# CORRELAÇÃO ENTRE PROPRIEDADES MECÂNICAS, MICROESTRUTURA E PARÂMETROS DE PROCESSO NA OBTENÇÃO DE UM AÇO C - Mn DE GRÃOS FERRÍTICOS ULTRAFINOS <sup>1</sup>

Marcelo Renato Magalhães<sup>2</sup> Giovane Azevedo <sup>3</sup> Ronaldo Barbosa <sup>4</sup> Elena V. Pereloma <sup>5</sup> Dagoberto Brandao Santos <sup>6</sup>

#### Resumo

O enfoque deste trabalho é avaliar as propriedades mecânicas e caracterizar um aço de baixo teor de carbono de estrutura ferrítica ultrafina, da ordem de 1µm, e estabelecer uma correlação com os fatores determinantes destas microestruturas finais e os principais parâmetros de processo empregados na sua obtenção. Após austenitização a 900°C e têmpera, realizou-se o aquecimento das amostras à taxa de 1 °C/s, encharque durante 5 min e em seguida foram submetidas à torção em temperaturas de 700 e 740°C, envolvendo 7 passes de deformação, até uma deformação verdadeira final de 1. A evolução do tamanho de grão ferrítico deste aço recozido então isotermicamente a 800°C durante diferentes tempos foi verificada, assim como o comportamento mecânico através de testes de microdureza Vickers. A microestrutura foi analisada por microscopia óptica, eletrônica de varredura, de transmissão e de força atômica. O refinamento de grão obtido através da deformação por torção associada ao tratamento térmico foi notável, variando entre 1 e 4 micrômetros, de acordo com o tempo de recozimento. Os valores de microdureza variaram em torno de 200 HV, guardando uma relação com o tamanho de grão ferrítico e com os percentuais dos constituintes, especialmente ferrita e MA, demonstrada através de uma equação empírica.

Palavras-chave: Grão ultrafino; Recozimento intercrítico; Torção a quente.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> 60 ° Congresso Anual da ABM – Internacional – Belo Horizonte 25 a 28 de julho 2005 – MG – Brasil <sup>2</sup> Estudante de Engenharia Metalúrgica do departamento de Engenharia Metalúrgica e de materiais da E.E. UFMG.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Membro da ABM, Mestre, Professor do Colégio Técnico da UFMG.

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Membro da ABM, Dr., Professor Adjunto do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Professora, School of Physics and Materials Engineering, Building 69, Monash University, VIC 3800, Australia.

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup> Membro da ABM, Dr., Professor Adjunto do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG.

## 1 INTRODUÇÃO

O ensaio de torção computadorizado tem sido usado para simular todo o processo de laminação a quente, desde o aquecimento do lingote até o bobinamento final de tiras (Boratto,1987, Bowden,1991, Pussegoda,1991, Karjalainen,1995, Cota,1998), na determinação de parâmetros operacionais na laminação controlada, fornecendo informações sobre tensões de fluxo em cada passe e permitindo uma correlação entre a resistência mecânica e a evolução microestrutural da austenita (tamanho de grão), temperaturas de transformação e cinética das transformações de fases.

As variáveis mais importantes no processamento termomecânico são: temperatura, tempo (aquecimento, resfriamento, intervalo entre passes), taxa de deformação e deformação.

Na simulação por torção, próxima à laminação real, a seqüência (T, t,  $\dot{\epsilon}$ ,  $\epsilon$ ) é seguida com valores similares aos da escala industrial, utilizando-se níveis de  $\epsilon$  e  $\dot{\epsilon}$  convertidos em valores angulares e transformados em ângulo e velocidade de rotação da máquina de torção. Neste caso, utilizou-se também um tempo único de intervalo entre os passes e uma só taxa de deformação para todos os passes.

O ensaio de torção a quente computadorizado pode também ser utilizado para se projetar esquemas de laminação, que são inicialmente executados na máquina de torção (Boratto et al., 1987). Neste, os parâmetros das curvas tensãodeformação permitem calcular as tensões de fluxo média equivalentes em cada passe e a partir desta podem ser previstas as cargas de laminação, cujos resultados, quando comparados às forças ou cargas de laminação efetivamente obtidas na laminação em escala de laboratório (Santos et al., 1990) e em escala industrial (Samuel et al., 1989) se mostraram bastante satisfatórios.

O presente trabalho tem por objetivo avaliar parâmetros de processamento termomecânicos de ordem geral, visando gerar e posteriormente entender o processo de formação de estrutura de grãos ferríticos ultrafinos. Os parâmetros operacionais para produção de aços com grãos ultrafinos, deduzidos dos ensaios de torção, podem ser correlacionados aos passes finais para linha de produção de tiras. Chama-se a atenção, neste trabalho, de a microestrutura original consistir de martensita.

## 2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A Figura 1 mostra esquematicamente a seqüência de eventos realizados durante o procedimento experimental.



Figura 1. Esquema seqüencial do procedimento experimental.

A composição química do aço utilizado está listada na Tabela 1.

Tabela 1. Composição química do aço C-Mn (% peso).

Elemento	С	Mn	Si	Al	Р	S	$N_2$
Teor	0,15	1,39	0,39	0,039	0,016	0,009	0,004

Os corpos de prova de torção tubulares com comprimento útil de 16 mm e diâmetro de 6,35 mm foram usinados a partir de tiras cortadas paralelas à direção de laminação da chapa industrial. A austenitização foi realizada a 900°C e a têmpera em salmoura e gelo, com uma taxa de resfriamento de  $\approx$ 300°C/s. Após têmpera, realizou-se o aquecimento das amostras à taxa de 1°C/s para depois submetê-las à torção às temperaturas de 700 e 740°C, após um período de 5 min de estabilização, envolvendo 7 passes de deformação segundo o esquema mostrado nas tabelas 2 e 3. A taxa de deformação empregada ( $\epsilon$ ) foi de 2 s<sup>-1</sup> e intervalo entre passes de 1 s. Em seguida, as amostras foram resfriadas ao ar a uma taxa de  $\approx$  1°C/s.

Uma máquina universal de ensaios MTS 880-14, equipada com uma unidade de torção e uma unidade de aquecimento do tipo INFRATHERM-ANALÓGICA foi utilizada nos presentes experimentos. A aquisição de dados foi feita através de uma unidade computadorizada MTS Test-Star II TM, com software SX TM e controle de servo-válvula. O monitoramento de temperatura e respectivas taxas de resfriamento foram efetuados utilizando-se termopar inserido nas amostras.

O tamanho de grão ferrítico foi medido através de um analisador de imagens, Image Pro-Plus<sup>tm</sup>, ligado a microscópio metalográfico, marca Leitz, modelo Metalux II. O método de cálculo corresponde àquele estabelecido nas normas ASTM E112-96 e E562-83. A microestrutura das amostras, após recozimento, foi caracterizada por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, em um microscópio da marca Jeol, JSM 6360LV. Para esses exames usou-se o ataque com reativo nital 2%. Amostras selecionadas foram também estudadas usando um microscópio eletrônico de transmissão Philips CM20, equipado com um espectrômetro de energia dispersiva de raios-x de janela ultrafina (delgada) Oxford Link model MK 6. As medições de microdureza Vickers foram realizadas em um microdurômetro marca Leitz, modelo Durimet com carga de 2.94 N (300 gf). A avaliação foi realizada na região superficial das amostras, uma vez que os corpos de prova eram tubulares.

## **3 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

A Figura 2 demonstra a evolução microestrutural das amostras do aço quando submetidos ao processamento termomecânico.



**Figura 2**. Evolução microestrutural das amostras deformadas a 740°C após têmpera, torção e recozimento, nital 2%. MEV. (a) Não recozida, (b) Recozimento por 1 h, (c) Recozimento por 2 h e (d) Recozimento por 3 h.

## 3.1 Temperaturas de Deformação

As temperaturas de deformação empregadas, 700 e 740°C, estiveram próximas a AC<sub>1</sub> (719°C), temperatura teórica de transformação  $\alpha \rightarrow \gamma$  no aquecimento, de acordo com o cálculo utilizando a expressão de Andrews(1965).

#### 3.2 Efeitos da Temperatura na Tensão de Deformação

O encruamento e o amaciamento dinâmicos se comportam de maneiras contrárias, onde se estabelece um processo de balanço entre forças. A geração de deslocações e suas interseções durante a deformação plástica levam ao endurecimento, enquanto que a recuperação atenua esse efeito, pela coalescência, aniquilação e reconstrução de deslocações por escorregamento cruzado e escalada com ajuda da tensão aplicada e da ativação térmica, como afirmado por Semiatin (1985). As curvas de fluxo, Figura 3, demonstram esta tendência.

Ocorreu uma tensão máxima na deformação equivalente próxima a 0,4 para a temperatura de deformação de 740°C, depois a tendência é de se atingir estado estacionário. Para a deformação a 700°C, a forma da curva envoltória às curvas de fluxo dos passes individuais parece sinalizar para a ocorrência de um amaciamento dinâmico após ultrapassagem de uma certa deformação crítica, que por sua vez pode provocar a recristalização dinâmica mais intensa da ferrita.



Figura 3. Curvas de fluxo.

A partir dos dados de tensão x deformação foi feito o gráfico de tensão média de trabalho, para as duas temperaturas de deformação. Utilizou-se uma análise estatística simples onde foi calculado a média das tensões, em cada passe, desconsiderando as tensões aplicadas para deformar o aço elasticamente. Foi calculado o desvio padrão populacional por passe. O gráfico desta dependência se encontra na Figura 4.



Figura 4. Tensão média de trabalho por passe em função das temperaturas de deformação.

Observando as diferenças das tensões médias de deformação para as temperaturas analisadas em cada passe conclui-se que, no caso analisado, a tensão

média de trabalho é independente da deformação sendo função da temperatura de deformação.

O elemento diferencial desse processamento se encontra na estrutura fina e altamente tensionada originalmente obtida pela têmpera, que vai facilitar subseqüentemente a nucleação da ferrita durante a deformação e no recozimento, possibilitando a obtenção de grãos ultrafinos.

#### 3.3 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)

Os exames do MET mostraram que a microestrutura do aço C-Mn depois da torção a morno consiste em uma mistura de grãos poligonais alongados de ferrita com deslocações no interior destes grãos e grãos poligonizados guase equiaxiais que contêm um número muito baixo de deslocações (Figura 5a). Em alguns grãos, as deslocações deram forma à estrutura celular pelo rearranjo no emaranhado de deslocações em paredes de células e quase completamente livre das pilhas dos emaranhados de deslocações (Figura 5b). Este é um resultado da deformação dos grãos de ferrita já existentes na microestrutura durante a torção. O último grupo de grãos da ferrita é um produto da transformação induzida por deformação e da recristalização dinâmica. Além de ferrita, uma quantidade significativa de carbonetos de Fe<sub>3</sub>C, situados predominantemente nos contornos de grão e nas junções triplas, foi observada (Figura 5). Alguns destes carbonetos foram encontrados também dentro dos grãos de ferrita. Situados nos contornos de grão, carbonetos podem provocar ancoramento, retardando o movimento dos contornos de grão e conduzindo assim a um tamanho de grão mais fino de ferrita. A forma dos carbonetos variou de globular a alongado e cuboidal. Ilhas de austenita retida estavam também presentes na microestrutura.



**Figura 5**. Imagens de campo claro (a,b) e de campo escuro (c) correspondente do aço C-Mn após a deformação a  $740^{\circ}$ C, onde  $\alpha$  denota ferrita,  $\gamma$  denota austenita e o C é carboneto.

A Figura 6 mostra a evolução do microestrutura durante recozimento a 800°C de 60 a 180 minutos. Com tempo de recozimento mais longo os grãos recristalizados da ferrita tornaram-se mais grossos, enquanto que fração volumétrica de outros constituintes (martensita, austenita retida e bainita granular) aumentou também. A presença dos carbonetos foi somente evidente dentro da ferrita e

austenita retida, enquanto que os contornos de grão estavam livres de precipitados.

A quantidade de carbonetos diminuiu significativamente em comparação com o estado deformado, o que indica sua dissolução. Os carbonetos acabaram tornando-se também mais finos com aumento no tempo de recozimento, o que justifica também sua dissolução.



**Figura 6**. Fotomicrografias de MET do aço C-Mn após recozimento a 800  $^{\circ}$ C por 60 min (a,b) e 180 min (c,d), onde  $\gamma$  é austenita retida, M é martensita, C é carboneto e  $\alpha$  é ferrita.

## 3.4 Microdureza x Tamanho de Grão Ferrítico

O valor do tamanho de grão ferrítico contribui inversamente com o valor da dureza. A Figura 7 demonstra a variação da dureza para várias situações estudadas.



Figura 7. Gráfico HV x d<sup>-1/2</sup> a) Deformação a 700°C e b) Deformação a 740°C

A partir dos dados das Figuras 7a e 7b e através de regressões lineares as seguintes correlações para a microdureza em função do tamanho de grão ferrítico foram obtidas.

$$700^{\circ}C$$
  
HV = - 90,06 + 13,46 d<sup>-1/2</sup> (1)  
740°C

(2)

\_\_\_\_

 $HV = 93,14 + 5,36 d^{-1/2}$ 

Considerando a equação teórica da microdureza em função do tamanho de grão ferrítico desenvolvida por Priestner et al.,  $HV = 130 + 3.25 d^{-1/2}$ , percebe-se que a equação (2) se aproxima muito a esta do que a equação (1). Isto sinaliza para o fato de que os efeitos da deformação no refinamento microestrutural são menos influentes na temperatura mais alta. Pelo gráfico nota-se essa diferença, pois para o intervalo de 0 a 3 horas o tamanho do grão da amostra de 740°C cresce numa faixa maior do que a amostra de 700°C.

Como observado por Adachi et al.(2000) com a deformação aplicada a 740°C, células de deslocações são introduzidas em alguns grãos recristalizados. Com a deformação aplicada a 700°C, tanto células de deslocações quanto microbandas se formam, com maior presença da segunda. Uma maior precipitação de carbonetos ocorrerá nestas regiões ricas em defeitos e esta presença maciça de carbonetos alojados nos contornos também possibilitam uma restrição eficiente ao crescimento do grãos ferríticos.

As Figuras 8a e 8b mostram como esses fatores citados acima interferem no crescimento do grão ferrítico durante o recozimento a 800°C, verifica-se que a

amostra deformada a temperatura a 740°C apresenta um crescimento do grão maior em relação a amostra deformada a 700°C.



**Figura 8**. Amostras recozidas por 3Horas. a) Deformação a 700°C e b) Deformação a 740°C. Aumento 1000 x. Ataque nital 2%

As amostras processadas à temperatura mais baixa (700°C) apresentam microdureza ligeiramente maior em função do maior encruamento, que por sua vez possibilita a recristalização dinâmica mais intensa da ferrita. Algumas variações em valores de microdureza também se devem à influência dos constituintes presentes, como MA (martensita e austenita retida) e carbonetos. Pode-se observar na Figura 5 que existem concentrações de MA em algumas regiões.



**Figura 9**. Amostra deformada a 740<sup>°</sup>C e recozida por 1 h. Ataque LePera. Regiões brancas correspondem ao constituinte MA.

#### 3.5 Constituição Microestrutural em Função do Tempo de Recozimento

De acordo com as Figuras 10a e 10b verificou-se que o tempo de recozimento influenciou de modo diferente para cada condição. Nota-se que a porcentagem de MA para a deformação a 740°C foi aumentando. Em relação à deformação a 700°C a porcentagem de MA cresceu de forma mais irregular com tempo de recozimento, sendo o pico do valor máximo com 1 hora de recozimento, entretanto a porcentagem do constituinte escuro (perlita, bainita granular e

carbonetos) das amostras de 740°C cresceu com o tempo de recozimento. Com relação à presença do constituinte escuro nas amostras de 700°C, observou-se que houve uma maior fração desse constituinte que para a amostra deformada a 740°C. Como a fração de ferrita é medida em função dos dois constituintes, verificou-se um pequeno decréscimo da porcentagem de ferrita com o tempo de recozimento para ambas as amostras, sendo a maior diminuição na amostra deformada à temperatura menor. A tendência de se obter uma maior fração volumétrica de MA para tempos intermediários de recozimento e depois uma redução neste percentual está em consonância com dados da literatura (Vieira, 1999).

Para uma posterior análise desses fatores na interferência da microdureza do aço C-Mn, encontraram-se as seguintes correlações:



**Figura 10**. Constituição microestrutural em função do tempo de recozimento. a) Deformação a 700°C e b) Deformação a 740°C.

Para a torção à temperatura de 700°C, encontrou-se:

HV =  $-44 + 11,5 d^{-1/2} - 0,75 \%$ MA HV =  $117 + 4,7 d^{-1/2} - 1,45 \%$  CE HV =  $232 - 0,214 d^{-1/2} + 6,56 \%$ MA - 5,06 % CE

Para a torção à temperatura de 740°C, encontrou-se:

HV =  $39,6 + 7,51 d^{-1/2} + 2,02$ %MA HV =  $151 + 3,35 d^{-1/2} - 2,38$ % CE HV =  $414 - 6,46 d^{-1/2} - 5,00$ %MA - 7,66% CE

Onde:

HV = Microdureza Vickers d = tamanho de grão (mm), CE=constituinte escuro Deve-se levar em conta que não foi avaliada a distribuição nem o tamanho médio das ilhas de MA, apenas sua fração volumétrica, justificando assim os termos negativos nas equações.

## 4 CONCLUSÕES

São conclusões deste trabalho:

- 1- O refinamento de grão obtido através da deformação por torção associada ao tratamento térmico foi notável em relação ao tamanho de grão ferrítico, variando entre 2,00 a 2,3 μm para as amostras deformadas a temperatura de 700°C e entre 2,3 a 4,3 μm para as amostras deformadas de 740°C.
- 2- Os valores de microdureza variaram em torno de 200 HV. O limite de resistência mecânica previsto é da ordem de 600 MPa, muito maior do que o limite de resistência encontrado nos aços carbono típicos (≈ 350 MPa).
- 3- O tamanho de grão ferrítico, como esperado, variou de forma crescente com o tempo de recozimento, que demonstrou exercer a maior influência sobre as propriedades mecânicas. As frações de MA e constituinte escuro também exerceram certa influência sobre a microdureza através de um balanço de contribuições.
- 4- Comparando os resultados obtidos para as temperaturas de deformação (700 e 740)°C verifica-se que com relação às propriedades mecânicas, como o limite de resistência, as amostras deformadas à temperatura mais baixa apresentaram valores superiores às amostras deformadas à temperatura de 740°C.

## 5. Bibliografia

- 1 ADACHI, Y., HINOTANI, S. Ultrarefinement of Ferrita Grains in Low Carbon Steels by Modified Ausforming in Largely Supercooled Austenite Field. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON PROCESSING & MANUFACTURING OF ADVANCED MATERIALS, THERMEC 2000 Las Vegas, USA, december 2000, p.77-82.
- 2 ANDREWS, K.W., JISI, vol.203 (1965) p.721-727.
- 3 BORATTO, F.; YUE, S.; JONAS, J. J.; LAWRENCE, T. Projeto de Esquemas de Laminação Controlada através de Ensaio de Torção Computadorizado. In: SEMINÁRIO COLAM-ABM,1987, São Paulo. p. 65-81.
- 4 BOWDEN, J.; SAMUEL, F. H.; JONAS, J. J. Effect of interpass time on austenite grain refinement by means of dynamic recrystallization of austenite. **Metallurgical Transactions A**, v. 22A, p. 2947-2957, dec. 1991.
- 5 COTA, A. B. Simulação da Laminação Controlada e Resfriamento Acelerado em um Aço ARBL Bainítico de Baixo Carbono através de Ensaios de Torção. 1998. Tese de Doutorado em Engenharia Metalúrgica – CPGEM – Escola de Engenharia da UFMG.
- 6 KARJALAINEN, L. P.; MACCAGNO, T. M.; JONAS, J. J. Softening and flow stress behaviour of Nb microalloyed steels during hot rolling simulation. ISIJ International, v. 35, n. 12, p. 1523-1531, 1995.
- 7 PRIESTNER, R., IBRAHEEM, A. K. Ultra-fine grained ferritic Steel J. J. JONAS SYMPOSIUM 2000, p.351-364.

- 8 PUSSEGODA, L. N.; JONAS, J. J. Comparion of dynamic recrystallization and conventional controlled rolling schedules by laboratory simulation. **ISIJ International**, v. 31, n. 3, p. 278-288, 1991.
- 9 SAMUEL, F. H.; YUE, S.; JONAS, J. J.; ZBINDEN, B. A. Modelling of flow stress and rolling load of a hot strip mill by torsion testing. **ISIJ International**, v.29, n. 10, p. 878-886, 1989.
- 10 SANTOS, D. B.; BARBOSA, R. A. N. M. The determination of the critical temperatures of recrystallization and austenite transformation during hot rolling of microalloyed steels. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON RECRYSTALLIZATION IN METALLIC MATERIALS, 1990, Wollongong, Australia. The Minerals, Metals and Materials Society, 1990, p. 399-404.
- 11 SEMIATIN, S. L.; LAHOTI, G. D.; JONAS, J. J. Asm Metals Handbook Vol.8 (Mechanical Testing), 9th Ed. Ohio: American Society For Metals, Metals Park, 1985, p. 154-184.
- 12 VIEIRA, A. G. Influência da Microestrutura inicial na fração volumétrica de austenita retida e propriedades mecânicas de aços multiconstituídos. 1999. Tese de Doutorado em Engenharia Metalúrgica – CPGEM – Escola de Engenharia da UFMG.
- 13 YADA, H.; RUDDLE, G. E.; CRAWLEY, A. F.; Prediction of Microstructural Change and Mechanical Properties in Hot Strip Rolling. In: ACCELERATED COOLING OF ROLLED STEEL, 1987, Winnepeg. Winnepeg: Pergamon Press, 1987. p. 373-385.

# CORRELATION BETWEEN MECHANICAL PROPERTIES, MICROSTRUCTURE AND PROCESSING PARAMETERS IN THE OBTAINMENT OF AN ULTRAFINE GRAINED FERRITE IN A C-MN STEEL<sup>1</sup>

M. R. Magalhães<sup>2</sup> G. Azevedo<sup>3</sup> R. Barbosa<sup>4</sup> E.V. Pereloma<sup>5</sup> D.B. Santos<sup>6</sup>

#### Abstract

This work was focused on evaluating the processing parameters used in the obtainment of a low carbon C-Mn steel with an ultrafine ferrite microstructure, and its influence on mechanical properties. After soaking during 5 min at 900°C, the samples were quenched and then reheated and submitted to hot torsion deformation at temperatures of 700 and 740°C. The torsion schedule consisted of 7 isothermal passes leading to a total true strain of ≈1 generating an ultrafine microstructure with grain sizes of the order of 1µm. The samples were heated up to  $800^{\circ}$ C, soaked at this temperature for 1, 2 and 3 hours. The various constituents present in the microstructure as well as the ferrite grain size and morphology were examined by optical, atomic force, scanning and transmission electronic microscopy. Microhardness tests were performed, with values around 200HV, decreasing with the increase of annealing times and showing a relationship with ferrite grain size and the volume fractions of the constituents, specially MA, demonstrated through empirical equations.

Key-words: Ultrafine ferrite; Intercritical annealing; Torsion testing.