

EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA, TEXTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM AÇO MICROLIGADO AO NIÓBIO DURANTE UM CICLO DE RECOZIMENTO*

Marcos Natanael Marinho¹
Fernando de Souza Costa²
Dagoberto Brandão Santos³

Resumo

Nos processos industriais de recozimento ocorrem mudanças na microestrutura e nas propriedades mecânicas do aço, ao longo do ciclo térmico. Desta forma, o planejamento correto do ciclo de recozimento é importante para garantir homogeneidade das propriedades requeridas, de acordo com a aplicação do produto final. Este estudo teve como objetivo avaliar a evolução da microestrutura, textura cristalográfica e propriedades mecânicas, durante o recozimento em forno piloto, considerando um ciclo térmico utilizado em processos industriais de recozimento em caixa. Os resultados mostram as principais mudanças observadas, principalmente entre o aço encruado e recozido. Ao longo do ciclo térmico foi possível observar alterações durante os estágios de recuperação, recristalização e crescimento de grãos. Por volta de 26 h de recozimento observa-se a estabilização das propriedades requeridas para o aço.

Palavras-chave: Propriedades Mecânicas; Microestrutura; Textura; Recozimento em Caixa.

EVOLUTION OF THE MICROSTRUCTURE, TEXTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF A MICROALLOYED NIOBIUM STEEL DURING THE ANNEALING CYCLE

Abstract

In industrial annealing processes, changes in the microstructure and mechanical properties of the steel occur throughout the thermal cycle. Thus, the correct planning of the thermal cycle is important to guarantee the homogeneity of the required properties, according to the application of the final product. This study aimed to evaluate the evolution of the microstructure, crystallographic texture and mechanical properties during annealing in a pilot furnace, considering a typical thermal cycle used in industrial batch annealing processes. The results show the main changes observed, mainly between the full hard and annealed steel. Throughout the thermal cycle it was possible to observe changes during the stages of recovery, recrystallization and grain growth. At about 26 h of annealing the stabilization of the properties required for the steel is observed.

Keywords: Mechanical Properties; Microstructure; Texture; Batch Annealing.

- ¹ Engenheiro Metalurgista, Me; MBA, CQE/ASQ, Engenheiro de Produção Sênior, Gerência Técnica de Laminações, Usiminas, Ipatinga, MG, Brasil.
- ² Físico, Dr; Pesquisador Especialista Pleno, Gerência de Pesquisa e Desenvolvimento de Produtos, Usiminas, Ipatinga, MG, Brasil.
- ³ Membro da ABM; Engenheiro Metalurgista, Dr; Professor Titular, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFMG; Belo Horizonte, MG, Brasil..

1 INTRODUÇÃO

Os aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) contêm teores de carbono entre 0,05 a 0,25 % e elementos de liga, como o nióbio, combinado ou não com o vanádio e o titânio, que são adicionados em pequena quantidade, a fim de aumentar o nível de resistência mecânica. Os mecanismos de endurecimento para estes aços envolvem a solução sólida, a precipitação, o refino de grão e o aumento da densidade de deslocamentos [1, 2, 3].

Os dois processos de recozimento mais empregados na indústria para este aço como laminado a frio, são o recozimento em caixa e o recozimento contínuo. Os principais estágios do recozimento são a recuperação, a recristalização e o crescimento de grão. A recuperação e a recristalização são processos concorrentes, pois são impulsionados pela energia armazenada do estado deformado. A força motriz para a recristalização vem da energia armazenada do trabalho a frio e é realizada por difusão de átomos de ferro de curto alcance através das fronteiras entre grãos deformados e grãos recozidos [4, 5, 6]. Por outro lado, como a recuperação reduz a força motriz para a recristalização, uma quantidade significativa de recuperação prévia pode influenciar a natureza e a cinética da recristalização [7, 8].

Um metal que tenha sofrido uma grande quantidade de deformação, como na laminação a frio, desenvolve uma orientação preferencial, ou textura, na qual certos planos cristalográficos tendem a se orientar de uma maneira preferencial com respeito à orientação de máxima deformação. O tipo de textura de deformação depende principalmente do número e do tipo de sistemas de deslizamento disponíveis e das deformações principais. Outros fatores que podem ser importantes são a temperatura de deformação e o tipo de textura presente antes da deformação. A textura de recozimento, ou textura de recristalização, é a orientação preferencial geralmente produzida na recristalização de um aço trabalhado a frio. Essa textura resultante é fortemente dependente da textura produzida pela deformação a frio, que precede o recozimento, uma vez que a existência de uma textura de recristalização depende da orientação preferencial dos núcleos dos grãos recristalizados [6, 9].

A fração volumétrica amaciada (X_v) pode ser determinada experimentalmente a partir de valores da dureza do material encruado e do material recristalizado, equação (1):

$$X_v = \frac{H_m - H_t}{H_m - H_0} \quad (1)$$

H_m é a dureza máxima correspondente ao aço laminado a frio sem recozimento, H_0 é a dureza mínima correspondente ao aço completamente recristalizado e H_t é a dureza do aço após um dado tempo de recozimento.

O objetivo do trabalho foi verificar em escala piloto, a evolução da microestrutura, da textura cristalográfica e das propriedades mecânicas de um aço ARBL, microligado ao nióbio, durante um ciclo térmico típico de recozimento em caixa.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Materiais e Métodos

Neste trabalho foi analisado um aço ARBL, classe 340 MPa, 0,1 % C, 0,9 % Mn, microligado com o nióbio.

Foi conduzida uma simulação em forno elétrico piloto FAC III – SILICONIT, do ciclo de recozimento, conforme parâmetros industriais de processamento do material, como mostra a figura 1.

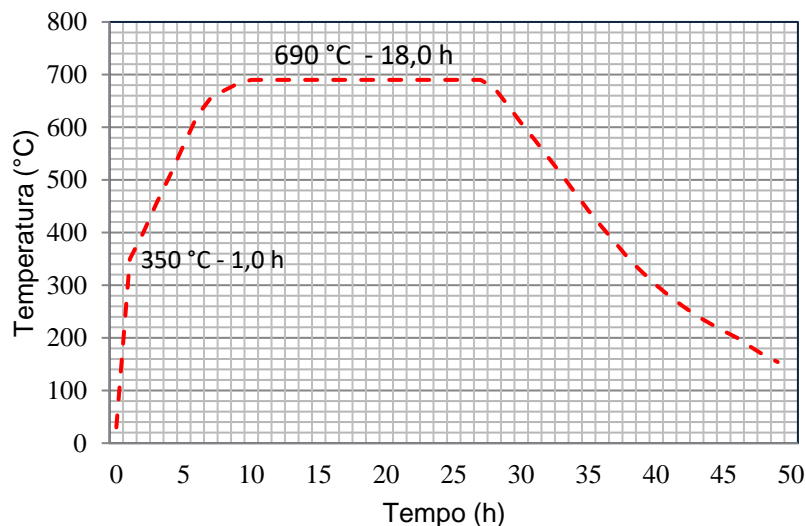


Figura 1. Ciclo térmico de recozimento realizado.

A curva de aquecimento ocorreu em três etapas, sendo a primeira aquecendo o forno desde a temperatura ambiente até 350 °C em 1 h, posteriormente continuou-se o aquecimento até 650 °C em 5,5 h e por fim de 650 °C até a temperatura de encharque de 690 °C em 3 h. O encharque nesta temperatura ocorreu durante 18 h e finalizado o ciclo com o resfriamento lento do material dentro do forno.

Amostras de 200 por 300 mm foram extraídas do forno a cada intervalo de uma hora e resfriadas bruscamente em água. Para realização da caracterização microestrutural as amostras foram cortadas em tiras de 10 mm de comprimento por 8 mm de largura no sentido de laminação. A caracterização foi realizada por meio de micrografias com a utilização do microscópio óptico Zeiss – AXIO Imager – M2M e microscópio eletrônico de varredura Zeiss – Ultra 55 plus.

A textura cristalográfica foi medida por difratometria de raios-X, em plano subsuperficial ao plano de laminação das amostras. Para realização desta análise, as amostras foram cortadas em dimensões de 50 x 50 mm e identificadas com o sentido de laminação. Foram lixadas e em seguida submetidas a ataque químico, para remoção de deformações produzidas durante o lixamento.

Avaliou-se a evolução do diâmetro médio dos grãos ferríticos (TGF) recristalizados pelo método dos interceptos, conforme a norma ASTM E112 [10]. Esta análise foi feita a partir da sobreposição de uma grade de três círculos com comprimentos circunferenciais conhecidos. Após essa sobreposição, a contagem dos grãos interceptados pelos círculos foi realizada em seis campos da amostra.

Os ensaios de tração foram realizados conforme norma ISO 6892:2013 [11] em uma máquina de tração INSTRON de 10 t, utilizando os corpos de prova confeccionados para esse fim. O ensaio de dureza foi realizado nas amostras conforme a norma ASTM E384 [12] em um Durômetro FM-700/Future-Tech. Foi utilizado um penetrador de diamante, na forma de uma pirâmide de base quadrada, com aplicação de uma carga de 1 kgf por 10 s. Os valores médios da dureza Vickers também foram utilizados para o cálculo da fração amaciada a partir da equação 1, de modo a avaliar a fração volumétrica recristalizada correspondente.

2.2 Resultados e Discussão

2.2.1 Microestrutura

A figura 2 mostra a evolução da microestrutura obtida por microscopia óptica, a partir do aço laminado a frio e sem recozimento, sendo observada a predominância de grãos alongados de ferrítica e perlita (Figura 2a). Durante o encharque a 690°C verifica-se a evolução da recristalização e crescimento de grão, como mostram as figuras 2b e 2c. Após 49 h de recozimento é possível verificar a matriz ferrítica, com aglomerados de Fe_3C em segunda fase (Figura 2d).

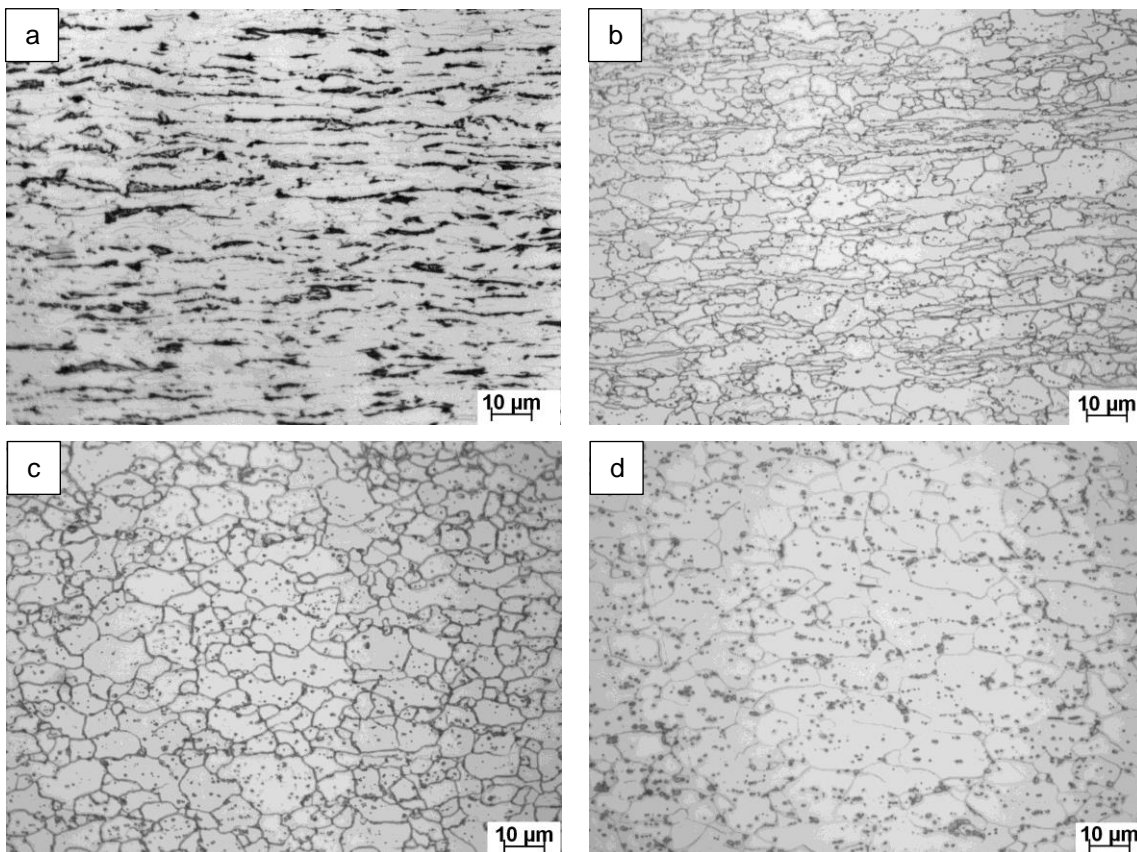


Figura 2. Microestrutura obtida para amostra (a) sem recozimento, (b) 15 h, (c) 19 h e (d) 49 h de recozimento (1000X).

De forma a complementar à avaliação realizada via microscopia óptica foram realizadas análises via MEV com o intuito de verificar detalhes da microestrutura e dos constituintes presentes no aço.

A figura 3a mostra a microestrutura ferrita perlita com grãos alongados, típica para este aço após o processo de redução a frio. A figura 3b mostra o início da coalescência da estrutura da perlita no início do estágio de encharque do recozimento, e grãos parcialmente recristalizados. A evolução da recristalização pode ser observada na figura 3c e a figura 3d mostra a microestrutura constituída de ferrita e carbonetos esferoidizados, após o ciclo de recozimento. Na figura 3d é possível observar na região do contorno de grão, a presença de precipitados mais grosseiros próximos ao contorno e precipitados mais finos no interior dos grãos.

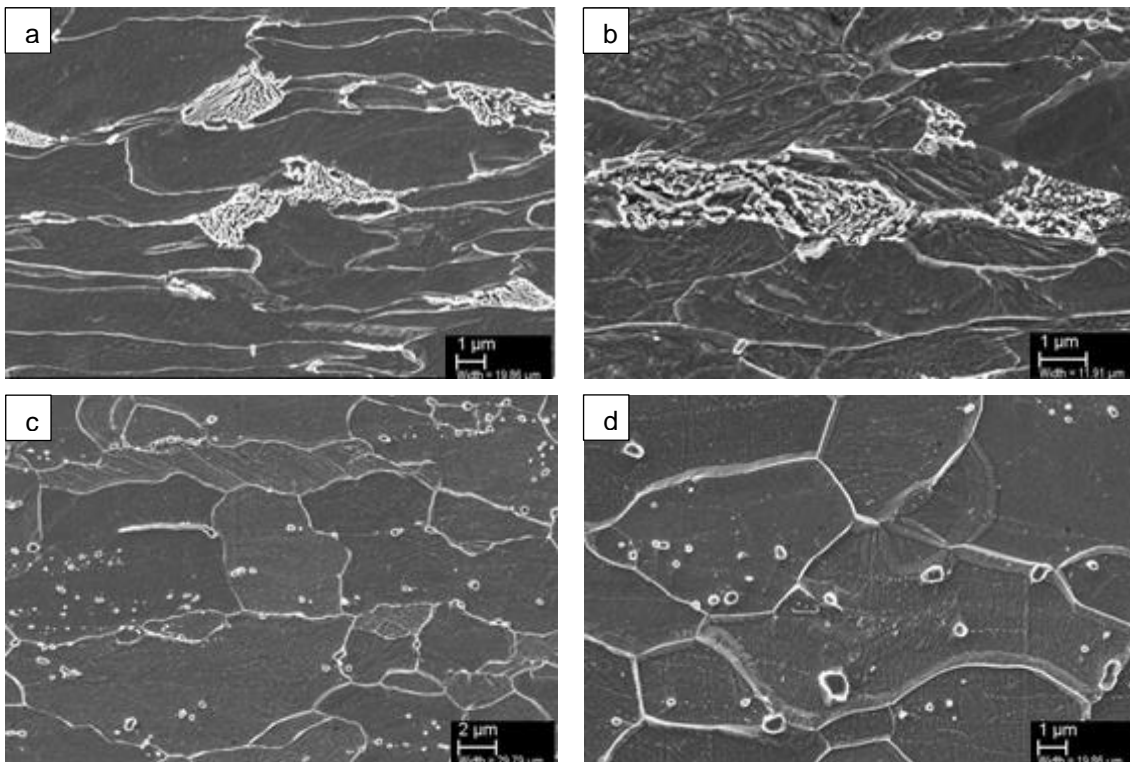


Figura 3. Microestrutura obtida para amostra (a) sem recozimento, (b) início de encharque, (c) final de encharque, (d) recozida por 49 h.

As principais alterações observadas na microestrutura do aço durante o ciclo térmico na condição ensaiada são apresentadas de forma resumida na figura 4. No início do ciclo, durante a etapa de recuperação, observa-se a microestrutura do aço com grãos de ferrita e perlita alongados, típica para o aço ARBL laminado a frio sem recozimento. Ao longo do tempo, durante a etapa de recristalização e crescimento de grão, além da evolução do processo de recristalização, com a formação de novos grãos e o crescimento de grãos, observa-se também a esferoidização da cementita, similar ao observado no trabalho de Janakiram e Gautam [9].

Resultado semelhante foi observado também nos trabalhos de Fang [1, 8], para o aço ARBL microligado antes e após o recozimento.

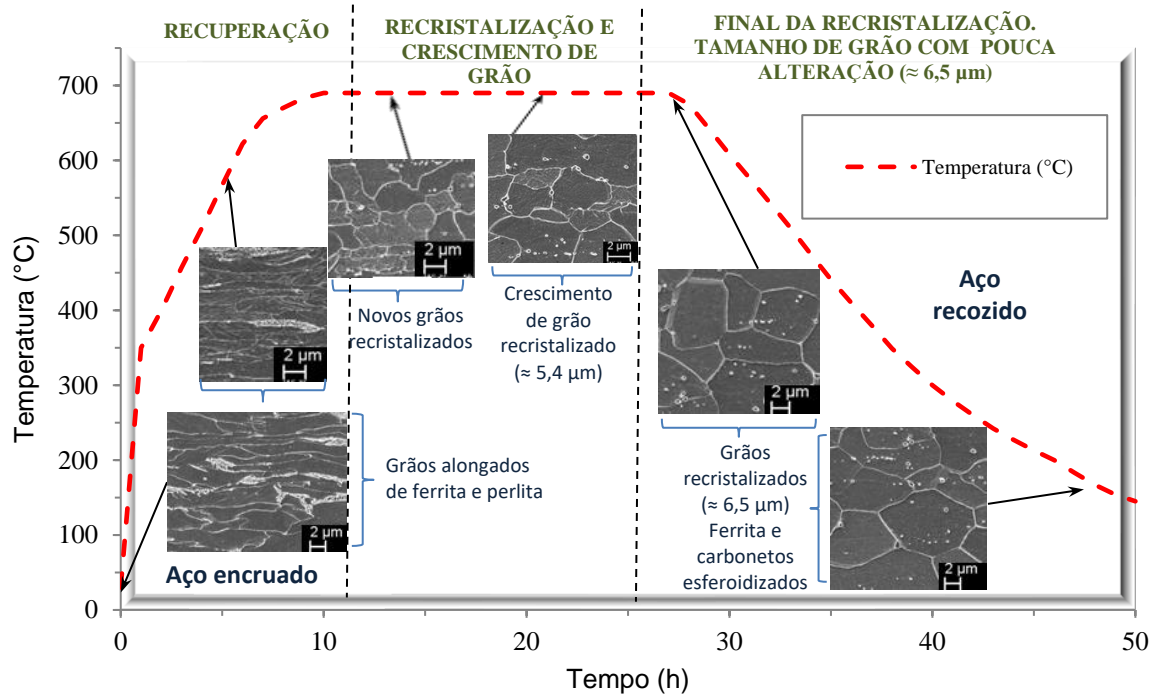


Figura 4. Evolução da microestrutura do aço ARBL ao longo do ciclo térmico de recozimento.

2.2.2 Textura Cristalográfica

Os resultados da intensidade relativa de orientação das componentes de textura das fibras α ($\langle 110 \rangle // DL$), γ ($(111) // DN$), η ($\langle 110 \rangle // DT$) e cúbica ($\langle 001 \rangle // DN$) do aço sem recozimento, durante o encharque a 690°C (25 h e 27 h) e após o recozimento para 47 h e 183°C , estão mostrados nas figuras 5, 6, 7 e 8, respectivamente.

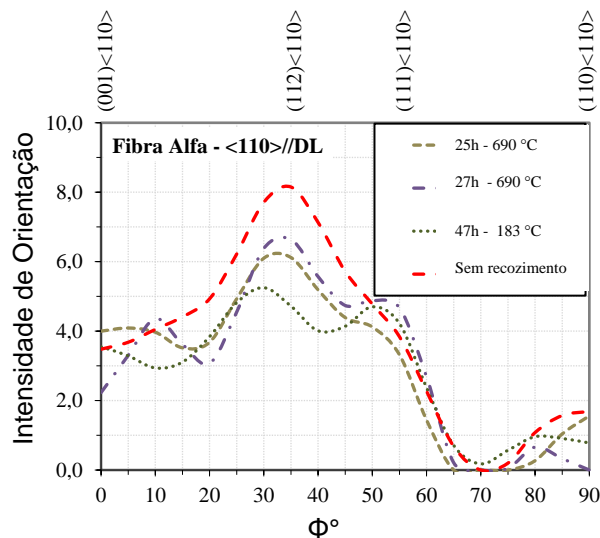


Figura 5. Intensidade relativa de orientação das componentes de textura das fibras α , durante o ciclo térmico de recozimento.

Na figura 5, se verifica leve redução da intensidade relativa de orientação das componentes de textura das fibras α ($\langle 110 \rangle // DL$), ao longo do ciclo térmico, sendo mais significativa para as componentes próximas de $(112) \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$.

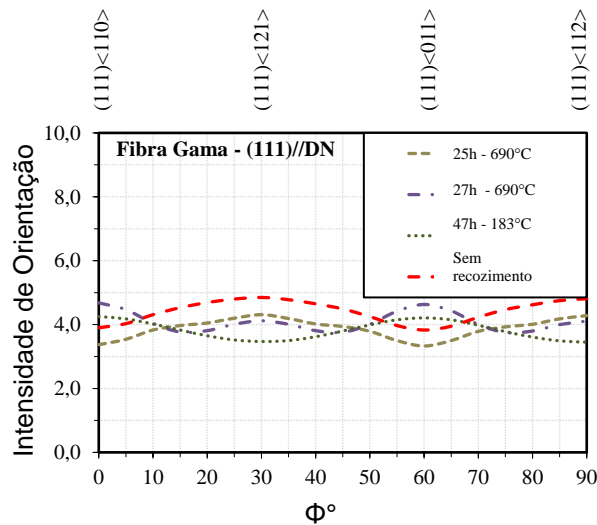


Figura 6. Intensidade relativa de orientação das componentes de textura das fibras γ durante o ciclo térmico de recozimento.

A reorientação das componentes de textura das fibras γ ($111 // DN$) é verificada ao longo do ciclo térmico, sendo que as componentes próximas de $(111) \langle 1\bar{2}1 \rangle$ e $(111) \langle \bar{1}\bar{1}2 \rangle$ reduziram de intensidade ao longo do ciclo, enquanto houve o fortalecimento das componentes $(111) \langle 0\bar{1}1 \rangle$ e $(111) \langle 1\bar{1}0 \rangle$ após o ciclo analisado (Figura 6).

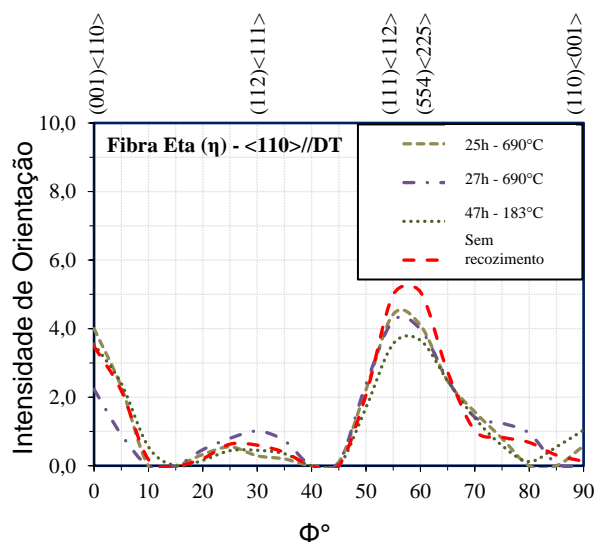


Figura 7. Intensidade relativa de orientação das componentes de textura das fibras η , durante o ciclo térmico de recozimento.

Não se verifica variação significativa nas intensidades relativas de orientação das componentes de textura das fibras η ($\langle 110 \rangle // DT$), ao longo do ciclo térmico, sendo

as componentes de maior intensidade próximas de $(111) \langle \bar{1} \bar{1} 2 \rangle$ e $(554) \langle \bar{2} \bar{2} 5 \rangle$ (Figura 7).

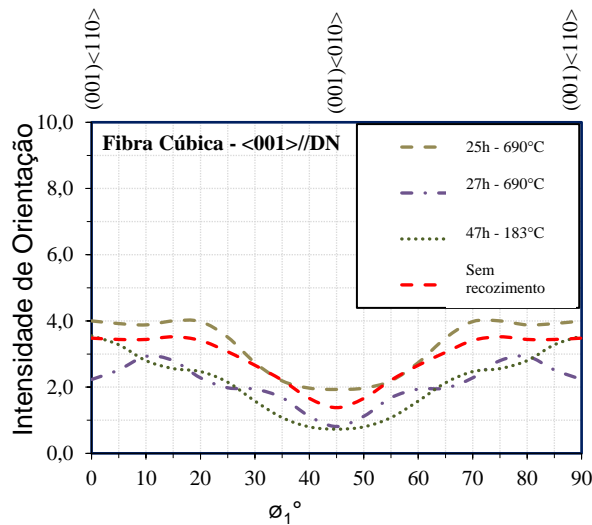


Figura 8. Intensidade relativa de orientação das componentes de textura das fibras cúbica, durante o ciclo térmico de recozimento.

Verifica-se leve redução da intensidade relativa de orientação das componentes de textura das fibras simétricas cúbicas, ao longo do ciclo térmico, nas condições ensaiadas (Figura 8).

Observa-se que a textura de deformação da amostra desse aço, após laminação a frio e sem recozimento é composta principalmente por duas fibras, a fibra α ($\langle 110 \rangle // DL$), com o eixo da fibra paralelo a direção de laminação e a fibra γ ($\langle 111 \rangle // DN$), perpendicular à superfície da chapa, com as componentes de textura $(112) \langle 1 \bar{1} 0 \rangle$ e $(211) \langle 0 \bar{1} 1 \rangle$ mais intensas, similar ao observado no trabalho de Janakiram [9], que avaliou a microestrutura e a evolução da textura para o aço laminado a frio e posterior ao recozimento.

Não se observa alteração significativa na textura analisada durante os ciclos térmicos realizados, quando comparado à textura cristalográfica de deformação original, principalmente para as componentes das fibras η e cúbica. Observa-se o desenvolvimento de uma textura fraca e não uniforme, com a presença das componentes $(112) \langle 1 \bar{1} 0 \rangle$, ao longo do ciclo térmico. Verifica-se redução da intensidade de orientação da fibra α ($\langle 110 \rangle // DL$) e a reorientação e enfraquecimento das componentes de textura da fibra γ ($(111) // DN$) do aço após recozimento.

2.2.3 Tamanho de grão

Após o fim do encharque se observa a estabilização do tamanho do grão ferrítico, em aproximadamente $6,5 \mu\text{m}$. Não se observa variação significativa do tamanho do grão ferrítico após a finalização da recristalização, evidenciando o efeito da ação dos precipitados ancorados nos contornos de grão, durante a recristalização primária (Tabela 3).

Tabela 3. Resultados de determinação de tamanho de grão ferrítico recristalizado ao longo do final do ciclo térmico na condição ensaiada.

Recozimento		Tamanho de grão		
Tempo (h)	Temperatura (°C)	Comprimento médio do Intercepto l (μm)	Desvio Padrão	Tamanho de Grão médio ASTM (G)
27	690	6,81	0,23	11,0
29	690	6,68	0,68	11,0
37	380	6,16	0,33	11,5
39	324	6,57	0,38	11,0
45	213	6,47	0,47	11,5
48	167	6,64	0,27	11,0

2.2.4 Propriedades mecânicas

A evolução do limite de resistência (LR) e do limite de escoamento (LE) ao longo do ciclo térmico é mostrada na figura 9. Como pode ser observado, houve uma queda no LR e no LE para o aço recozido a partir de 11 h de recozimento, no início do encharque a 690°C.

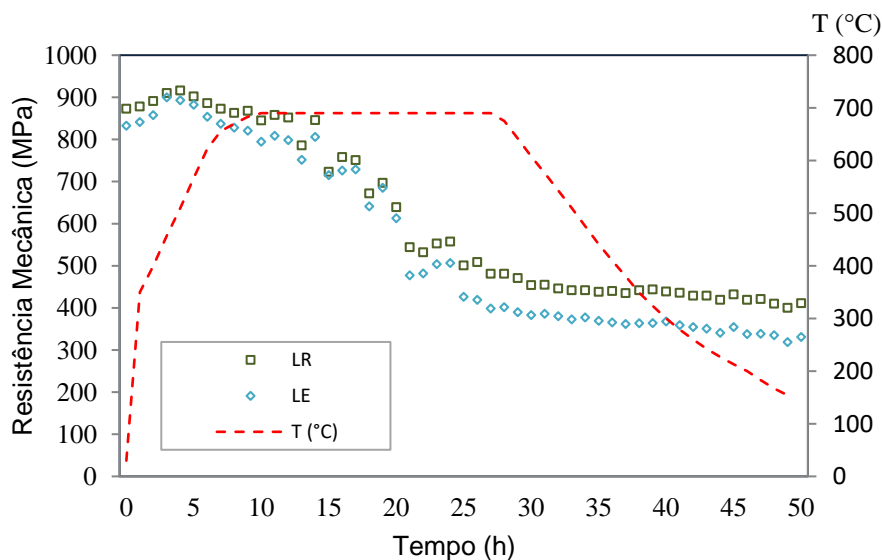


Figura 9. Variação do LR e do LE ao longo do ciclo térmico de recozimento.

Os três estágios do recozimento são facilmente observados na figura 8, onde se tem no primeiro momento a recuperação, seguida da recristalização e o crescimento de grão, sendo o estágio de recristalização mais evidente devido à redução significativa do LR e LE. Resultado similar foi observado nos valores de dureza Vickers. Para o aço encruado inicialmente foi verificado valores de dureza em torno de 270 HV e para o aço recozido de aproximadamente 130 HV. Comportamentos similares da

variação de dureza Vickers ao longo do ciclo térmico de recozimento foram registrados em estudos realizados em aços ARBL microligados ao nióbio laminados a frio e recozidos [1, 8].

Verifica-se de modo geral que o aço encruado apresentou maiores valores de limite de resistência, limites de escoamento e dureza, quando comparado ao aço recozido. Durante o ciclo de recozimento pode-se observar alterações nessas propriedades mecânicas, evidenciadas pela evolução da microestrutura do aço ao longo do ciclo térmico.

2.2.5 Fração recristalizada

A figura 10 mostra a fração volumétrica recristalizada, utilizando os valores de dureza Vickers ao longo do ciclo térmico e a equação 1. Os valores referentes à cinética de recristalização, considerando o amaciamento do aço ao longo do recozimento, estão de acordo com as medições metalográficas realizadas, após a subtração do efeito de recuperação.

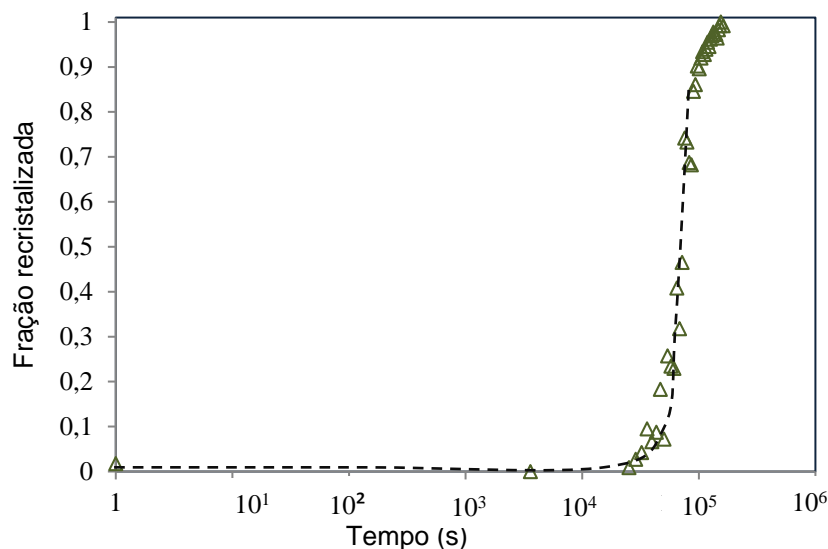


Figura 10. Comparação da fração recristalizada quantificada por ensaios de microdureza.

A fração volumétrica recristalizada em função do tempo de recozimento varia para diferentes níveis de redução a frio e de temperatura de encharque de recozimento, como mostrado por Liu *et al* [5], para um aço ARBL microligado ao V.

3 CONCLUSÕES

A microestrutura antes do recozimento apresentou grãos alongados de ferrita e perlita. Já após o recozimento verificam-se predominância de grãos de ferrita e carbonetos esferoidizados. Não foi observada diferença significativa no tamanho de grão recristalizado.

A textura de deformação da amostra encruada desse aço, após laminação a frio e sem recozimento, é composta principalmente por duas fibras, a fibra α ($\langle 110 \rangle // DL$), com o eixo da fibra paralelo a direção de laminação e a fibra γ ($\langle 111 \rangle // DN$), perpendicular à superfície da chapa, com as componentes de textura $(112) \langle 1\bar{1}0 \rangle$

e $(211) \langle 0\bar{1}1 \rangle$ mais intensas. Não se observa alteração significativa na textura durante o ciclo térmico, quando comparado à textura cristalográfica de deformação original, principalmente para as componentes de textura das fibras η e cúbica. Observa-se o desenvolvimento de uma textura fraca e não uniforme, com a presença das componentes $(112) \langle 1\bar{1}0 \rangle$, ao longo do ciclo térmico.

Ocorreu variação do limite de resistência, limite de escoamento e dureza, ao longo do ciclo térmico realizado, principalmente entre 14 e 26 h. Observa-se a estabilização desses valores em aproximadamente 26 h de recozimento, indicando homogeneização dessas propriedades, dentro da faixa de requisitos normativos para o aço avaliado.

REFERÊNCIAS

- 1 Fang C, Garcia CI, Choi SH. et al. A Study of the Batch Annealing of Cold-Rolled HSLA Steels Containing Niobium or Titanium. Metallurgical and Materials Transactions A. 2015: 3635–3645.
- 2 Garcia CI. High strength low alloyed (HSLA) steels. Automotive Steels Design, Metallurgy, Processing and Applications. 2017: 145-167
- 3 DeArdo AJ. Microalloyed Steels: Past, Present and Future, HSLA Steels 2015, Microalloying 2015 & Offshore Engineering Steels 2015. 2015: 17-32
- 4 Marinho MN. Influência da Temperatura e do Tempo de Recozimento nas Propriedades Mecânicas e Microestrutura de um aço Microligado ao Nióbio para Aplicação na Indústria Automotiva. Dissertação (mestrado). UFMG. 2018
- 5 Liu Z, Ordenez RO, Lei Y, Garcia CI, Wang G. Microstructural characterization and recrystallization kinetics modeling of annealing cold-rolled vanadium microalloyed HSLA steels. Journal of Alloys and Compounds. 2016: 293–301.
- 6 Krauss G. Steels. Processing, Structure and Performance. 2ª Edição. Ohio: ASM International. 2015.
- 7 Gong Y, Liang X, Uusitalo J e DeArdo AJ. Annealing Studies of HSLA Steels Using EBSD, TMS (The Minerals, Metals & Materials Society). 2016: 99-112.
- 8 Fang C. Annealing and Precipitation Behavior During Batch Annealing of HSLA Steels. Doctoral Dissertation, University of Pittsburgh. 2011.
- 9 Janakiram S, Gautam J. P, Recrystallization Texture Evolution in HSLA Steel. Advanced High Strength Steel. 2018: 135-142
- 10 ASTM International, ASTM E112 - 13 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, West Conshohocken, PA. 2013.
- 11 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, São Paulo. NBR ISO 6892-1:2013 Materiais metálicos - Ensaio de tração: Pt 1: método de ensaio à temperatura ambiente. 2013.
- 12 ASTM International, ASTM E384 Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials, West Conshohocken, PA. 2017.