

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE UM AÇO MICROLIGADO AO NIÓBIO PROCESSADO VIA ARB E POSTERIORMENTE RECOZIDO A 600°C¹

Márcio Cesar da Silva Filho²
Jefferson Fabrício Cardoso Lins³
Paulo Rangel Rios⁴
Ivani de Souza Bott⁵
Carlos Alberto Baldan⁶

Resumo

Este trabalho teve por objetivo reportar a evolução da microestrutura de um aço microligado estabilizado ao nióbio processado via ARB e posteriormente recozido. O processo foi conduzido num único ciclo de deformação a 500 °C. A etapa de recozimento foi realizada a 600 °C entre 5 e 60 min. A caracterização microestrutural das amostras utilizou as técnicas de MO, MEV e dureza Vickers. O material deformado apresentou uma microestrutura bastante refinada devido à presença de ferrita acicular e bainita.

Palavras-chaves:

MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF A NIOBIUM MICROALLOYED STEEL DEFORMED VIA ARB PROCESS AND ANNEALED AT 600°C

Abstract

This work reports the microstructure evolution of a niobium microalloyed steel deformed via accumulative roll-bonding (ARB) process and annealed. Annealing was carried out at 600 °C between 5 to 60 min. The microstructural characterization of the specimens was performed using light optical microscopy (LOM), scanning electron microscopy (SEM), and Vickers hardness test. The presence of acicular ferrite and bainite was the responsible by severe grain refinement observed in the as-deformed microstructure.

Key words: Niobium microalloyed steel; ARB; Recrystallization; Several plastic deformation.

¹ Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil

² Discente de Mestrado do Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense. marciocesarsf@bol.com.br

³ Professor Visitante do Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense. jfclins@metal.eeimvr.uff.br

⁴ Professor Titular do Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense. prrios@metal.eeimvr.uff.br

⁵ Professora Associada da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro. bott@dcmm.puc-rio.br

⁶ Professor Doutor do Departamento de Engenharia da Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. cabaldan@demar.eel.usp.br

1 INTRODUÇÃO

O processo ARB (*Accumulative Roll Bonding*) consiste no empilhamento de duas chapas de mesma espessura e da sua posterior ligação por meio de um processo convencional de co-laminação em ciclos de deformação. Entre os ciclos, o material deve ser cortado e tratado superficialmente. A co-laminação subsequente melhora as ligações entre as chapas que foram introduzidas em um ciclo precedente. O processo ARB pode ser conduzido à temperatura ambiente ou em temperaturas menores que $0,5 \cdot T_f$ (T_f é a temperatura absoluta de fusão). A literatura reporta que elevadas temperaturas de trabalho e altas taxas de deformação melhoram a ligação entre as chapas.^[1] Até o presente momento, o processo tem sido conduzido preferencialmente a morno em investigações que visaram descrever a evolução microestrutural de um aço IF (*Interstitial Free*) estabilizado ao titânio,^[2-4] do cobre livre de oxigênio^[5] do alumínio de pureza comercial (AA1100)^[1,3,6,7] e também de algumas ligas de alumínio (AA5083 e AA8011).^[8] Todos estes materiais, com exceção da liga AA8011, exibiram estruturas com grãos sub-micrométricos ($0,2 \mu\text{m}$ - $0,7 \mu\text{m}$) e apresentaram elevados valores de limite de resistência a temperatura ambiente. Estes valores eram de duas a quatro vezes maiores que os respectivos limites de resistência dos materiais na condição inicial. Vale ressaltar que na literatura não apresenta-se nenhum estudo da aplicação do processo ARB para chapas de aço microligado estabilizado ao nióbio. Estes aços apresentam baixo teor de carbono e em função do processamento termomecânico (laminação controlada) e da adição de elementos estabilizadores (Nb, Ti, Nb+Ti) podem resultar em materiais de alta resistência e baixa liga. Dessa forma, a escolha deste tipo de aço é bastante apropriada para se investigar os efeitos da DPS na sua microestrutura.

O mecanismo de refinamento microestrutural em condições de DPS baseia-se na geração de uma elevada fração de contornos de grão de alto ângulo. Esta geração é o resultado de dois mecanismos que operam simultaneamente: i) extensão de contornos pré-existent; ii) geração de novos contornos de alto ângulo pela subdivisão dos grãos do material. O primeiro destes mecanismos simplesmente resulta numa extensão dos contornos em função da intensidade das tensões aplicadas e o segundo refere-se à natureza cristalográfica da deformação plástica^[9]. O modelo de subdivisão dos grãos, atualmente aceito para deformação convencional e também para a DPS,^[7,9] foi proposto por Hansen^[9-10] para explicar a evolução microestrutural durante a laminação e a torção de metais de média e alta energia de defeito de empilhamento (EDE). Macroscopicamente, os grãos grosseiros subdividem-se em diferentes componentes cristalográficos, por exemplo, pela rotação do cristal e formação de bandas de deformação e de cisalhamento.^[11] Numa escala microscópica, o cristal continua a subdividir-se com a multiplicação de discordâncias e a formação de contornos geometricamente necessários^[12] para acomodar as crescentes diferenças de orientação entre os cristalitos. Estes contornos geometricamente necessários são formados por arranjos de discordâncias relativamente complexos. Células de discordâncias com morfologia equiaxial representam os menores volumes desta subdivisão. Numa escala maior, grupos de células de discordâncias são separados por densas paredes de discordâncias e microbandas após pequenas e médias deformações. Com o aumento da deformação, as células de discordâncias tornam-se mais achatadas e as densas paredes de discordâncias e microbandas são substituídas por estruturas lamelares. Estas lamelas são delineadas pelos chamados contornos lamelares. Uma fração significativa destes contornos possui caráter de alto ângulo. Com o aumento da

deformação, estes contornos lamelares tendem a alinhar-se com a direção de deformação e eventualmente interagir entre si (recombinação). Além disso, a diferença de orientação entre as regiões delimitadas por esses contornos tende a aumentar com o prosseguimento da deformação plástica.

O recozimento de metais deformados plasticamente é de extrema importância por duas razões principais. A primeira refere-se ao amolecimento, eliminação das tensões internas e a restauração da ductilidade. A segunda é a determinação do tamanho de grão e a textura final do material. Por estas razões se justifica uma investigação para verificar o comportamento de materiais que sofreram DPS.

O presente trabalho teve por objetivo avaliar a evolução microestrutural de um aço microligado ao nióbio processado a morno via ARB e posteriormente recozido a 600°C entre 5 min e 60 min. Foram utilizadas as técnicas de microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e o comportamento mecânico foi analisado com ensaio de dureza Vickers.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado neste trabalho foi uma chapa de aço microligado ao nióbio comercial. A chapa foi fornecida pela BRASMETAL e possuía a largura de 230mm e comprimento de 600mm e uma espessura de 1,45mm. A Tabela 1 indica a composição química do material.

Tabela 1: Composição química do aço microligado ao nióbio (teores expressos em % - em peso).

C	Mn	P	S	Si	N	Al	Nb
0,09	1,04	0,018	0,004	0,07	0,0044	0,039	0,036

As chapas foram cortadas em tiras de 55 mm x 300 mm, limpadadas, desengraxadas e sobrepostas. Em seguida, foi realizado um aquecimento de cada conjunto num forno tipo Mufla a 500°C por 10º/min. As chapas foram co-laminadas utilizando-se um laminador do tipo *two-high / four-high* modelo 4-105 da Fenn com largura útil máxima de 380 mm instalado no Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR) da Escola de Engenharia de Lorena (EEL) da Universidade de São Paulo (USP). O processo foi conduzido num único ciclo com uma taxa de deformação da ordem de 19/s (ou 19s⁻¹, quantidade de deformação imposta ao material por unidade de tempo). Após a co-laminação, foram cortadas amostras medindo 10 mm x 12mm.

Para o recozimento, as amostras foram encapsuladas em tubos de quartzo sob atmosfera de argônio. Esta metodologia foi utilizada de modo a se evitar a contaminação do material e também preservar os teores de carbono durante o tratamento. Após serem enapsuladas, o tratamento térmico foi realizado a 600°C por 5 min, 10 min, 15 min, 20 min, 25 min, 30 min, 45 min e 60 min num forno tubular Lindberg Blue. Em seguida, as amostras foram preparadas de acordo com os procedimentos metalográficos tradicionais. As microestruturas das amostras foram observadas utilizando-se microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) em associação com a técnica de espectroscopia de energia dispersiva (em Inglês, *energy dispersive spectroscopy – EDS*).

As impressões de dureza Vickers foram realizadas aplicando-se uma carga 100gf durante 20s. Cada amostra investigada foi testada com 15 impressões tanto na seção que contém o plano de co-laminação (DL-DT) quanto a seção longitudinal (DL-DN) de acordo com a Figura 1.

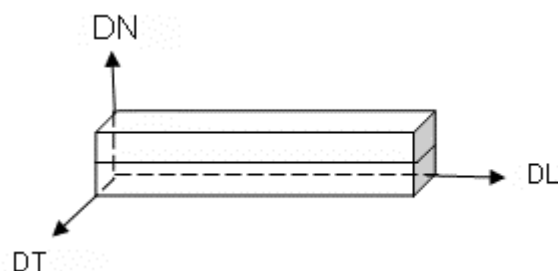


Figura 1: Desenho esquemático mostrando o sistema de referências utilizado na análise das amostras após o processo de co-laminação. DL é a direção de co-laminação, DT é a direção transversal a DL e DN representa a direção normal.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 2a apresenta a microestrutura referente à seção longitudinal (plano de co-laminação, ou seja, a seção DL-DT) do aço microligado estabilizado ao nióbio na condição inicial. A microestrutura de partida é composta por grãos equiaxiais numa matriz ferrítica com tamanho de grão da ordem de $16,4 \mu\text{m} \pm 4,3 \mu\text{m}$. Percebe-se também a presença de uma dispersão de carbonetos de nióbio. A Figura 2b mostra em maiores detalhes a distribuição destes carbonetos no aço. As medidas de dureza indicaram um valor de $161,8 \text{ kgf/mm}^2 \pm 15,8 \text{ kgf/mm}^2$ no material. Em comparação com os resultados apresentados por Shanmugam et al.,^[13] nota-se que esta microestrutura difere bastante, pois não apresenta quantidades detectáveis de perlita quando se observa o material com o auxílio da técnica de MEV. O valor de dureza reportado por Shammugam et al. foi de $155 \pm 11 \text{ kgf/mm}^2$ para um aço cuja fração volumétrica de ferrita poligonal era de cerca de 85% e o restante foi identificado como perlita. Este material foi processado utilizando-se baixas taxas de resfriamento resultando em um tamanho de grão da ordem de $12 \pm 2 \mu\text{m}$. Diante destes resultados podemos observar que tanto os valores de dureza quanto o tamanho final de grão são bastante similares para estes materiais. Contudo, seria de se esperar que um material com uma fração volumétrica de 15% de perlita indicasse uma dureza maior. Uma explicação plausível para este fato encontra-se na ausência de dispersões ou partículas na microestrutura deste material reportado pela literatura.

A Figura 3a apresenta a evolução da microestrutura do material após a deformação via o processo ARB. Comparando-se as Figuras 2a e 3a, percebe-se como a deformação plástica severa introduzida pelo processo promoveu um considerável refinamento microestrutural^[2]. Nota-se também um claro alinhamento de grãos achatados em relação à direção de laminação (Figura 3a). Este tipo de estrutura se assemelha bastante com a proveniente de um material laminado após grandes deformações. A região que une as duas chapas foi identificada como sendo uma camada de óxido de ferro. A Figura 3b apresenta em detalhes esta região e que indica que a espessura da camada varia entre $1 \mu\text{m}$ e $6 \mu\text{m}$ com morfologia bastante irregular. A literatura reporta que este tipo de camada apresenta um efeito benéfico sobre as propriedades mecânicas destes materiais, pois estas partículas se comportam como barreiras a movimentação de discordâncias^[2]. Vale lembrar que este efeito se torna mais efetivo à medida que um maior número de ciclos de deformação ocorre.

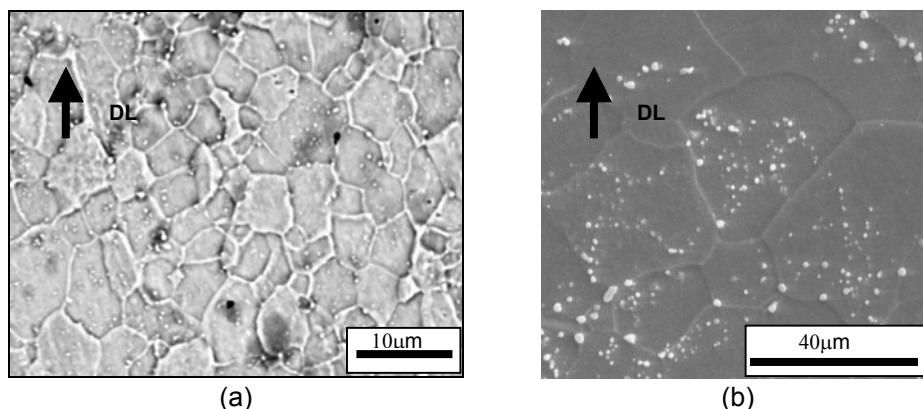


Figura 2: Micrografia do aço microligado estabilizado ao nióbio na condição inicial referente à seção DL-DT mostrando: a) vista geral; b) detalhes da distribuição dos carbonetos de nióbio. MEV, imagem no modo de elétrons retroespalhados em a) e elétrons secundários em b), 20 kV. DL representa a direção de laminação.

Após o processamento via ARB o aço apresentou um tamanho de grão de $3,1 \pm 3 \mu\text{m}$, ou seja, uma redução da ordem de 80% em relação ao material na condição inicial. Outra característica que merece ser destacada é a presença de carbonetos de nióbio também alinhados de forma paralela a direção de co-laminação tanto na seção longitudinal quanto na transversal. Além disso, pode-se afirmar que dentre os materiais investigados na literatura e processados via ARB ainda não havia sido informado nenhum caso em que foi observado um alinhamento de partículas após a deformação. As Figuras 3c e 3d apresentam detalhes da microestrutura encontrada no plano de laminação. De uma forma geral, a microestrutura exibida nestas micrografias apresenta uma morfologia de ripas bastante finas com espessuras menores que $0,3 \mu\text{m}$ dispostas sempre dentro dos limites dos grãos deformados. Portanto, pode-se concluir que o refinamento da ferrita mediante aplicação de deformação plástica severa a 500°C levou a formação de uma estrutura de ferrita acicular. Contudo, também foram observados alguns fortes indícios da presença de ripas perfeitamente alinhadas de forma paralela a partir de um contorno de grão (Figura 4). Esta configuração tem sido reportada na literatura como sendo bainita.^[14] Bhadeshia e Honeycombe^[14] reportam que tanto a bainita quanto a ferrita acicular possuem o mesmo mecanismo de transformação. No entanto, a ferrita acicular tende a nuclear de forma intragranular junto a inclusões (Figura 5a) enquanto que a bainita se forma preferencialmente nos contornos de grão crescendo sempre de forma alinhada e paralela (Figura 5b). Vale lembrar que este material exibiu uma elevada fração de partículas conforme foi apresentado anteriormente (Figura 2b). O mecanismo exato que pode explicar de forma completa a nucleação da ferrita acicular ainda não foi totalmente esclarecido pela atual literatura.

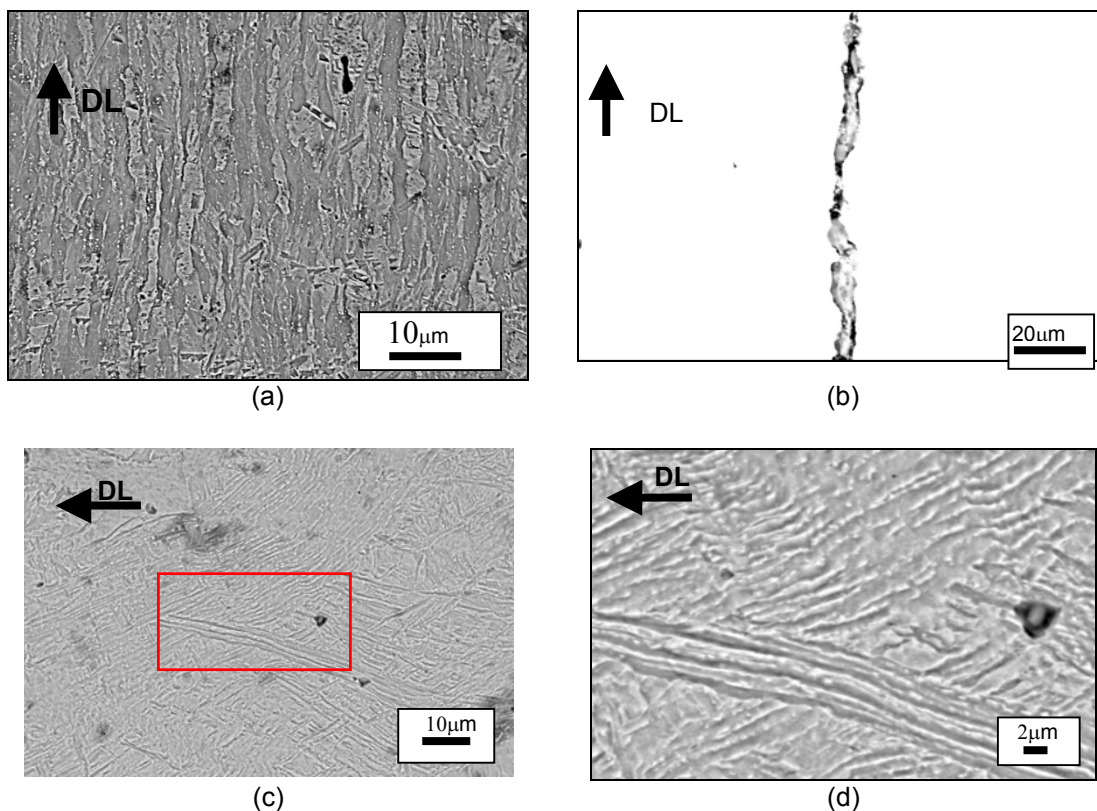


Figura 3: Micrografias do aço microligado estabilizado ao nióbio deformado via ARB, mostrando: (a) Seção longitudinal; (b) Seção longitudinal – região de contato entre as chapas; (c) Plano de laminação; (d) Detalhe indicado na figura (c). MEV – imagem no modo de elétrons retroespalhados, 20 kV.

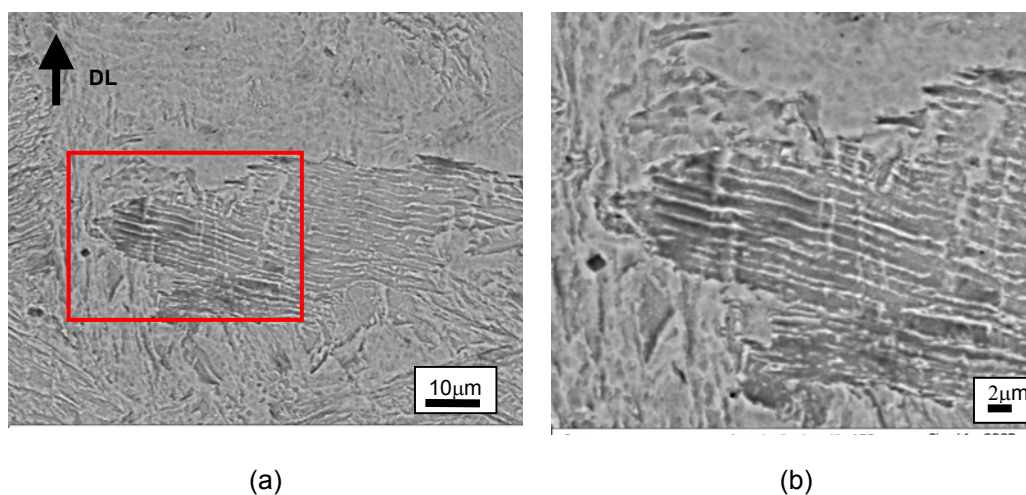


Figura 4: Micrografias do aço microligado estabilizado ao nióbio deformado via ARB, mostrando: (a) Plano de laminação; (d) Detalhe indicado na figura (b). MEV – imagem no modo de elétrons retroespalhados, 20 kV.

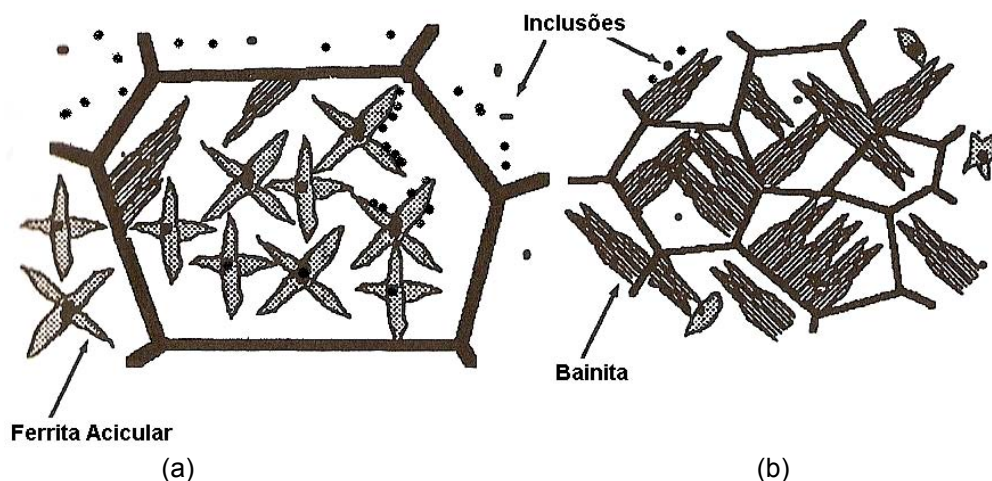


Figura 5: Desenho esquemático mostrando a morfologia da ferrita acicular (a) e da bainita (b) formada em aços como produto de refinamento microestrutural ^[14].

Em virtude da severidade do processo de deformação via ARB, torna-se necessário eliminar os elevados níveis de tensões residuais a partir do recozimento do material. A Figura 6 mostra a evolução da microestrutura após o recozimento do aço processado entre 10 e 60 min. Percebe-se que o processo de recristalização ocorre plenamente somente após 60 min de tratamento térmico. Além disso, nota-se também de forma qualitativa que a fração de área das regiões que sofreram recuperação também decresce com o aumento do tempo de recozimento. Este comportamento de evolução pode ser considerado como o esperado para o processamento termomecânico proposto nesta investigação. Os resultados de dureza versus tempo de recozimento também reafirmam a observação feita anteriormente. A Figura 7 mostra a evolução da energia armazenada no material entre o estado deformado ($265 \pm 27,6 \text{ kgf/mm}^2$) e após os tempos de recozimento investigados até se obter uma microestrutura totalmente recristalizada ($168,8 \pm 19,4 \text{ kgf/mm}^2$) após 60 min. O tamanho de grão encontrado após 60 min foi de $9,4 \pm 2,1 \mu\text{m}$. Esta dimensão ainda pode ser considerada bastante inferior ao observado no material de partida. Pode-se ainda notar que o comportamento do aço frente ao recozimento exhibe claramente a existência de dois patamares na curva apresentada. Observa-se que os valores médios em cada patamar são praticamente constantes. O primeiro patamar situa-se entre 5 min e 20 min com valor médio de dureza da ordem de $218,7 \text{ kgf/mm}^2$. Já o intervalo compreendido entre 25 min e 60 min o valor se estabiliza em torno de $173,9 \text{ kgf/mm}^2$ e o material alcança o seu maior nível de recuperação microestrutural. Podemos ainda sugerir que a presença de carbonetos alinhados na condição deformada, contribuíram para que o material durante o recozimento não alcançasse uma etapa de crescimento anormal de grão. Este efeito deve-se provavelmente a um ancoramento de contornos de grão pelos carbonetos presentes. Kihara *et al.* ^[15] e Romano, ^[16] também observaram um comportamento similar em aços microligados e estabilizados ao nióbio e nos aços IF respectivamente, após serem laminados a quente.

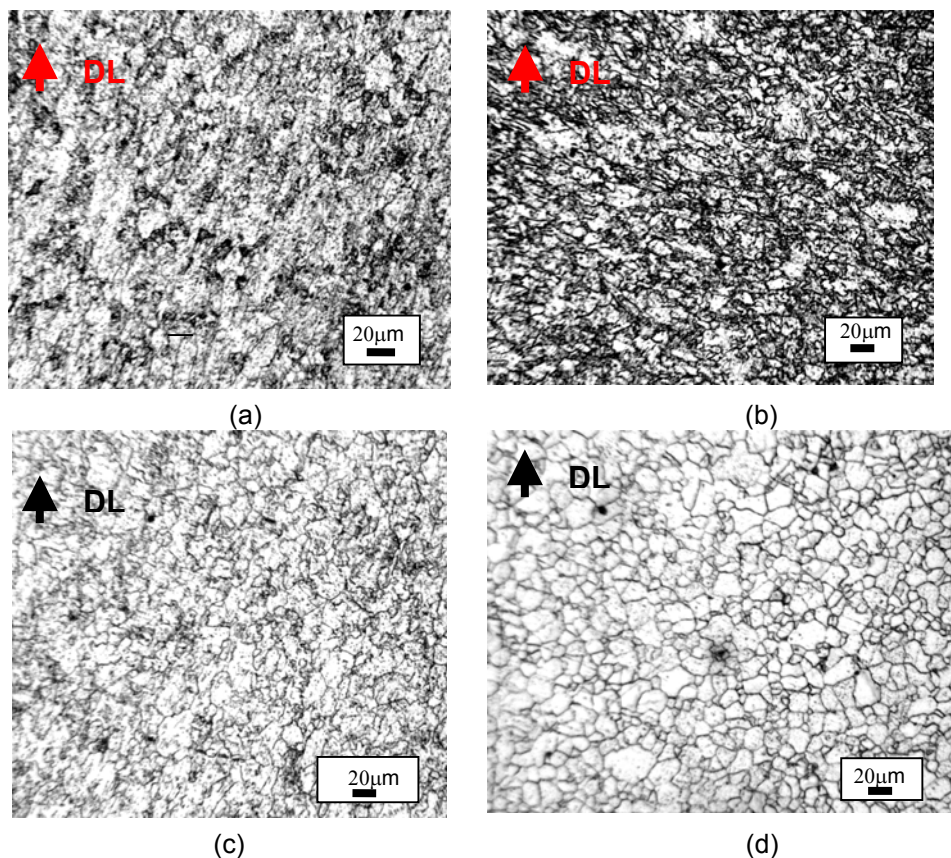


Figura 6: Micrografias do plano de laminação do aço microligado estabilizado ao nióbio recozido, mostrando os intervalos de tempo: (a) 10 min.; (b) 20 min.; (c) 25 min.; (d) 60min.

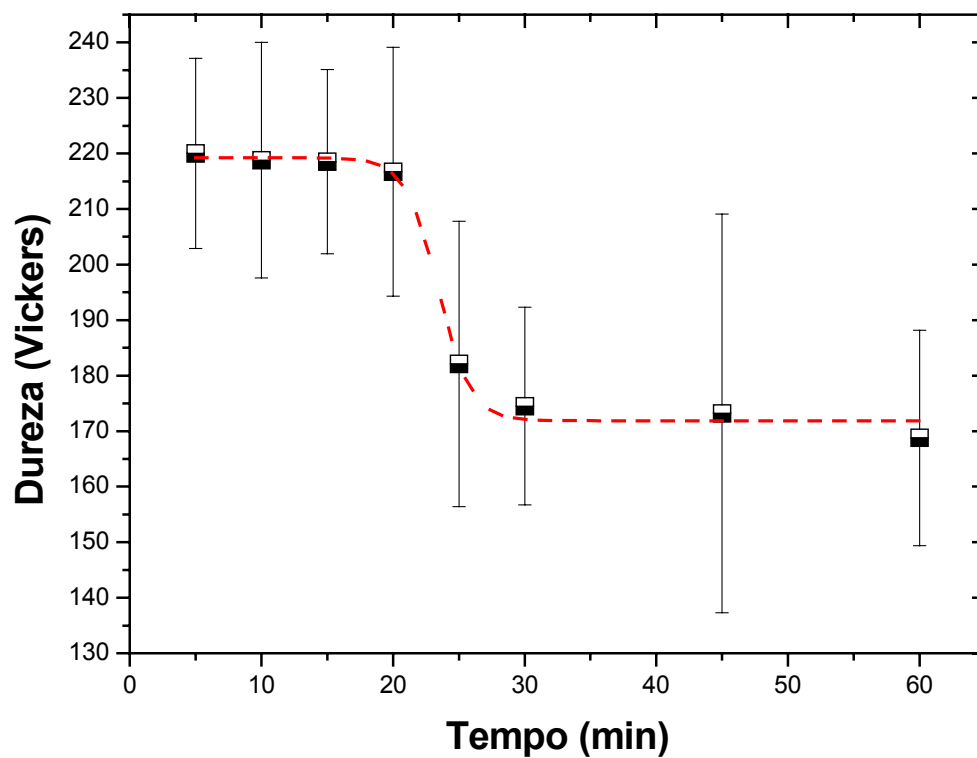


Figura 7: Evolução do amolecimento do aço microligado estabilizado ao nióbio após o recozimento a 600°C.

4 CONCLUSÕES

A evolução da microestrutura do aço microligado ao nióbio após ser deformado via o processo de deformação severa ARB (*accumulative roll-bonding*) a morno e também após o recozimento a 600°C entre 5 min e 60 min foi avaliada. O processo ARB permitiu um severo refinamento da microestrutura em função do aparecimento na subestrutura de ripas bastante finas ($\sim 0,30\mu\text{m}$) formando os constituintes ferrita acicular e bainita. Estes constituintes foram formados devido ao processamento termomecânico empregado e também a presença inicial de carbonetos de nióbio distribuídos aleatoriamente na matriz do material. Após o recozimento a 60 min foi observada uma microestrutura totalmente recristalizada com tamanho de grão três vezes maior que o encontrado após a deformação.

Agradecimentos

Os autores deste trabalho gostariam de agradecer a empresa a empresa BRASMETAL que gentilmente forneceu o material utilizado nesta pesquisa. Agradecimentos também são devidos a CAPES e ao CNPq (Processos 400609/2004-05 e 470589/2007-8) pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 TSUJI, N., TOYODA, T., MINAMINO, Y., KOIZUMI, Y., YAMANE, T., KOMATSU, M., KIRITANI, M., Microstructural change of ultrafine-grained aluminum during high-speed plastic deformation. *Materials Science and Engineering A*, v.350, pp.108-116, 2003.
- 2 TSUJI, N., UEJI, R. and MINAMINO, Y., Nanoscale crystallographic analysis of ultrafine grained IF steel fabricated by ARB process. *Scripta Materialia*, v.47, pp.69-76, 2002.
- 3 COSTA, A.L.M., REIS, A.C.C., KESTENS, L., ANDRADE, M.S., Ultra grain refinement and hardening of IF-steel during accumulative roll-bonding. *Materials Science and Engineering A*, v.406, pp.279-285, 2005.
- 4 KAMIKAWA, N. TSUJI, N., MINAMINO, Y., Microstructure and texture through thickness of ultralow carbon IF steel sheet severely deformed by accumulative roll-bonding. *Science and Technology of Advanced Materials*, v.5, pp.163-172, 2004.
- 5 JANG, Y.H., KIM, S.S., HAN, S.Z., LIM, C.Y., KIM, C.J., GOTO, M., Effect of trace phosphorous on tensile behavior of accumulative roll bonded oxygen-free copper. *Scripta Materialia*, v.52, pp.21-24, 2005.
- 6 TSUJI, N., TOYODA, T., MINAMINO, Y., KOIZUMI, Y., YAMANE, T., KOMATSU, M. and KIRITANI, M., Microstructural change of ultrafine-grained aluminum during high-speed plastic deformation. *Materials Science and Engineering A*, v.350, pp.108-116, 2003.
- 7 HUANG, X., TSUJI, N., HANSEN, N. and MINAMINO, Y., Microstructural evolution during accumulative roll-bonding of commercial purity aluminum. *Materials Science and Engineering A*, v.340, pp.265-271, 2003.
- 8 XING, Z.P., KANG, S.B. and KIM, H.W., Softening behavior of 8011 alloy produced by accumulative roll bonding process. *Scripta Materialia*, v.45, pp.597-604, 2001.

- 9 HANSEN, N., Cold deformation microstructures. *Materials Science Technology*, v.6, pp.1039-1047, 1990.
- 10 HANSEN, N., Deformation microstructures. *Scripta Metallurgica et Materialia*, v.27, pp.1447-1452, 1992.
- 11 HUGHES, D.A., Deformation microstructures in refractory metals and alloys: past and present research. In: DALDER, E.N.C. et al. (Ed.) *Evolution of Refractory Metals and Alloys*. Pittsburgh: TMS, pp.219-235, 1993.
- 12 KUHLMANN-WILSDORF, D. and HANSEN, N., Geometrically necessary, incidental and subgrains boundaries. *Scripta Metallurgica et Materialia*, v.25, pp.1557-1562, 1991.
- 13 SHANMUGAM, S., RAMISETTI, N. K., MIRSA, R. D. K., MANNERING, T., PANDA, D., JANSTO, S., Effect of cooling rate on the microstructure and mechanical properties of Nb-microalloyed steel. *Material Science and Engineering A* 460-461, 335-343, 2007
- 14 BHADESHIA, H.K.H., HONEYCOMBE, R.W.K. *Steels: microstructure and properties*. Great Britan: Elsevier Ltd., 2006.
- 15 KIHARA, J., NAGASAKI, C., SRICHAROENCHAL, P. Hot ductility of high steels containing niobium. *ISIJ International*, vol.32, n°10, 1102-1109, 1992.
- 16 ROMANO, G., ASENSIO, J., MARTINEZ, V.J., VERDEJA, J.I., PERO-SANZ, J. A. Ferritic steels optimization of hot-rolled textures through cold Rolling and annealing. *Materials Characterization*, 47, 119-127, 2001