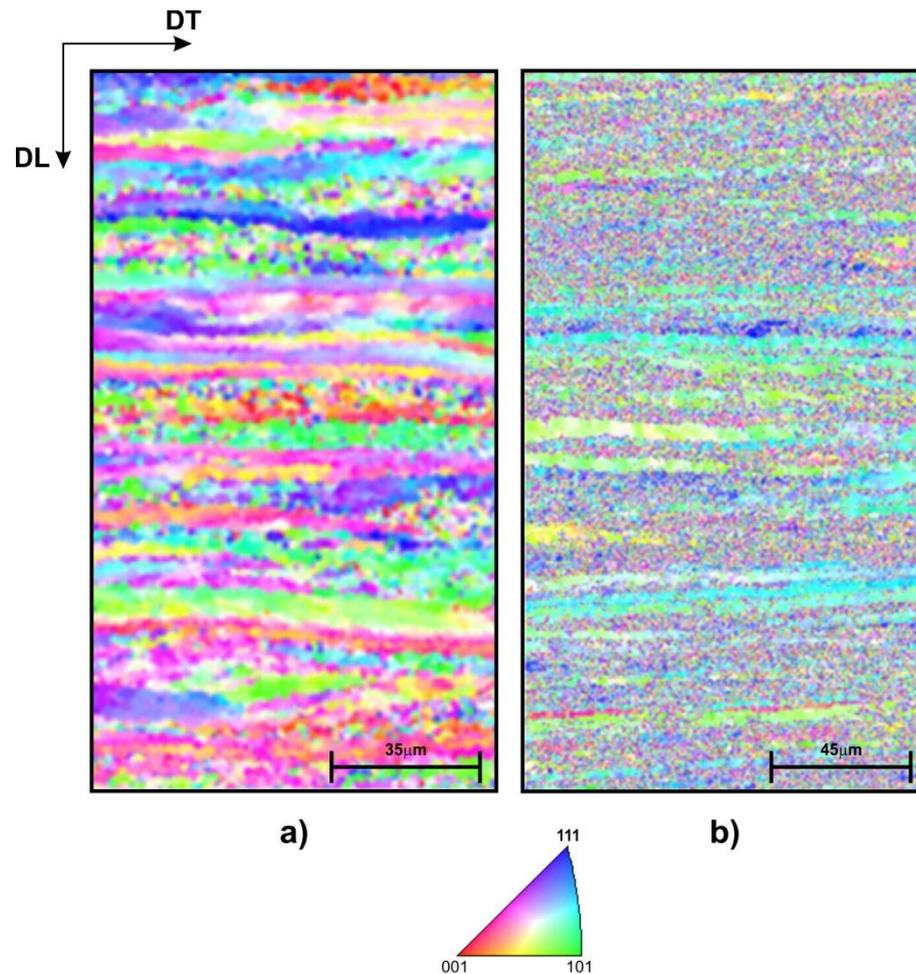


Figura 5. 46: Mapas de orientação para as amostras laminadas a frio: (a) LQNR e (b) LQR.

A figura 5.47 mostra as IQ das amostras encruadas. É possível observar os grãos altamente deformados na direção de laminação, como a redução foi de 80%, uma quantidade relativamente alta, a energia armazenada na deformação é alta. Da mesma forma que nas amostras no estado de fornecimento, a microestrutura das amostras LQR é mais refinada que a das LQNR devido ao recozimento após laminação a quente.

É importante ressaltar que a qualidade das imagens das amostras encruadas é inferior à das amostras recristalizadas devido à dificuldade de indexação dos pontos pelo câmara do EBSD em função de uma alta resolução necessária para nessas amostras.

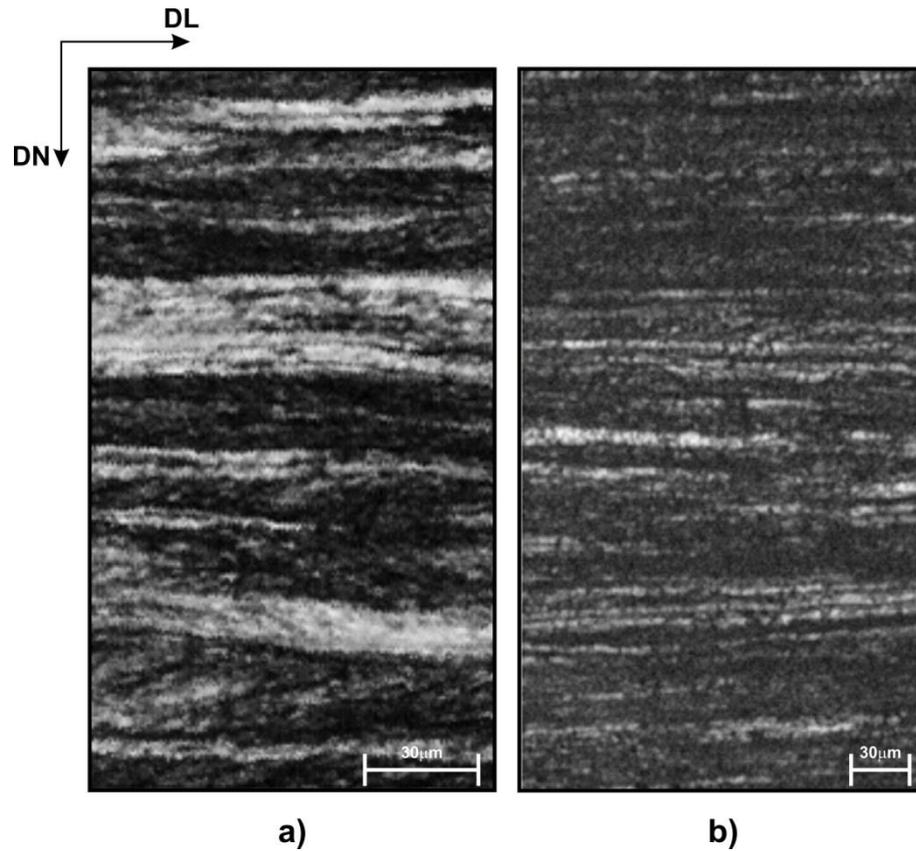


Figura 5. 47: IQ das amostras encruadas: a) LQNR e b) LQR.

5.7.3 Amostras laminadas a quente e não recozidas (LQNR)

As figuras 5.48 a 5.50 mostram a evolução da textura, dos mapas de orientações dos grãos e da microestrutura (IQ), respectivamente, para as amostras LQNR, recozidas nas temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C em diferentes tempos. As amostras e seus respectivos tratamentos térmicos apresentadas neste item estão designadas por letras de A a I, mostrados na tabela 5.1 do tópico “Microscopia Óptica” dos “Resultados e Discussão” deste trabalho.

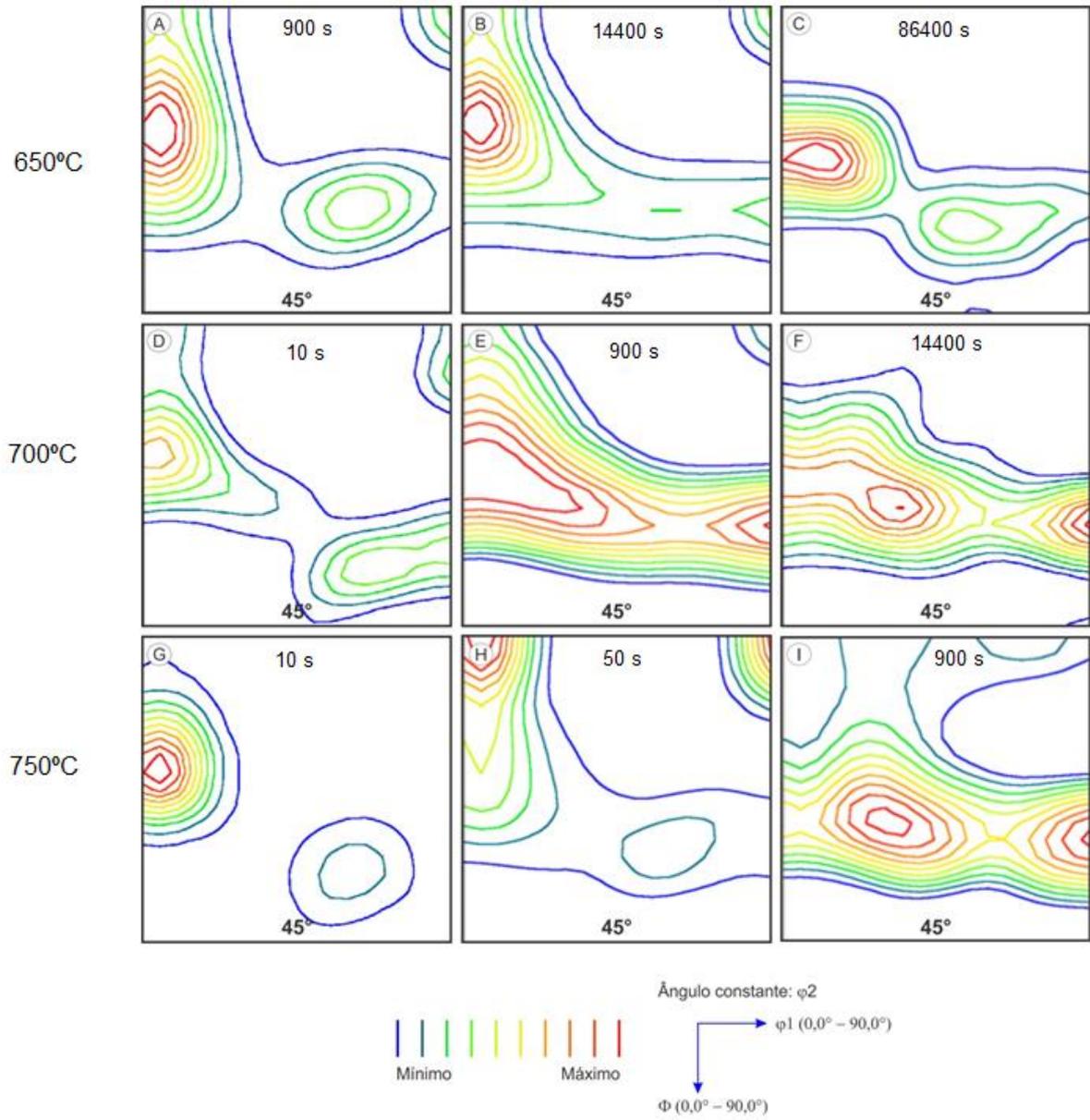


Figura 5. 48: ODF das amostras LQNR.

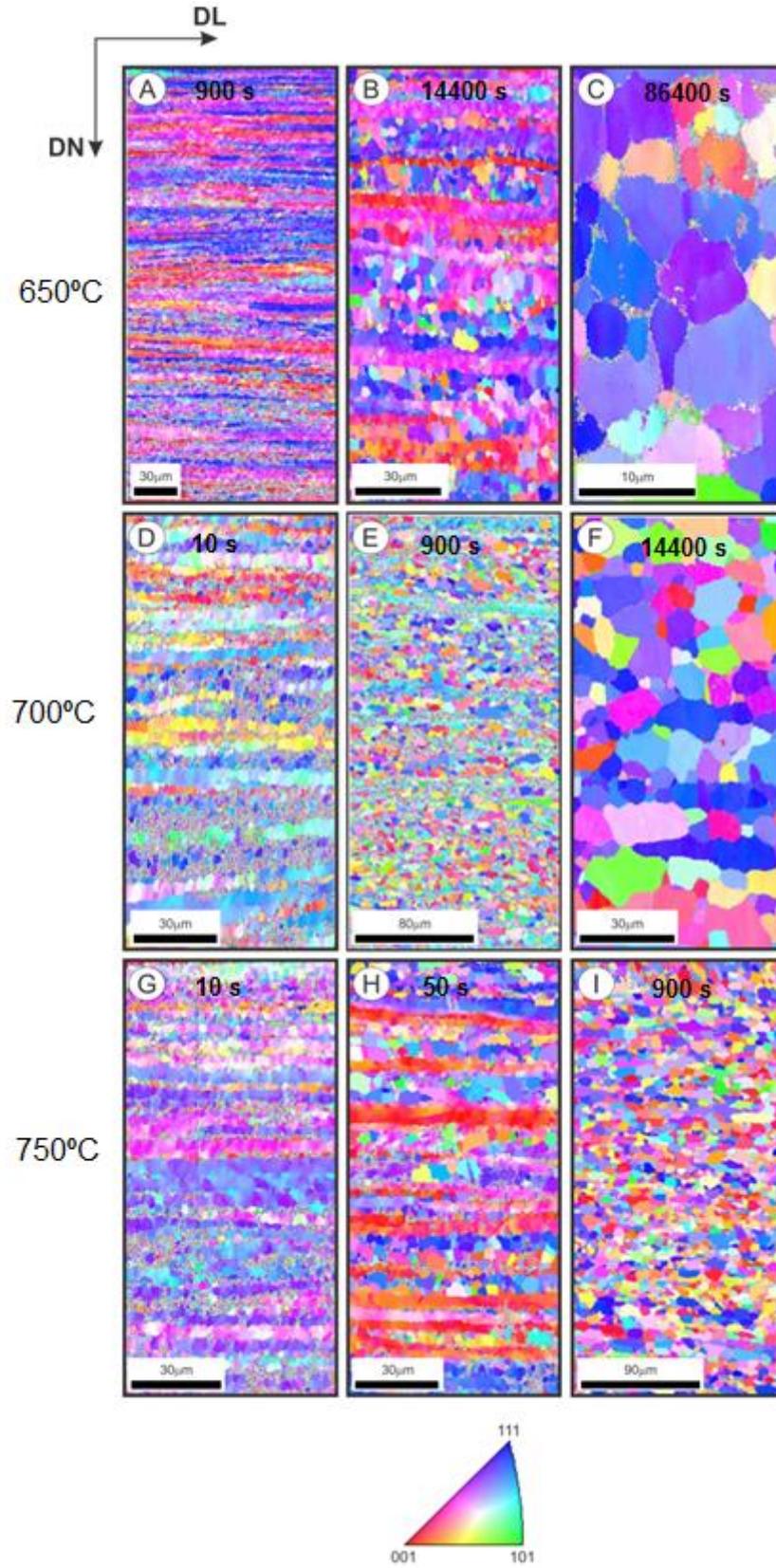


Figura 5. 49: Mapas de orientação para as amostras LQNR.

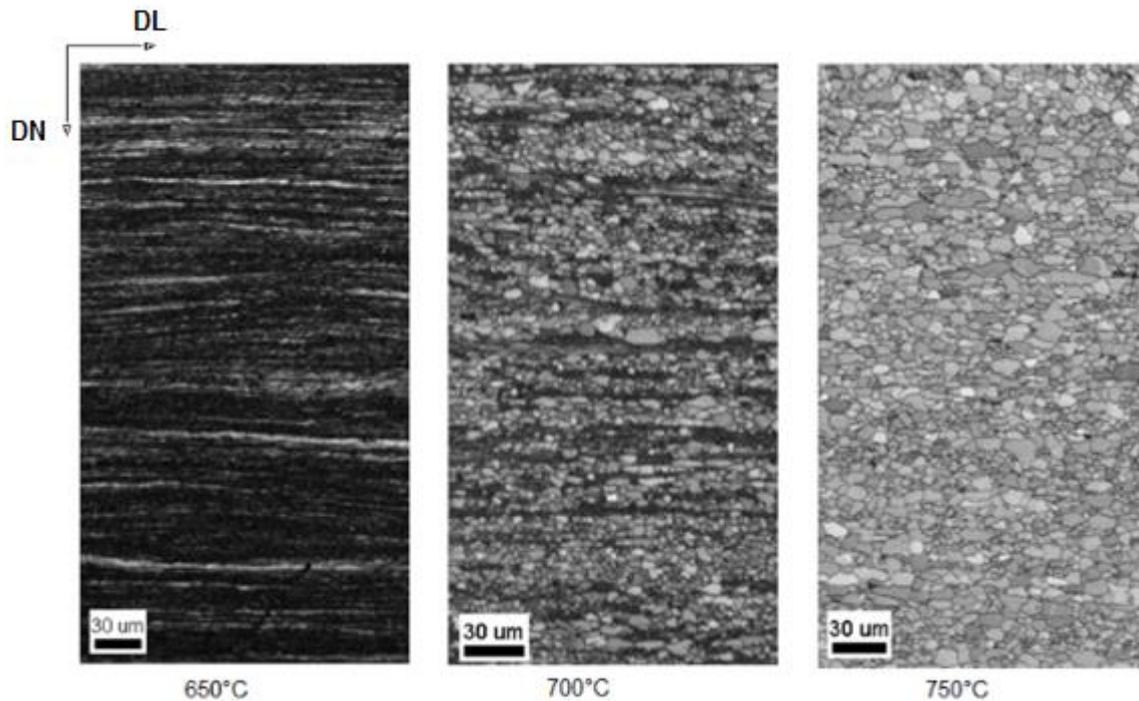


Figura 5. 50: Imagem de qualidade das amostras LQNR.

A evolução da textura com o tempo de recozimento, em todas as temperaturas, revelou uma diminuição das componentes pertencentes à fibra α e aumento das componentes pertencentes à fibra γ . O aumento da temperatura de recozimento afetou diretamente a intensidade da fibra γ . Essa diferença de intensidade se deu principalmente entre a amostra recozida a 650°C, na qual aparece mais fraca, para a recozida a 700°C, em que ela aparece mais forte, tendo pouca diferença de intensidade entre a de 700°C e a de 750°C.

As amostras designadas pelas letras A, D e G na figura 5.48 apresentaram a mesma textura caracterizada pela presença da componente $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$ pertencente à fibra α , fraca intensidade da componente $(111)[0\bar{1}1]$ pertencente à fibra γ , sugerindo já o início do processo de recristalização. A componente cubo girado $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ está presente somente nas amostras A e D, caracterizando resquícios da textura de deformação.

Nas amostras designadas pelas letras B, E e H o processo de recristalização se encontra em evolução e ocorre a diminuição das componentes que caracterizam o material deformado e o aumento daquelas que caracterizam o material recristalizado. Após a completa recristalização (amostras C, F e I) a textura

predominante são as componentes pertencentes à fibra γ : $(111)[1\bar{2}1]$ e $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ que aparecem mais intensas e $(111)[0\bar{1}1]$ e $(111)[1\bar{1}0]$ em menor intensidade.

Com o aumento da temperatura de recozimento, menor é o tempo necessário para a total recristalização. O processo de nucleação é um processo termicamente ativado e um longo tempo de recozimento aumenta o número de núcleos preferencialmente nas regiões com alta energia armazenada [4]. Um menor tempo de tratamento pode acarretar em uma textura residual de deformação no material já recristalizado, como no caso da componente cubo girado que aparece na amostra recozida a 750°C por 900 s, completamente recristalizada.

Os mapas de orientação apresentados na figura 5.49 mostram que nas amostras recozidas a 650°C, os grãos se apresentaram com orientação bastante homogênea e, de acordo com o prosseguimento do tratamento térmico, ou seja, da amostra designada pela letra A até a C ocorreu a diminuição da quantidade de grãos em vermelho (com orientação cubo girado) e aumento da quantidade de grãos em azul, com orientação $\{111\}\langle uvw \rangle$. Pode-se perceber o aumento significativo do tamanho do grão recristalizado nas amostras recozidas por 86400 s (24 h).

Os grãos das amostras recozidas (D, E e F) a 700°C apresentaram orientações parecidas com as das recozidas a 650°C, embora com uma maior heterogeneidade ao longo de toda a microestrutura. Já os grãos das amostras recozidas a 750°C (G, H e I) apresentaram orientações ainda mais heterogêneas à medida que o recozimento procedeu, começando com uma orientação predominantemente $(111)[uvw]$ e tendendo a ter maior quantidade de grãos com orientação cubo girado, sugerindo que ainda possui resquícios da orientação do material laminado a quente. Também se observou crescimento do grão recristalizado com o recozimento para as duas últimas temperaturas.

As IQ das amostras não recozidas apresentadas na figura 5.50 mostram a evolução da microestrutura com a temperatura de recozimento para as amostras recozidas por 900 s.

5.7.4 Amostras laminadas a quente e recozidas (LQR)

As figuras 5.51 e 5.52 mostram a evolução da textura, dos mapas de orientações dos grãos e da microestrutura (Imagem de Qualidade), respectivamente, para as amostras no estado de fornecimento recozidas, recozidas nas temperaturas de 650°C, 700°C e 750°C em diferentes tempos. Da mesma forma que no item anterior, as amostras e seus respectivos tratamentos térmicos apresentadas neste item estão designadas por letras, de A a I, mostrados na tabela 5.2 do tópico “Microscopia Óptica” dos “Resultados e Discussão” deste trabalho.

As texturas das amostras recozidas são semelhantes às das não recozidas, tendo no início do processo alta intensidade das componentes pertencentes à fibra α (textura de deformação a frio) e resquícios da textura de laminação a quente (componente cubo girado), que vão diminuindo à medida que as componentes da fibra γ aumentam em intensidade ao longo do recozimento.

As amostras LQR apresentaram uma menor intensidade da fibra γ do que as amostras LQNR. O recozimento em que elas foram submetidas antes da laminação a frio indica que a quantidade de energia armazenada na deformação a frio foi menor nessas amostras do que nas que não foram recozidas, diminuindo a taxa de recristalização nas mesmas.

A figura 5.53 mostra a evolução da microestrutura com a temperatura de recozimento das amostras recozidas por 900 s. A microestrutura se apresentou bastante refinada comparada com as amostras LQNR.

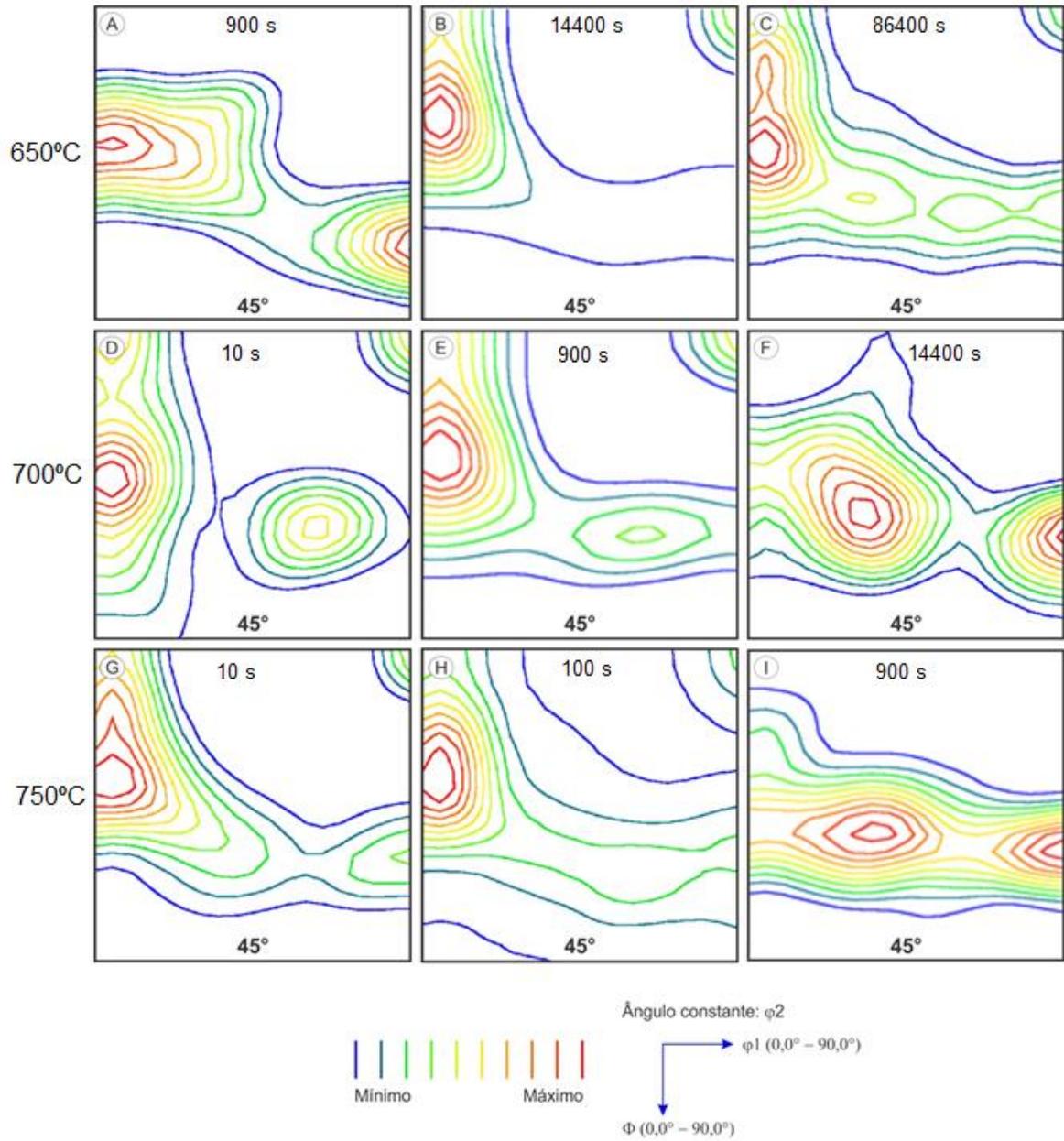


Figura 5. 51: ODF das amostras LQR.

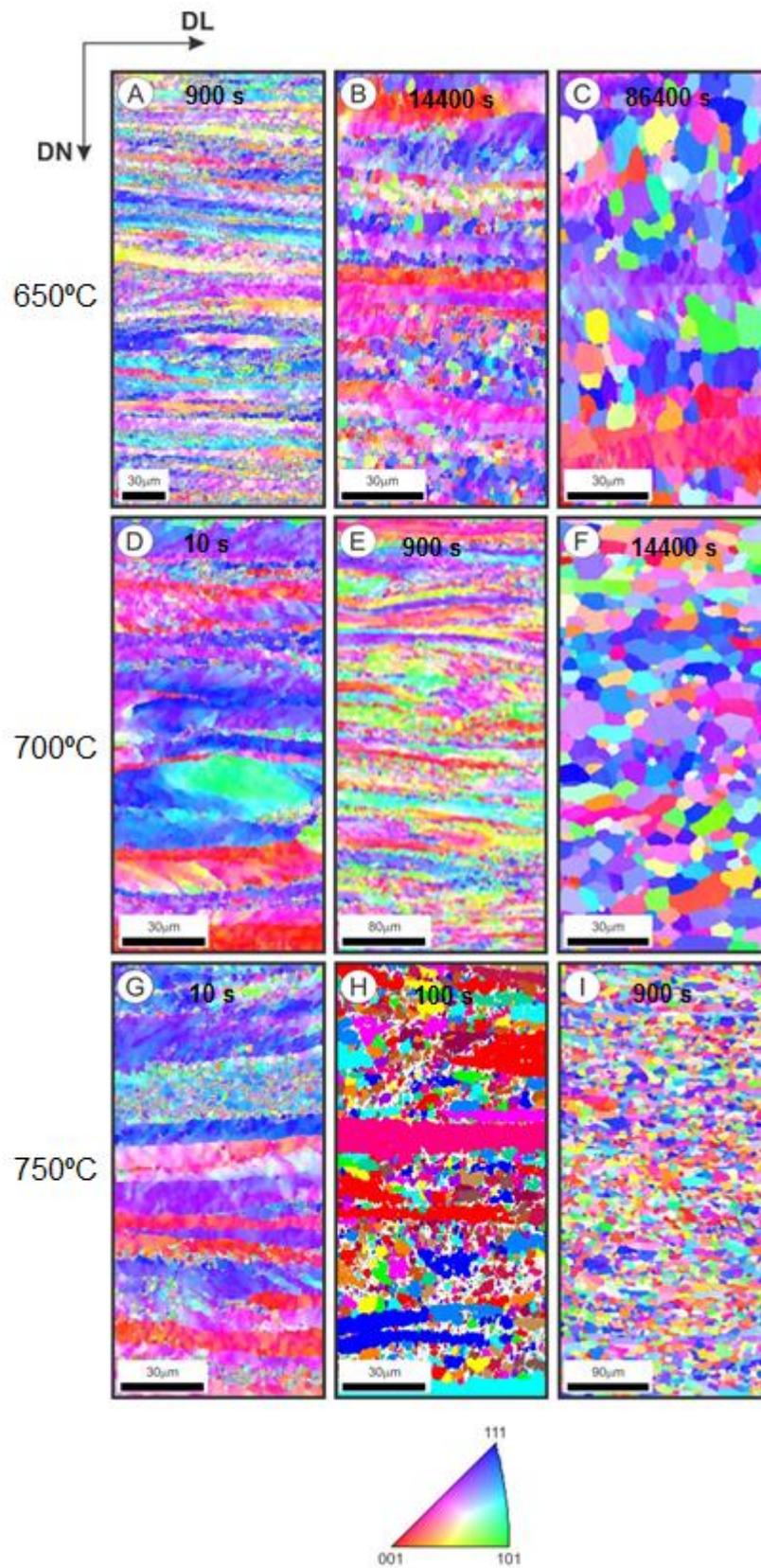


Figura 5. 52: Mapas de orientação das amostras LQR. As letras de A a I designam as amostras representadas pela tabela 5.2.

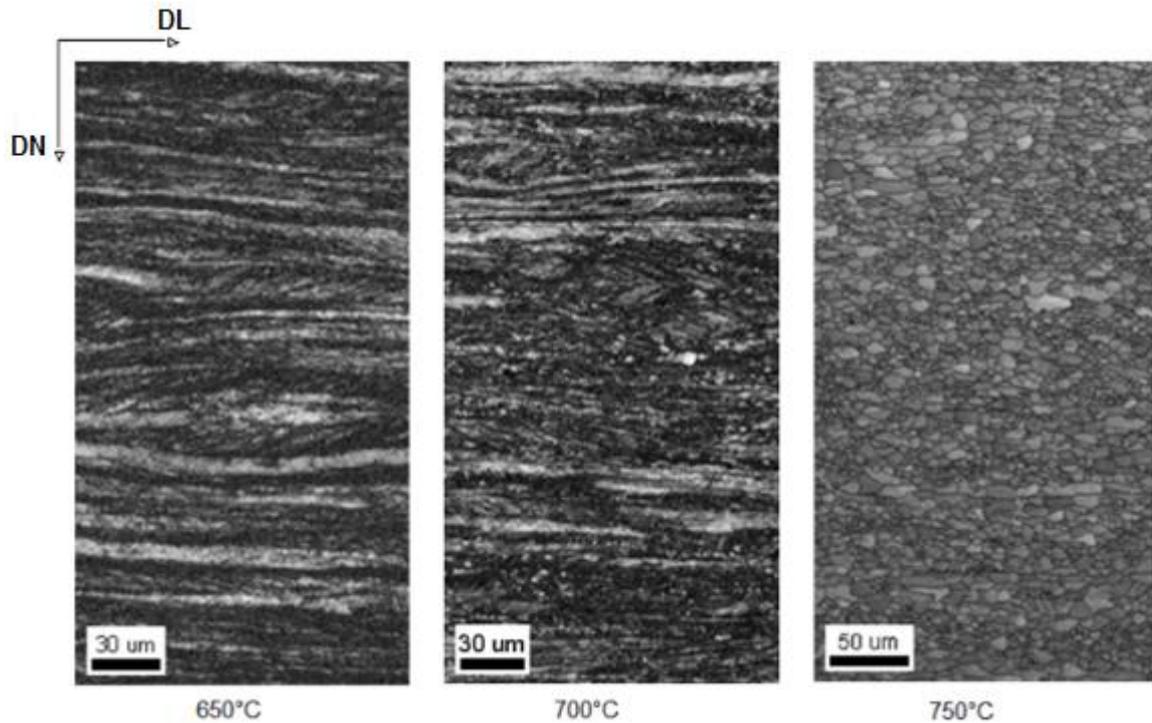


Figura 5. 53: Imagem de qualidade das amostras LQR para um tempo de 900 s de encharque.

5.7.5 Amostras recozidas a 800°C

A figura 5.54 mostra as texturas das amostras como fornecidas não recozidas e recozidas, ambas submetidas ao tratamento de recozimento a 800°C por 900 s. Pela análise microestrutural, no início do tópico “Resultados e Discussão” deste trabalho, estas amostras se encontraram completamente recristalizadas ($X_v = 1$ ou $X_v = 100\%$), logo a textura das mesmas é aquela característica do material recristalizado, ou seja, alta intensidade das componentes pertencentes à fibra γ .

Como pode ser observado nas ODF apresentadas na figura 5.54, as texturas tanto da amostra como fornecida não recozida quanto da recozida apresentaram alta intensidade das componentes $(111)[\bar{1}\bar{1}0]$ e $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ pertencentes à fibra γ . Pode-se observar o completo desaparecimento da textura característica do material deformado (componentes pertencentes à fibra α), o que é de se esperar, uma vez que o material se apresenta completamente recristalizado. De acordo com Raabe e Lucke ^[33], à medida que a recristalização ocorre, as componentes pertencentes à fibra α tendem a diminuir. Observa-se também a diminuição da componente cubo

girado antes presente nas amostras laminadas a quente e a frio, o que, de acordo com Siqueira [33] sugere que o material se encontra recristalizado, pois não há a presença da textura que indica a ausência de recristalização.

A amostra da série recozida apresenta baixa intensidade da componente cubo (001)[0 $\bar{1}$ 0] o que não era de se esperar, para o material recristalizado, em $\varphi_2 = 45^\circ$ e sim em $\varphi_2 = 0^\circ$ [25]. O fato de aparecer a componente cubo pode ser explicado pela alta influência da textura de laminação a quente e a frio na textura de recozimento o que não garante total mudança de orientação dos grãos ao longo do processo de recristalização.

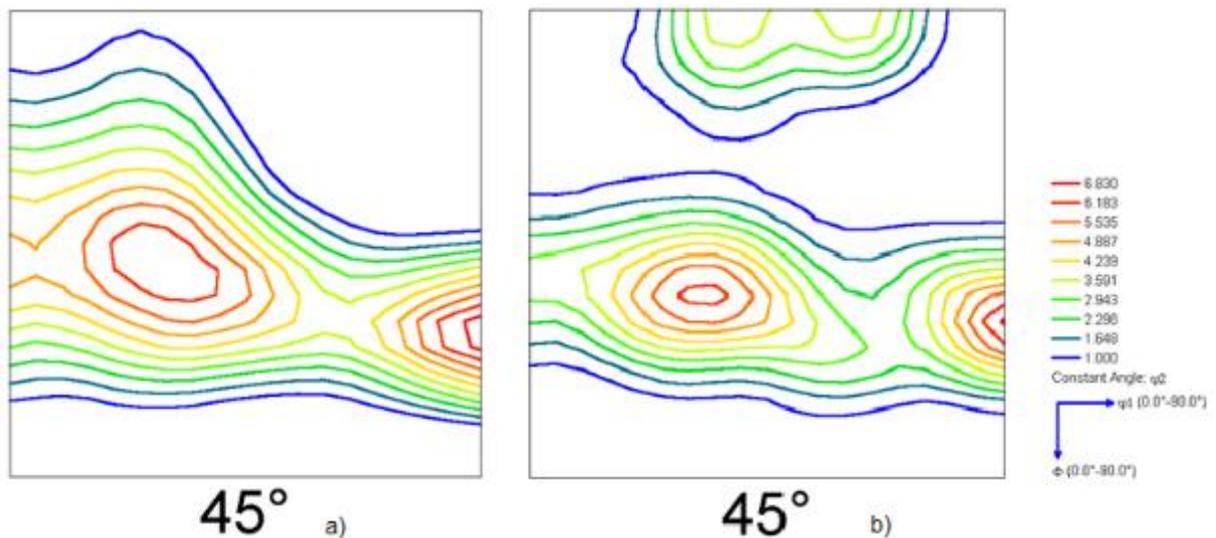


Figura 5. 54: ODF das amostras recozidas a 800°C por 900 s: (a) LQNR e (b) LQR.

A figura 5.55 apresenta os mapas de orientação para ambas as amostras completamente recristalizadas. Pode-se identificar os grãos com orientações pertencentes ao plano (111), característica da fibra γ , e, nas amostras da série recozida a presença de grãos com orientações pertencentes ao plano (001) da componente cubo (grãos em vermelho).

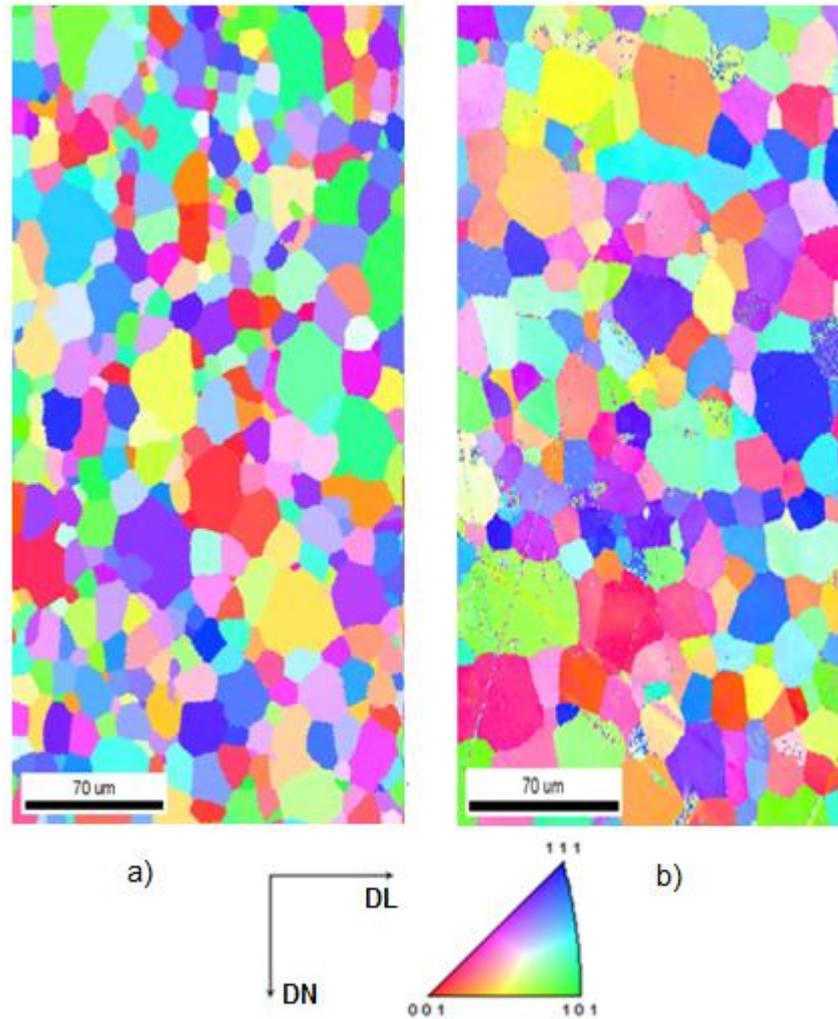


Figura 5. 55: Mapas de orientação dos grãos das amostras recozidas a 800°C por 900 s: a) LQNR e b) LQR.

A figura 5.56 mostra os IQ das duas séries de amostras recozidas a 800°C por 900 s em que se encontram completamente recristalizadas. Ao se realizar o recozimento na temperatura de 800°C as amostras se recristalizaram completamente por volta de 100 s de encharque, tanto as não recozidas quanto as recozidas. Na temperatura de 700°C as amostras se mostraram completamente recristalizadas por volta de 900 s de encharque (Fig. 5.57), concluindo-se que o efeito da temperatura no processo de recristalização é maior que o efeito do tempo, ou seja, com um aumento pequeno na temperatura, o tempo necessário para que a amostra se encontre completamente recristalizada diminuiu consideravelmente. A partir de 900 s, na temperatura de 700°C, os grãos começam a crescer.

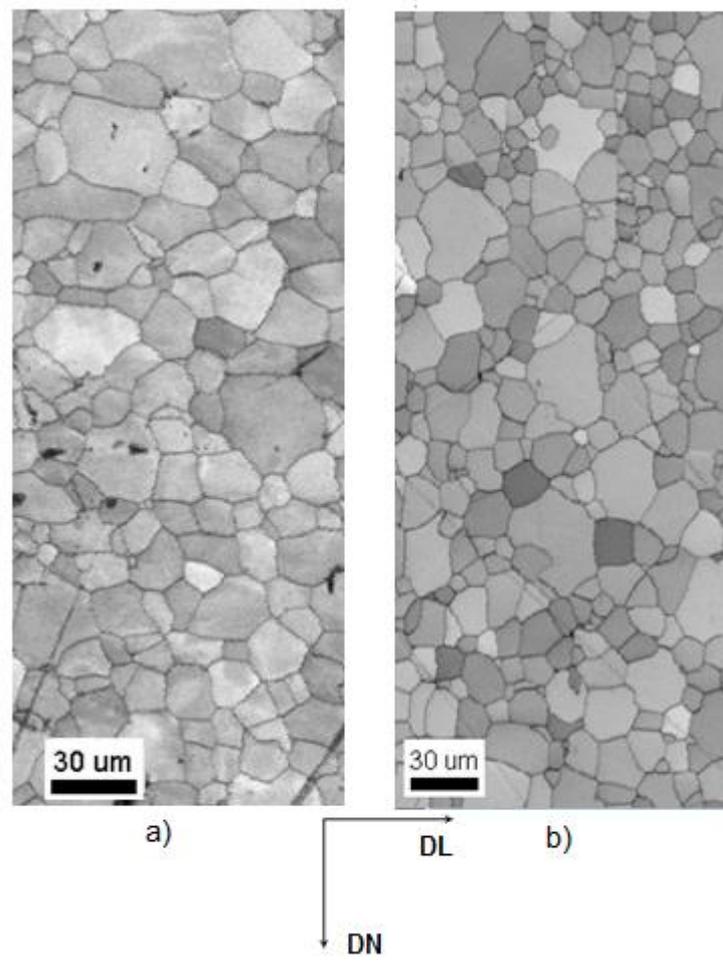


Figura 5. 56: Imagem de qualidade das amostras recozidas a 800°C por 900 s: a) LQNR e b) LQR.

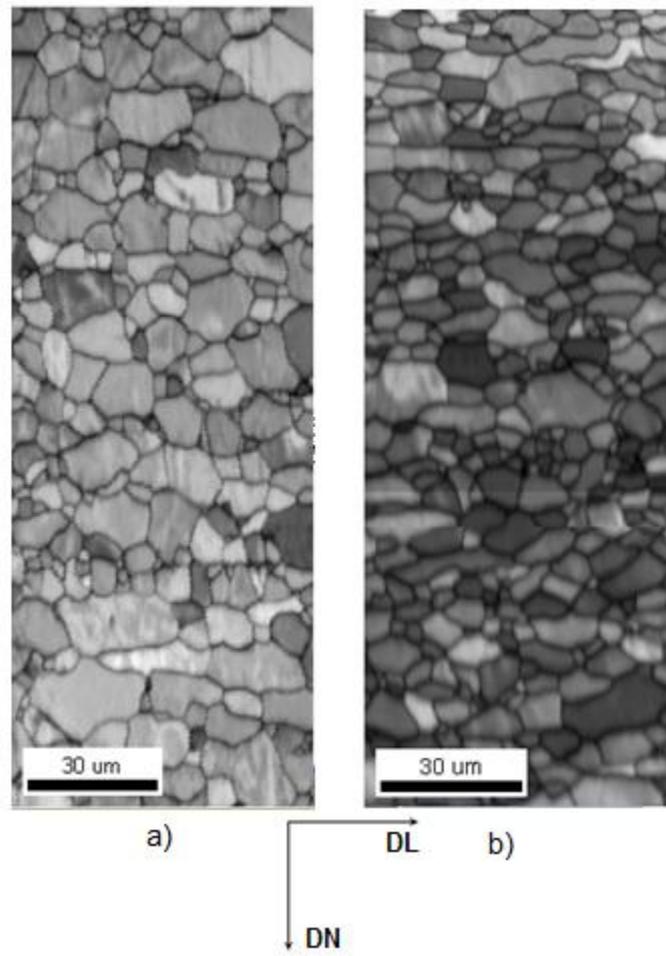


Figura 5. 57: Imagem de qualidade das amostras recozidas a 700°C por 4 h: a) LQNR e b) LQR.

6. CONCLUSÕES

A avaliação dos resultados obtidos da cinética e evolução da textura ao longo do recozimento do aço inoxidável ferrítico do tipo 430 estabilizado com nióbio, a partir de duas condições iniciais após laminação a quente: não recozido e recozido, permitiu concluir que:

- O aço tipo 430 estabilizado com nióbio LQR possui uma microestrutura mais homogênea e refinada que o LQNR, devido ao recozimento a qual ele foi submetido após a laminação a quente.
- A temperatura de recristalização (em 1 h de recozimento) do aço inoxidável ferrítico tipo 430 estabilizado com Nb é de 750°C.
- O processo de recristalização foi afetado diretamente pela temperatura e pelo tempo de recozimento. A temperatura tem maior influência na recristalização que o tempo, para a deformação a frio aplicada. Com o aumento de ambos, a fração recristalizada, no mesmo tempo, é maior.
- Ocorreu refino da microestrutura via trabalho mecânico e recozimento de recristalização. O material passou de um tamanho de grão inicial de 30 μm para um tamanho de grão final de 8 μm . Com o recozimento ocorreu aumento do tamanho médio do grão.
- A microdureza do material diminuiu continuamente com o tempo de recozimento a partir da temperatura de 750°C, indicando que o processo de recristalização ocorreu nesta temperatura.
- Os valores de n encontrados (entre 0,78 até 1,23) mostram que a cinética de recristalização está compatível com os valores reportados pela literatura. Valores reportados próximos de $n=3$ (saturação de sítios) não foram obtidos, uma vez que a nucleação da recristalização não ocorre de modo aleatório pois a energia armazenada varia de local para local e devido à competição da recristalização com a recuperação.
- Ao comparar os valores dos parâmetros da cinética de recristalização via metalografia quantitativa e via fração amaciada pode-se perceber que ambos os métodos foram eficazes e rápidos para quantificação do processo. Houve pouco desvio entre ambos os métodos na medição da fração recristalizada, o que está coerente com os desvios reportados pela literatura.

- A taxa de nucleação e de crescimento de grão diminui continuamente com o tempo de recozimento devido ao consumo progressivo da energia armazenada na deformação e à diminuição da área dos contornos à medida que o grão cresce. A taxa de nucleação real permanece idêntica até certo ponto, em que ela cai abruptamente, sugerindo o progresso da recristalização na microestrutura, o que leva a uma diminuição da quantidade de sítios preferenciais para nucleação.

- Com a evolução da recristalização ocorreu aumento da intensidade da fibra γ e diminuição da intensidade da fibra de deformação α . A orientação dos grãos das amostras se torna mais heterogênea à medida que se aumenta a temperatura de recozimento nas amostras da série não recozidas. Nas amostras LQR a orientação dos grãos é bem mais homogênea do que nas LQNR, ou seja, uma textura mais adequada para estampagem é obtida.

REFERÊNCIAS

1. OUTOKUMPU, *Handbook Stainless Steel*. Outokumpu Oyj, 2013. 92 pp.
2. PADILHA, A.F. Aços inoxidáveis austeníticos. São Paulo. 1994. Editora Hemus, São Paulo, 1994, 170 pp.
3. KRAUSS, G. *Steels: Processing, Structure, and Performance*. 1st ed. Ohio, ASM International, 2005. 602 p.
4. RODRIGUES, D.G. Influência da taxa de aquecimento do tratamento térmico final na microestrutura e textura do aço inoxidável ferrítico AISI 430 estabilizado ao nióbio. Dissertação de mestrado. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte. Fevereiro, 2013. 141 pp.
5. MODENESI, P. J. Soldabilidade dos aços inoxidáveis. São Paulo. Centro Nacional de Tecnologia em Metalurgia. Osasco, SP. 2001.
6. LACOMBE, P.; BAROUX, B.; BERANGER, G. *Stainless Steel*. Les editions de Physique, 2000. p. 437-462.
7. LOPES, A.C. Avaliação da Soldabilidade dos Aços Inoxidáveis Ferríticos Extra Baixo Intersticiais EBI/P444. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Paraná. Curitiba. Janeiro de 2005. 166 pp.
8. OLIVEIRA, T. R.; SILVA, R.C.R.; ALCÂNTARA C. M.; LOPES, R.G.; FERREIRA, J.S.; ARTHUSO, E.M. *et al.* Aço Inoxidável Ferrítico tipo ASTM 430 para estampagem profunda, com alto brilho e isento de estriamento. 68^o Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia, Minas e Materiais – ABM, Julho 2013, Belo Horizonte, Brasil. p. 2240-2250.
9. PADILHA, A.F.; SICILIANO JR, F. Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura. 3^a edição. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005, p. 12-45.
10. SANDIM, H.R.Z. Heterogeneidades de deformação: uma visão microscópica. In: TSCHIPTSCHIN, A.P. *Textura e Relações de Orientação*. São Paulo: IPEN, 2003. Cap. 2, p. 20-31.
11. DOHERTY, R.D. *et al.* Current issues in recrystallization: a review. *Materials Science and Engineering A*, v.238, p. 219-274, 1997.
12. HUMPHREYS, F.J. Grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction. *Journal of Materials Science*, v. 36, p. 3833–3854, 2001.

13. RAABE, D.; LUCKE, K. Influence of Particles on Recrystallization Textures of Ferritic Stainless Steel. *Steel Research*, v. 63, nº10, p. 457 – 464, 1992.
14. FILHO, A.F.; HERRERA, C.; LIMA, N.B.; PLAUT, R.L.; PADILHA, A.F. Evolução da textura cristalográfica de chapas de aço inoxidável ferrítico do tipo AISI 430 durante laminação a frio, recozimento e estampagem. *REM: Revista da Escola de Minas*, v. 61, n.2, p. 151-158, 2008.
15. SELLARS, C.M.; ROSSI, P.L.O. Quantitative Metallography of Recrystallization. The University of Sheffield. Department of Engineering Materials, Sheffield, U.K. *Acta Metallurgica*, v. 45, N°1, p. 137 – 148. 1996.
16. TARASIUK, J.; GERBER, P.; BACROIX, B. R. Recrystallized volume fraction analysis: In: THE JOINT INTERNATIONAL CONFERENCE RECRYSTALLIZATION AND GRAIN GROWTH, 2001, Aachen. Proceedings. v. 1, p. 613-618.
17. PETITGAND, H.; RÉGLÉ, H.; ZIMMERMANN, U. Recrystallization and grain growth in batch annealed Ti-IF steels. *Materials Science Forum*, v. 467-470, p. 1099-1104, 2004.
18. ABBACHIAN R.; ABBACHIAN, I.; REED-HILL, R.E. *Physical Metallurgy Principles*. Cengage Learning, Stanford, USA, 2009. 769 pp.
19. MELO, T.; RIBEIRO, E.; DUTRA, L.; SANTOS, D. Low C High Mn Cold Rolled TWIP Steel: Kinetics of Isothermal Recrystallization. *Materials Science Forum*, v. 706 - 709, p. 2181 – 2186, 2012.
20. ALVES, G. G. Recristalização do aço ARBL microligado ao nióbio CSN 2336. Dissertação de Mestrado. USP. Lorena. São Paulo. 2009.
21. SINCLAIR, C.W.; MITHIEUX, J.-D.; SHMITT; BRÈCHET, Y. Recrystallization of Stabilized Ferritic Stainless Steel Sheet. *Metallurgical and Materials Transactions A*. v. 36A. p. 3205 – 3215. November 2005.
22. MOTTA, E. A. Estudo da cinética de recristalização dos aços CSN 2680, 2710 e 4130 para fabricação de embalagens. Dissertação – EEL/USP, Lorena, 2007.
23. CARVALHO, C.R.G. Estudo da Cinética de Recristalização num Aço IF Estabilizado ao Titânio com Adição de Silício. Dissertação de Mestrado (Materiais Cerâmicos, Metálicos e Poliméricos). Faculdade de Engenharia Química de Lorena – FAENQUIL. São Paulo. 2004. 98 pp.

24. DIETER, G.E. *Metalurgia Mecânica*. 2ª ed. Rio de Janeiro, Guanabara dois. 1981. p. 419-450.
25. VIANA, C.S.C. *Textura Cristalográfica*. 2002. Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro. 2002. 35 pp.
26. HÖLSCHER, M.; RAABE, D.; LUCKE, K. Rolling and Recrystallization Textures of BCC Steels. *Steel Research*, v.62, n°12, p. 383- 388, 2001.
27. JÚNIOR, W.S. Caracterização e modelagem matemática da fração recristalizada de ferrita no aço inoxidável ferrítico AISI 430 durante o processo de deformação a quente em laminador Steckel. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte. 2007. 140 pp.
28. RAABE, D. Rolling and Annealing Textures of a Ferritic Stainless Steel With 11 Mass % Cr Content. *ICOTOM – 11*, Xi'an, China, p. 330 – 335, 1996.
29. HUMPHREYS, F.J., HATHERLY, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. (Elsevier, Second Edition, 2004). 630 pp.
30. RAABE, D. On the influence of the chromium content on the evolution of rolling textures in ferritic stainless steels. *Journal of Materials Science*, v. 36, p. 3839–3845, 1996.
31. RAABE, D.; LUCKE, K. Textures of Ferritic Stainless Steel. *Materials Science and Technology*. v.9, p. 302-312. April, 1993.
32. FILHO, A.F.; HERRERA, C.; PLAUT, R.L.; PADILHA, A.F. Evolução da Textura Cristalográfica de Chapas de Aço Inoxidável Ferrítico do Tipo AISI 430 Durante Laminação a Frio, Recozimento e Estampagem. 42º Seminário de Laminação – ABM. Santos – SP. 2005. 10pp.
33. SIQUEIRA, R.P. Efeitos de orientação na recristalização do aço inoxidável ferrítico AISI 430 com grãos grosseiros e estabilizado ao nióbio. 2010. Tese: Doutorado em Ciências na Área de Concentração: Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos – Universidade de São Paulo, Lorena. 168 pp.
34. Norma ASTM E562-08. Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count. Pennsylvania 19428-2959. USA.
35. J.E. BURKE; D. TURNBULL. Recrystallization and grain growth. In: B. CHALMERS (ed). *Progress in Metal Physics*, v. 3, Pergamon Press, p. 220-292. Londres. 1952.

36. VANDERMEER, R.A; RATH, B.B. Kinetic theory of recrystallization. Materials Science and Component Technology Directorate Naval Research Laboratory. The Minerals, Metals e Materials Society, p. 49-58, 1990.
37. REED–HILL, R.E. *Physical Metallurgy Principles*. 3ªedição. Boston: PWS Publishing Company.1994.
38. MOHAPATRA, G; SAHAY, S. S. Recrystallization kinetics of TWIP steel: interface velocity and stored energy. Materials Science and Technology. Institute of Materials, Minerals and Mining. India, p. 1-5, 2010.
39. VANDERMEER, R.A; RATH, B.B. Modeling Recrystallization Kinetics in a Deformed Iron Single Crystal. Metallurgical Transactions A, v. 20A, p. 391-401, 1989.
40. LAROUK, Z; BOUHALAIS, H. Recrystallization behavior of a low carbon steel wire. Science Direct, Physic Procedia 2, pp 1223-1229, 2009.
41. OONO, N; NITTA, H; IJIMA, Y. Diffusion of Niobium in α -iron. Materials Transactions, v.44, nº 10, p. 2078-2083, 2003.