

ENCRUAMENTO E TENACIDADE DO AÇO Nb-Ti DE GRÃO ULTRAFINO¹

Hezio Rosa da Silva²

Gustavo Gonçalves Lourenço³

Luciana Helena Reis Braga³

Paulo César Matos Rodrigues⁴

Dagoberto Brandão Santos⁵

Resumo

A obtenção de aços de baixo teor de carbono microligados pelo processamento termomecânico visando uma alta resistência mecânica e alta tenacidade a baixas temperaturas, com boas características de ductilidade e soldabilidade, tem sido o grande objetivo da produção industrial desses materiais. Uma vez que a redução do tamanho de grão ferrítico é o único mecanismo capaz de aumentar a resistência mecânica e manter uma boa tenacidade, a produção de aços de grão ferrítico ultrafino torna-se importante. Por outro lado, o comportamento desses materiais de granulação ultrafina quando deformados plasticamente tem-se mostrado bastante interessante. Por exemplo, o alongamento uniforme aumenta com a redução do tamanho de grão ferrítico ao mesmo tempo em que se reduz a razão elástica. Assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar o comportamento com relação ao encruamento e a tenacidade de um aço microligado baixo carbono (0,11% C, 1,41% Mn, 0,028%Nb e 0,012%Ti) de grão ferrítico ultrafino (~2 µm), obtido através de tratamentos térmicos de têmpera, laminação a morno e recozimento intercrítico a 800°C, e subcrítico, a 550°C. A evolução do tamanho de grão ferrítico, após os tratamentos termomecânicos, foi avaliada por metalografia quantitativa. Para análise do encruamento foram realizados ensaios de tração e de microdureza Vickers. A tenacidade foi avaliada por testes de impacto Charpy em corpos de prova de reduzido à temperatura de -20°C. O tamanho médio de grão ferrítico obtido variou entre 1,3 e 3,5µm, atingindo-se um nível máximo de refinamento de 87%. Foi possível observar que o material recozido a 800°C apresentou um melhor balanço resistência-tenacidade, mostrando um notável alongamento e apresentando expoentes de encruamento da ordem de duas vezes superiores aos apresentados pelo material recozido a 550°C.

Palavras-chave: Grão ultrafino; Recozimento intercrítico; Laminação a morno; Cementita.

ENCRUAMENTO E TENACIDADE DO AÇO Nb-Ti DE GRÃO ULTRAFINO

Abstract

The ferritic grain refinement is a powerful mechanism to improve mechanical properties of low carbon steels providing steels with high strength and toughness at low temperatures and good weldability characteristics. The grain size refining is the unique mechanism capable of to increase both mechanical strength and toughness. The steel with an ultra-fine ferrite grained structure must shows a better relationship between mechanical strength, ductility and toughness, while the low carbon content enhances good welding characteristics. The objective of this work was to investigate the mechanical behavior of a microalloyed low carbon-manganese (0,11%C, 1,41%Mn, 0,028%Nb e 0,012%Ti) steel with ultra-fine grains produced through thermal treatment, warm rolling, followed by sub and intercritical annealing. After quenching in ice brine, steel samples were submitted to warm rolling at 700°C, with three pass of 0.23 true strain thickness reduction and air cooled. The following intercritical annealing treatment was done at 550 or 800°C for soaking times from 5 up to 120 min. The mechanical behavior of the steel was estimated using hardness tests. The mechanical strength and hardness obtained after all processing have shown a 20% increasing when compared with results from the steel in as hot rolling industrial condition. In order to investigate the work hardening, tensile testing and Vickers hardening have been carried out. Toughness was determined by subsize Charpy V-notched specimens impact tests, which were conducted at -20°C (253K). On the average ferrite grain size changing among 1,3 e 3,5µm has ben achieved, meaning an 87% refinement maximum around. It was possible to note the material annealed at 800°C (1073K) has shown the best toughness and strength characteristics, having presented good ductility yet. Besides that, for the material annealed at 800°C (1073K), the work hardening exponent has been around twice times bigger than another one annealed at 550°C (773 K).

Key words: Warm rolling; Ultra-fine grain; Hardness; Sub critical annealing.

¹ Contribuição técnica ao 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.

² Engenheiro Pleno da Petrobrás – Betim, MG. Aluno do Curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG;

³ Aluno de Graduação em Engenharia Metalúrgica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Engenharia da UFMG;

⁴ Sócio da ABM - Professor Adjunto do Departamento de Engenharia Mecânica EE.UFMG;

⁵ Sócio da ABM - Professor Associado do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais EE.UFMG.

1 INTRODUÇÃO

Um dos principais objetivos no desenvolvimento de aços de baixo teor de carbono tem sido o refinamento de grão ferrítico, uma vez que esse confere ao aço alta resistência mecânica, alta tenacidade, baixa temperatura de transição e boa soldabilidade.^[1,2] Normalmente, os aços com baixo teor de carbono e alto de manganês apresentam resistência mecânica intermediária (400-500 MPa). Elementos microligantes como Nb e Ti, tendem a se precipitar como carbonetos durante o processamento termomecânico, proporcionando um melhor controle da microestrutura austenítica e ferrítica, também atuando diretamente nos processos de restauração do aço. O refinamento adicional da microestrutura eleva a resistência mecânica para a faixa de 500-560 MPa.^[2] Esses aços são empregados na indústria automobilística, na fabricação de dutos de grande diâmetro para transporte de gás e óleo, na fabricação de navios e plataformas de exploração de petróleo.^[1-4] Contudo, o processamento industrial confere a esses aços um tamanho de grão ferrítico mínimo da ordem de 5 μm .^[4]

Existem várias rotas de processamento para se obter uma estrutura ferrítica de grão ultrafino, em torno de 1-2 μm , e várias qualidades de aço podem ser trabalhadas a fim de se obter essa microestrutura refinada.^[5-13] Processos como a deformação intensa,^[5] colaminação seqüencial,^[7] extrusão em canais angulares iguais,^[13] moagem de alta intensidade,^[8] uso das transformações de fases como a formação de ferrita induzida por deformação plástica,^[10] ou a recristalização dinâmica da ferrita,^[12] são alguns exemplos dessa metodologia. Entretanto, os processos que envolvem uma deformação intensa apresentam limitações do ponto de vista industrial. Processamentos mais simples utilizando a deformação a morno e recozimentos intercríticos têm sido aplicados para gerar a ferrita ultrafina com relativo sucesso.^[6,11] Nesses casos, a sua extensão para o processamento industrial é perfeitamente viável. Trabalhos recentes têm demonstrado que a combinação de carbonetos nanométricos dispersos na matriz ferrítica conduzem a um aumento de resistência mecânica, mantendo-se ainda uma considerável ductilidade.^[9,14-16]

O foco do presente trabalho foi avaliar as propriedades mecânicas, o encruamento e a tenacidade do aço microligado ao Nb e Ti, de matriz ferrítica de granulação ultrafina e tendo como segundo constituinte a martensita-austenita, MA, ou cementita. Tal comparação ainda não foi relatada na literatura para um mesmo aço, e principalmente, pela rota de laminação a morno e recozimentos aqui empregada.

2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A composição química do aço investigado é dada na Tabela 1. Inicialmente, barras com dimensões de 16x40x50 mm foram austenitizadas a 900°C e temperadas em salmoura e gelo. O tamanho de grão austenítico prévio foi medido pelo método do intercepto linear em amostras atacadas com reativo de ácido pícrico. Após a têmpera, as amostras foram aquecidas por um período de 30 min a 740°C, e em seguida laminadas a 700°C em um laminador de laboratório, envolvendo três passes de 20% de redução de espessura em cada um, visando uma redução total de aproximadamente 50%. Entre cada passe as barras foram reaquecidas a 740°C antes do passe seguinte com o objetivo de manter a temperatura de laminação prevista. O controle de temperatura foi acompanhado por um termopar do tipo K, inserido no centro de uma amostra laminada. A determinação das temperaturas

críticas de transformação de fases desse aço foi obtida de trabalho anteriormente publicado.^[11] Após o último passe, as amostras foram resfriadas ao ar.

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

Elemento	C	Mn	Si	Al	P	S	Nb	Ti
Teor	0,11	1,41	0,29	0,022	0,025	0,008	0,028	0,012

Logo após o resfriamento ao ar, cada barra laminada foi cortada em seis amostras de aproximadamente 60X16X8 mm, resultando em um total de oito lotes de 6 amostras. Quatro desses lotes foram recozidos a 550°C e os outros quatro restantes recozidos a 800°C, mas para ambas as temperaturas, cada lote de amostras foi recozido em tempos de 300, 1.800, 3.600 e 7.200 s, respectivamente. Todo o processamento está esquematizado na Figura 1. Após o recozimento, três amostras de cada lote foram usinadas e ensaiadas em tração e as outras três restantes foram usinadas e submetidas ao ensaio de impacto Charpy. As medições de microdureza Vickers, tomadas nas mesmas amostras utilizadas na análise metalográfica, foram realizadas com carga de 2,94 N (300 gf).

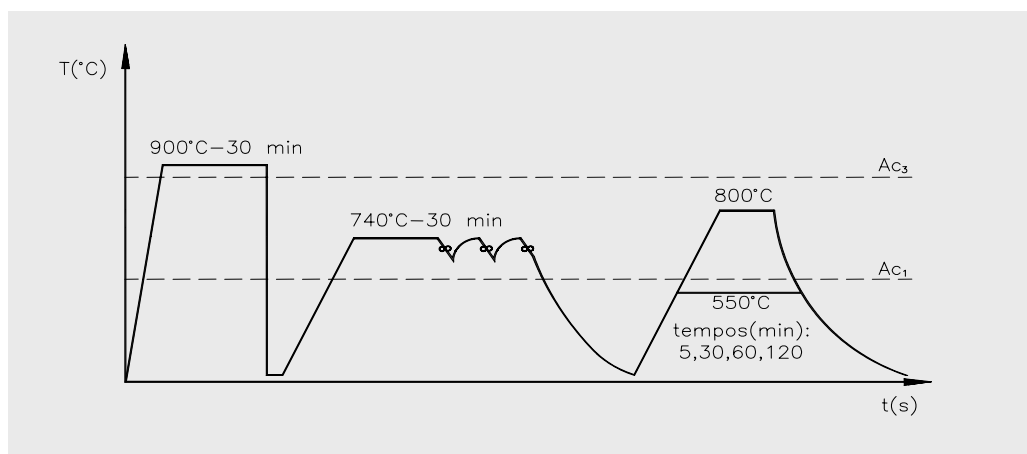


Figura 1– Esquema de processamento térmico e mecânico aplicado ao material investigado.

O tamanho de grão ferrítico, dadas suas dimensões reduzidas, foi medido no analisador de imagens medindo-se área de cada grão em fotomicrografias obtidas no microscópio eletrônico de varredura (MEV) com aumento de 2000X. Foram medidos duzentos grãos por amostra. A raiz quadrada desse valor médio corresponde ao tamanho médio de grão ferrítico. Os resultados foram processados para obtenção da média, do desvio padrão e do erro relativo para um nível de confiança de 95%. O método de cálculo foi baseado nas normas ASTM E112 e E562-83 e a microestrutura das amostras, após recozimento, foi caracterizada por microscopia óptica e eletrônica de varredura. As amostras foram atacadas com os reativos nital 2% e LePera.^[11] O percentual dos constituintes MA, carbonetos e ferrita foi avaliado por microscopia óptica.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Microestrutura e Tamanho de Grão Ferrítico

A têmpera, a partir de 900°C, produziu uma microestrutura praticamente martensítica com formação localizada de ferrita proeutetóide nos contornos de grãos austeníticos. Nesta condição a dureza alcançada foi de 360 HV, para um tamanho de grão austenítico prévio de 10,1µm. Ilhas de martensita sobre uma matriz ferrítica encruada foram observadas nas amostras pós-laminadas.

A Figura 2 mostra a microestrutura obtida após o recozimento. O constituinte MA corresponde às regiões claras, o constituinte escuro representa os carbonetos de ferro, Fe₃C, ou mesmo regiões perlíticas. A ferrita aparece na tonalidade cinza claro. A fração volumétrica obtida para MA a 800°C praticamente não variou com o tempo de recozimento.

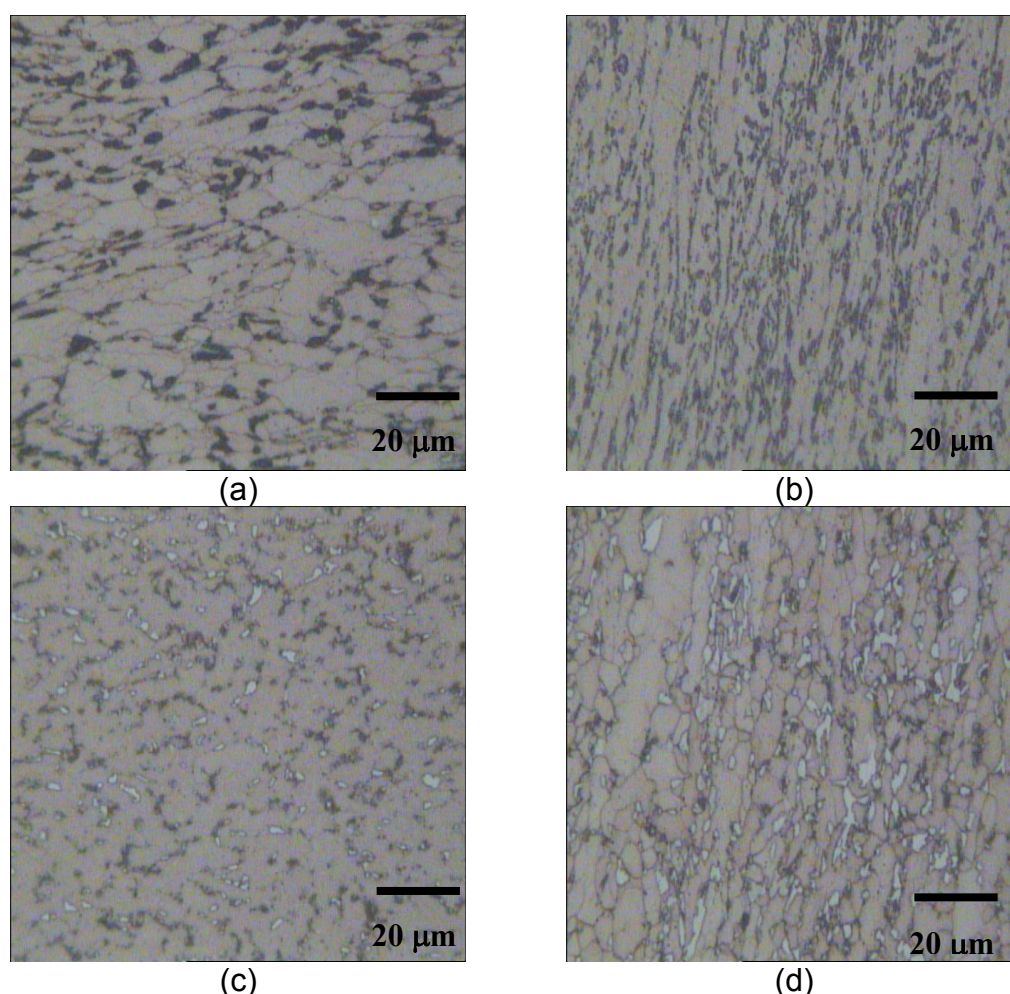


Figura 2 – Fotomicrografias ópticas de amostras laminadas a morno e recozidas a 550°C (a,b) e 800°C (c,d). Tempos de encharque (a,c) 5 min (b,d) 120 min. Ataque com reativo de LePera.

Quanto maior foi o tempo de recozimento maior foi o tamanho de grão ferrítico gerado. Após essa etapa foi possível obter um considerável refinamento e uma significativa homogeneidade da microestrutura, mesmo para o recozimento a 550°C. Nesse caso, o aço passa por uma intensa etapa de recuperação e muito pouca recristalização. Os tamanhos de grão ferríticos obtidos são mostrados na Tabela 2.

3.2 Propriedades Mecânicas

As propriedades mecânicas obtidas no ensaio de tração estão resumidas na Tabela 3. Foram ensaiadas 3 amostras de cada condição. Os expoentes de encruamento foram obtidos pelo método de Hollomon, onde o expoente n é o coeficiente angular da reta $\ln \sigma = \ln k + n \ln \varepsilon$, na qual σ e ε representam, respectivamente, a tensão e a deformação verdadeiras.

Tabela 2: Tamanhos de grão ferrítico obtidos para as amostras recozidas a 550°C e 800°C.

TAMANHO MÉDIO DE GRÃO FERRÍTICO OBTIDO (μm)				
TEMPERATURA DE RECOZIMENTO (°C)	TEMPO DE RECOZIMENTO (s)			
	300	1.800	3.600	7.200
550	1,29	2,27	1,38	1,61
800	2,05	2,50	2,71	3,48

Tabela 3: Propriedades mecânicas obtidas para as amostras recozidas a 550°C e 800°C. Média de três amostras para cada condição.

RESUMO DE ENSAIOS					
TEMPERATURA / TEMPO DE RECOZIMENTO	ENSAIO DE TRAÇÃO				
	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência (MPa)	Alongamento (%)	Redução de Área (%)	Expoente de Encruamento
550°C / 300s	536	649	16,70	73,88	0,2035
550°C / 1.800s	504	609	20,17	70,89	0,1945
550°C / 3.600s	511	611	19,42	66,99	0,1907
550°C / 7.200s	499	595	16,34	73,58	0,1851
800°C / 300s	416	651	19,25	56,90	0,3106
800°C / 1.800s	397	599	25,02	71,11	0,2785
800°C / 3.600s	369	600	20,95	66,48	0,3177
800°C / 7.200s	372	580	21,24	71,56	0,2959

Como pode ser observado na última coluna da Tabela 3, os valores dos expoentes de encruamento praticamente mostraram dependência apenas da temperatura, sendo pouco afetados pelo tempo de recozimento. Este resultado fica claro quando se observa a Figura 3, a qual mostra a variação dos expoentes de encruamento com a temperatura e o tempo de recozimento.

3.3 Tenacidade

A energia absorvida no ensaio de impacto Charpy é mostrada na Tabela 4 e Figura 4. Três amostras ensaiadas do material na condição inicial apresentaram energias absorvidas iguais a 90, 90 e 96 J, com uma média igual a 92 J e desvio padrão de 2,83 J.^[17]

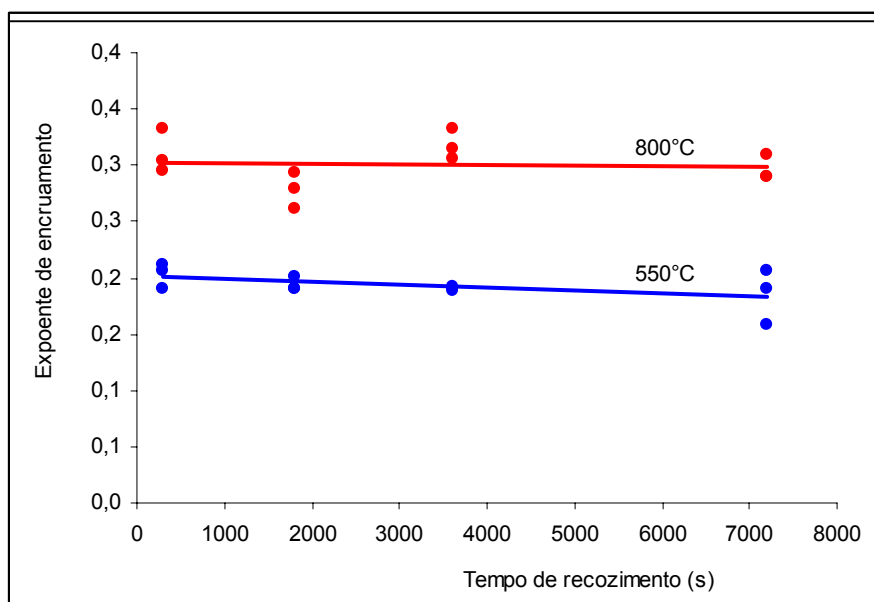


Figura 3: Variação do expoente de encruamento em função do tempo de recozimento para as amostras recozidas a 550°C e 800°C.

Pode-se notar que, em média, a energia absorvida cresceu com o tempo de recozimento para as amostras recozidas a 800°C, reflexo da presença de MA na microestrutura, enquanto que as amostras recozidas a 550°C apresentaram um comportamento inverso, ou seja; a tenacidade diminuiu com o tempo de recozimento. Outro resultado notável é a queda significativa da tenacidade, tanto para as amostras recozidas a 550°C quanto a 800°C, comparativamente ao material original (92 J). Trabalhos realizados por diversos autores^[1,9,18-20] têm mostrado que o ultrarefinamento de grão ferrítico produz basicamente três efeitos na curva de “Energia absorvida X Temperatura”: Abaixamento do patamar superior de energia, elevação do patamar inferior e uma redução na inclinação da curva de modo que o ponto de inflexão permanece mais ou menos fixo.

Tabela 4: Energia absorvida no ensaio de impacto Charpy pelas as amostras recozidas a 550°C e 800°C nos diversos tempos de recozimento.

ENERGIA ABSORVIDA, EM JOULES, A -20°C. (MÉDIA DE 3 CORPOS DE PROVA)								
TEMPERATURA DE RECOZIMENTO (°C)	TEMPO DE RECOZIMENTO (s)							
	300		1800		3600		7200	
	MÉDIA	DESVIO PADRÃO	MÉDIA	DESVIO PADRÃO	MÉDIA	DESVIO PADRÃO	MÉDIA	DESVIO PADRÃO
550	66,4	5,7	62,8	4,4	60,4	4,3	56,6	3,0
800	58,9	3,5	69,3	1,2	63,9	0,5	72,7	3,4

Como a temperatura de transição dúctil-frágil é definida como aquela associada à metade da energia correspondente ao patamar superior, a queda na inclinação da curva desloca esta temperatura para a esquerda, o que em termos práticos significa uma redução na temperatura de transição dúctil-frágil. Aparentemente, este comportamento resulta da microestrutura e da textura cristalográfica fortemente anisotrópicas dos aços de granulação ultrafina, obtidas após grandes deformações.^[24] Microestruturas ferrítico-perlíticas intensamente deformadas, grãos de ferrita alongados, além de partículas alinhadas de carbonetos e inclusões, criam planos favoráveis de separação, favorecendo o processo de fratura e produzindo delaminações nas superfícies fraturadas. Delaminações nas superfícies de fratura tornam-se mais pronunciadas com a diminuição da temperatura de teste e com a redução do tamanho de grão ferrítico.^[19] O resultado prático deste comportamento é que o ultrarefinamento de grão leva a um aumento do limite de escoamento e de resistência associado a um abaixamento da temperatura de transição dúctil-frágil, resultando em um melhor balanço resistência-tenacidade.

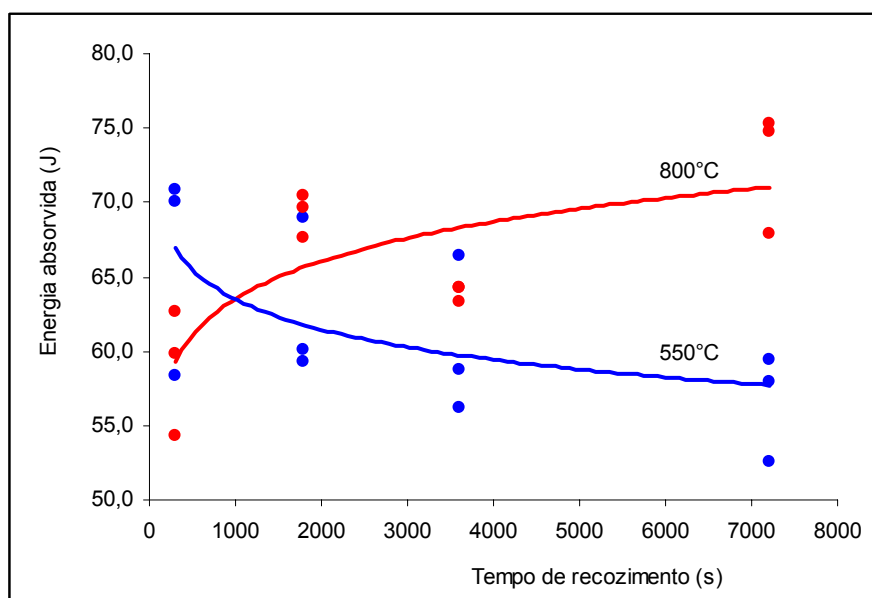


Figura 4: Energia absorvida a -20°C em função do tempo de recozimento para as amostras recozidas a 550°C e 800°C.

3 CONCLUSÕES

A têmpera, a partir de 900°C, gerou uma microestrutura bastante homogênea, fornecendo um aço com alta taxa de nucleação após a deformação a morno.

O tamanho médio de grão ferrítico observado após recozimento situou-se entre 1,3 e 3,5 μm , para o menor e para o maior tempo de recozimento, respectivamente, atingindo-se assim um nível máximo de refinamento de 87%, visto que se partiu de um tamanho de grão austenítico prévio de 10,1 μm .

O material recozido a 800°C apresentou um melhor balanço resistência-tenacidade, mostrando um notável alongamento e apresentando expoentes de encruamento da ordem de duas vezes superior aos apresentados pelo material recozido a 550°C.

A microestrutura e a textura cristalográfica fortemente anisotrópicas obtida, resultante da intensa deformação, causou uma queda significativa da tenacidade, tanto para as amostras recozidas a 550°C quanto a 800°C, comparativamente ao

material original. Entretanto esta é uma característica inerente a todos os aços de granulação ultrafina, uma vez que esse tipo de microestrutura requer grandes deformações para serem obtidas. Em contrapartida houve uma melhoria significativa no limite de resistência.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, através do Fundo Verde Amarelo, Projeto 400609/2004-5 “*Novas Ligas Estruturais para a Indústria Automobilística*” pelo apoio financeiro a realização desse trabalho de pesquisa; e também à PETROBRAS pelo apoio financeiro para realização dos ensaios.

REFERÊNCIAS

- 1 GALIBOIS, A.; KRISHNADEV, M.; DUBÉ, A. Control of Grain Size and Substructure in Plain Carbon and High Strength Low Alloy Steel - The Problem and the Prospect. **Metallurgical Transactions A**, v. 10a, p. 985-995, 1979.
- 2 TANAKA, T. The four stages of the thermomechanical processing in HSLA steels. In: **INT. CONF. ON HIGH STRENGTH LOW ALLOY STEELS**. AIME/Australasian Inst. of Metals, Wollongong, Australia, 1984. p. 6-16
- 3 HORVATH, D.C.; FEKETE J R. Opportunities and challenges for increased usage of advanced strength steels in automotive applications. Advanced high strength sheet steels for automotive applications. In: **ADVANCED HIGH STRENGTH SHEET STEELS FOR AUTOMOTIVE APPLICATIONS**. Colorado, USA, 2004. p. 3-10
- 4 De ARDO, A.J. New challenges in the thermomechanical processing of HSLA steels. **Materials Science Forum**, v. 426-432, p. 49-56, 2003.
- 5 R.Z. VALIEV, A.V. KORZNIKOV, R.R. MULYUKOV. Structure and properties of ultra-fine-grained materials produced by severe plastic deformation. **Materials Science Engineering A**, v. 168, n.2, p. 141-148, 1993.
- 6 HAYASHI T, SAITO M, TSUZAKI K, NAGAI K. Formation of equiaxed fine ferrite grain structures through warm forging of low carbon martensite. In: **THE FOURTH INTERNATIONAL CONFERENCE ON RECRYSTALLIZATION AND RELATED PHENOMENA**. The Japan Institute of Metals, Tsukuba, Japan, 1999. p. 333-338.
- 7 SAITO, Y.; UTSUNOMIYA, H.; TSUJI, N.; SAKAI, T. Novel ultra-high straining process for bulk materials development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. **Acta Materialia**, v. 47, n. 2, p.579-583, 1999.
- 8 HUMPHREYS, F.J.; PRANGNELL, P.B.; PRIESTNER, R. Fine-grained alloys by thermomechanical processing. **Current Opinion in Solid State and Materials Science**. v. 5, p. 15-12, 2001.
- 9 NAGAI, K. Ultrafine-grained ferrite with dispersed cementite particles. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 117, n. 3, p. 329-332, 2001.
- 10 HURLEY, P.J.; MUDDLE, B.C.; HODGSON, P.D. The Production of Ultrafine Ferrite during Hot Torsion Testing of a 0.11 Wt Pct C Steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 33A, n. 9, p. 2985-2993, 2002.
- 11 SANTOS D.B.; BRUZUSZEK R.K.; RODRIGUES P.C.M.; PERELOMA E.V. Formation of Ultra-Fine Ferrite Microstructure in Warm Rolled and Annealed C-Mn Steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 346, p. 189-195, 2003.

- 12 SUN, Z.Q.; YANG, W.Y.; QI, J.J.; HU, A.M. Deformation Enhanced Transformation and Dynamic Recrystallization of Ferrite in a Low Carbon Steel During Multipass Hot Deformation. **Materials Science and Engineering A**, v. 334, p. 201-206, 2002.
- 13 PARK, K.T.; HAN, S.Y.; AHN, B.D.; SHIN, D.H.; LEE, Y.K.; UM, K.K. Ultrafine Grained Dual-Phase Steel Fabricated by Equal Channel Angular Pressing and Subsequent Intercritical Annealing. **Scripta Materialia**, v. 51, p. 909-913, 2004.
- 14 OHMORI, A.; TORIZUKA, S.; NAGAI, K. Strain-hardening Due to Dispersed Cementite for Low Carbon Ultrafine-grained Steels. **ISIJ International**, n. 44, p. 1063-1070, 2004.
- 15 SONG, R.; PONGE, D.; RAABE, D. Improvement of the Work Hardening Rate of Ultrafine Grained Steels Trough Second Phase Particles. **Scripta Materialia**, p. 1075-1080, n. 52, 2005.
- 16 ZHAO, M.C.; HANAMURA, T.; QIU, H.; NAGAI, K.; YANG, K. Grain growth and Hall-Petch relation in dual-sized ferrite/cementite steel with nano-sized cementite particles in heterogeneous and dense distribution. **Scripta Materialia**, v. 54, p. 1193-1197, 2006.
- 17 SANTOS, D.B.; AZEVEDO G. Mechanical Behavior of an Ultrafine Grained Nb-Ti Microalloyed Steel Produced by Warm Rolling and Intercritical Annealing. In: Second ISUGS, Geelong, Australia, 2003. p. 1-6
- 18 JIANG, Z.; GUAN, Z.; LIAN, J. Effects of Microstructural Variables on the Deformation Behavior of Dual-Phase Steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 190, p. 55-64, 1995.
- 19 SONG, R.; PONGE, D.; RAABE, D. Mechanical Properties of an Ultrafine Grained C-Mn Steel Processed by Warm Deformation and Annealing. **Acta Materialia**, p. 4881-4892, n. 53, 2005.
- 20 SONG, R.; PONGE, D.; RAABE, D. SPEER J. G. MATALOCK D. K. Overview of Processing, Mechanical Properties of Ultrafine Grained bcc Steels. **Materials Science and Engineering A**, p. 1-17, n. A 441, 2006.