

ESTUDO DA RECRISTALIZAÇÃO DE AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO ESTABILIZADO AO NIÓBIO*

Daniella Gomes Rodrigues¹
Cláudio Alcântara Moreira²
Augusta Cerceau Isaac Neta³
Dagoberto Brandão Santos⁴
Tarcísio Reis de Oliveira⁵
Berenice Mendonça Gonzalez⁶

Resumo

As mudanças que ocorrem ao longo do recozimento na microestrutura e textura foram observadas no aço inoxidável ferrítico estabilizado ao nióbio, tipo ASTM 430 por meio de Difração de Elétrons Retroespalhados. As amostras deformadas foram recozidas com uma taxa de aquecimento de 23,5°C/s. O recozimento foi interrompido nas temperaturas de 780, 830 e 880°C para acompanhar a evolução da microestrutura e textura. Os resultados mostraram que a nucleação dos novos grãos ocorre preferencialmente nos contornos de alto ângulo. No estágio inicial da recristalização a fibra γ é dominante na fração recristalizada, com as componentes (111)[1 $\bar{2}$ 1], (111)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$] mais intensas. Na fração não recristalizada a fibra α foi mais intensa. No progresso da recristalização as componentes (111)[1 $\bar{2}$ 1] e (111)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$] permanecem predominantes, a fibra γ torna-se dominante em detrimento da fibra α .

Palavras-chave: Aço inoxidável ferrítico; Recristalização; Textura.

STUDY OF THE RECRYSTALLIZATION A NIOBIUM STABILIZED FERRITIC STAINLESS STEEL

Abstract

The changes that occur during the annealing on the microstructure and texture were observed in the niobium stabilized ferritic stainless steel, type ASTM 430 by Electron Backscattered Diffraction. The cold rolled samples were annealed with at a heating rate of 23.5°C/s. The annealing was interrupted at 780, 830 and 880°C to verify the microstructure and texture evolution. The results showed that the nucleation of new grains occurs preferentially in the prior high-angle boundaries. In the early stage of recrystallization, the γ -fiber is dominant in the recrystallized fraction with high intensity in (111)[1 $\bar{2}$ 1] and (111)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$]. In the no-recrystallized fraction the α -fiber was more intense. In the progress of the recrystallization, the orientation (111)[1 $\bar{2}$ 1] and (111)[$\bar{1}$ 1 $\bar{2}$] remain prevalent and the γ -fiber becomes dominant rather than the α -fiber.

Keywords: Ferritic stainless steel; Recrystallization; Texture.

¹ Engenheira de Materiais, Mestre, Estudante de doutorado, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil.

² Tecnólogo em Normalização em Qualidade industrial, Tecnólogo, Analista Técnico, Aperam South America, Timóteo, MG, Brasil.

³ Engenheira Mecânica, Doutora, Professora, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil.

⁴ Engenheiro Metalúrgico, Doutor, Professor, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil.

⁵ Engenheiro Mecânico, Doutor, Pesquisador, Aperam South America, Timóteo, MG, Brasil.

⁶ Física. Doutora, Professora, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis ferríticos (AIF) são compostos principalmente por Fe-Cr, com o teor de Cr na faixa de 11 a 30% [1]. O desenvolvimento tecnológico e científico dos aços inoxidáveis ao longo das últimas décadas possibilita atualmente uma ampla aplicação nas mais diferentes áreas, desde simples aplicações como utensílios de cozinha a aplicações mais sofisticadas como em veículo espacial [2].

Adições de Nb ou Ti são realizadas com objetivo de estabilizar a fase ferrítica e também evitar a formação de carbonetos e/ou nitretos de Cr nos contornos dos grãos, reduzindo o teor de Cr na matriz. Os AIF apresentam vários tipos de precipitados formados durante os processos termomecânicos, tais como TiC, Fe₃C, TiN, e Nb(CN) [3].

Determinadas aplicações requerem que os AIF apresentem uma boa formabilidade. O controle da textura cristalográfica é essencial para otimizar a formabilidade e a formação da textura é governada pelos processos termomecânicos envolvidos na produção dos AIF [4].

A textura cristalográfica que favorece a formabilidade dos AIF é a fibra γ , que compreende os planos {111} paralelos ao plano da chapa (P.C). Já fibra θ , planos {100} paralelos ao plano da chapa, é desfavorável para a formabilidade [4,5]. Os AIF apresentam a fibra γ na textura de recristalização com uma variação na intensidade ao longo da fibra e um desvio da orientação ideal da fibra γ [6].

A capacidade de separar a textura de deformação e de recristalização em amostras parcialmente recristalizadas é fundamental para o estudo do início da recristalização de metais e ligas [7]. Com o avanço da técnica de Difração de Elétrons Retroespalhados, a evolução da microestrutura pode ser acompanhada durante o recozimento por separação dos mapas em regiões recristalizadas e não-recristalizadas [8].

O objetivo deste trabalho é investigar a evolução da microestrutura e textura durante um recozimento com taxa de aquecimento de 23,5°C/s após 85% de redução a frio por laminação por meio da técnica de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD) em um aço inoxidável ferrítico estabilizado ao nióbio, tipo ASTM 430.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material investigado neste estudo é um aço inoxidável ferrítico estabilizado ao nióbio, tipo ASTM 430 fornecido pela empresa Aperam South America. A composição química do aço é 0,017%C, 0,022%N, 16,5%Cr, 0,31%Nb, 0,34%Si, 0,23%Ni e 0,17%Mn. A amostragem foi realizada após as etapas de laminação a quente e laminação a frio, ambas realizadas industrialmente.

O recozimento final da bobina laminada a frio com 85% de redução foi realizado em laboratório, num forno estacionário e com taxa de aquecimento de 23,5°C/s. A temperatura nominal do encharque foi de 880°C e o tempo de 24 s. O recozimento foi interrompido nas temperaturas de 780°C, 830°C e 880°C com objetivo de acompanhar a evolução na microestrutura e na textura. A temperatura foi monitorada por meio de um termopar acoplado na região central da amostra. Após a remoção do forno, as amostras foram resfriadas imediatamente em água a 10°C.

A caracterização da microestrutura e da textura foi realizada por EBSD na seção longitudinal em todas as amostras. Na amostra encruada e retirada em 780°C realizou-se a varredura na região central e utilizou-se um Microscópio Eletrônico de Varredura FEG – Quanta 200 FEI com passo de 80 nm. Nas amostras retiradas

após a laminação a quente, nas temperaturas de 830 °C, 880 °C e após o tempo de encharque a varredura foi realizada em um Microscópio Eletrônico de varredura PHILIPS XL-30. Os dados foram processados usando o software OIM TM Analysis. O parâmetro GOS, definido como diferença de orientação média de todos os pixels dentro de um dado grão foi utilizado para separar as regiões recristalizadas e não-recristalizadas. Para a região recristalizada adotou-se $GOS < 1$ [9].

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Bobina Laminada a Quente (BQ)

A figura 1 apresenta a microestrutura e textura da bobina laminada quente. Observa-se neste mapa de orientação, figura 1a, que a microestrutura é constituída de grãos recristalizados com gradiente no diâmetro do grão ao longo da espessura. A região central é composta por grãos maiores, enquanto as bordas são compostas por grãos menores. O diâmetro de grão médio foi de 44,13 μm . O gradiente apresentado na microestrutura, diâmetro de grão, é decorrente da microestrutura formada após a solidificação do lingote e do processo termomecânico envolvido no processamento, laminação a quente e recozimento.

A orientação cristalográfica dos grãos é bastante heterogênea ao longo da espessura, figura 1b,c. Nota-se uma predominância dos grãos com orientação $\{110\} <uvw>$ na região compreendida entre a superfície e até aproximadamente 25 % da espessura, principalmente alta intensidade na componente Goss $(110)[001]$ e Latão $(110)[\bar{1}12]$. Todas essas texturas de cisalhamento, $\{110\} <uvw>$, são típicas do estado laminado a quente e são provenientes da forte deformação por cisalhamento próximo à superfície, a qual é enfraquecida ao longo da espessura [10, 6]. Na região central, compreendida de 25 % até 75 %, a fibra α apresentou alta intensidade principalmente nas orientações $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ e $(114)[\bar{1}\bar{1}0]$ e a fibra γ apresentou baixa intensidade. Alta intensidade da componente $(001)[\bar{1}\bar{1}0]$ na bobina laminada a quente é supostamente proveniente da textura formada no lingote com alta intensidade de $\{001\} <uvw>$ e do processo de laminação posterior [4].

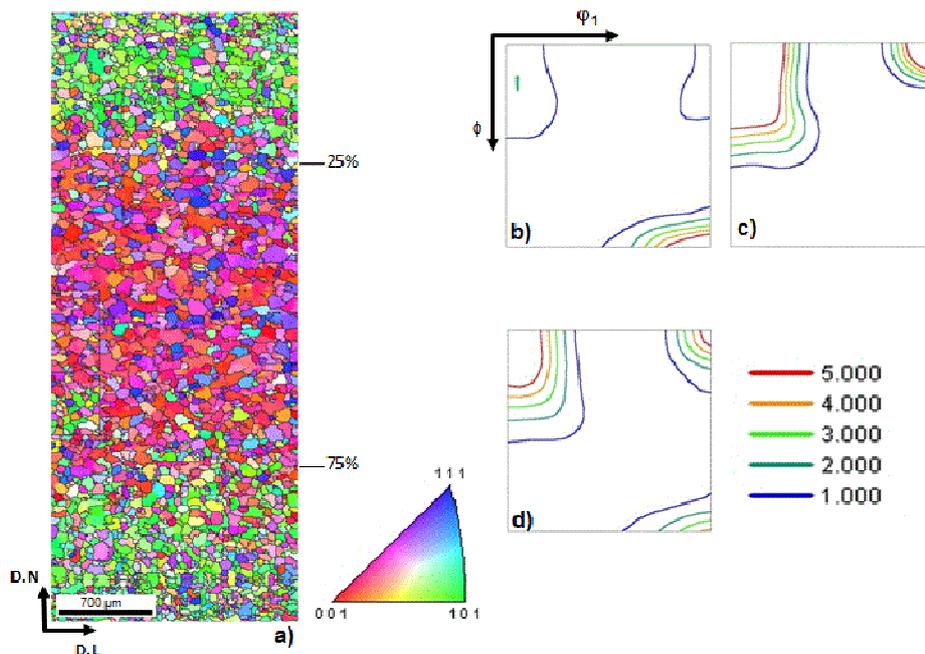


Figura 1: Microestrutura e textura da bobina laminada a quente. a) Mapa de orientação; b) $\phi_2=45^\circ$ da região de 0-25 %; c) $\phi_2=45^\circ$ da região de 25-50 %; d) $\phi_2=45^\circ$ da espessura completa.

3.2 Bobina Laminada a Frio

A figura 2 apresenta o mapa de orientação, o mapa de contornos de grão, mapa com algumas orientações das fibras γ e α , e a seção $\phi_2=45^\circ$ para a região central ao longo da espessura. Nota-se nesta matriz uma microestrutura bandeada com grãos deformados, achatados e alongados na direção de laminação. Observa-se que alguns grãos apresentam uma estrutura bastante fragmentada, enquanto outros grãos apresentam baixa fragmentação. A fração de contornos de grão também é um indicativo da extensão da deformação. Observa-se no mapa de contornos (Fig. 2b) a variação na densidade dos contornos dependendo da orientação do grão. A heterogeneidade na deformação no interior do grão pode ser observada pela variação da coloração dentro do grão, indicando diferentes rotações dentro do mesmo grão, já que cada cor corresponde a uma orientação. A textura predominante na região central foi a fibra α com alta intensidade na componente $(112)[\bar{1}\bar{1}0]$. Nota-se também alta intensidade em componentes próximas a fibra α ideal. Já a fibra γ apresentou uma intensidade menor que a fibra α , com a componente $(111)[\bar{1}\bar{1}0]$ mais desenvolvida.

Alta intensidade da fibra α na região central é proveniente da alta intensidade da fibra na região central da bobina laminada a quente e do processo de laminação a frio que aumenta a intensidade da fibra. O desenvolvimento da textura na laminação a frio é fortemente dependente da textura inicial da bobina laminada a quente [10].

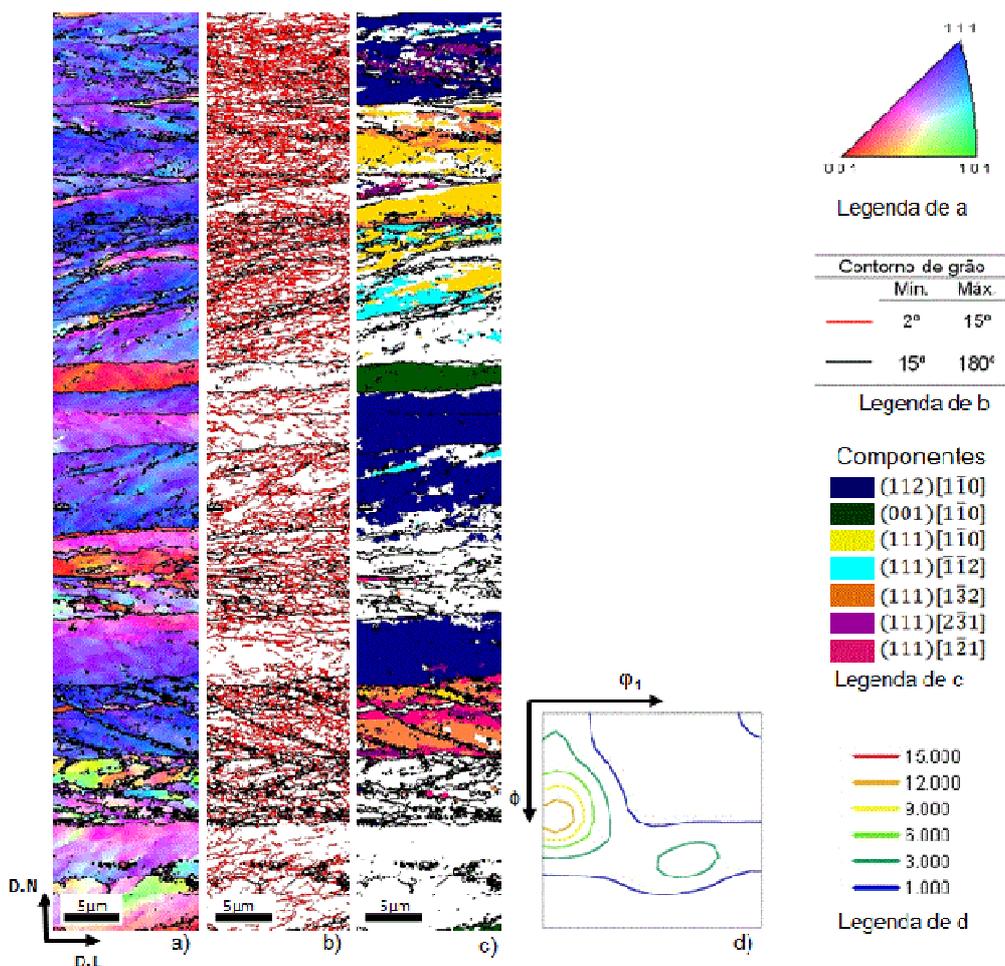


Figura 2: Microestrutura e textura após a laminação a frio da região central: a) mapa de orientação; b) mapa de contornos de grão; c) mapa com orientações das fibras γ e α . As orientações foram determinadas com tolerância de 15° da orientação ideal. d) ODF $\phi_2=45^\circ$.

3.3 Bobina Laminada a Frio Recozida

A figura 3 apresenta a microestrutura da região central e a ODF da amostra retirada na temperatura de 780 °C. Nesta figura 3 o mapa de orientação foi desconstruído com o objetivo de separar as regiões recristalizadas e as regiões não-recristalizadas. A microestrutura nesta temperatura é formada por regiões recristalizadas e não recristalizadas, figura 3a. A nucleação dos grãos recristalizados ocorreu de forma bem heterogênea na matriz, com maior frequência próximo aos contornos de alto ângulo prévio e com menor frequência no interior destes grãos. A nucleação dentro do grão não recristalizado ocorreu com maior intensidade nos grãos com orientação da fibra γ ($\{111\}$ //P.C) em relação às outras orientações. A textura predominante nos grãos recristalizados, figura 3b, foi à fibra γ , com intensidade variável ao longo da fibra. Dentre as componentes, as orientações $(111)[\bar{1}21]$ e $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ foram as mais intensas. Já os grãos não recristalizados estão achatados e alongados na direção de laminação, característica típica do estado deformado, figura 3c. Nesta região, a fibra α foi mais intensa que a fibra γ e com alta intensidade também em componentes próximo da fibra α ideal. Dentre as componentes da fibra γ , a $(111)[0\bar{1}1]$ foi a mais intensa.

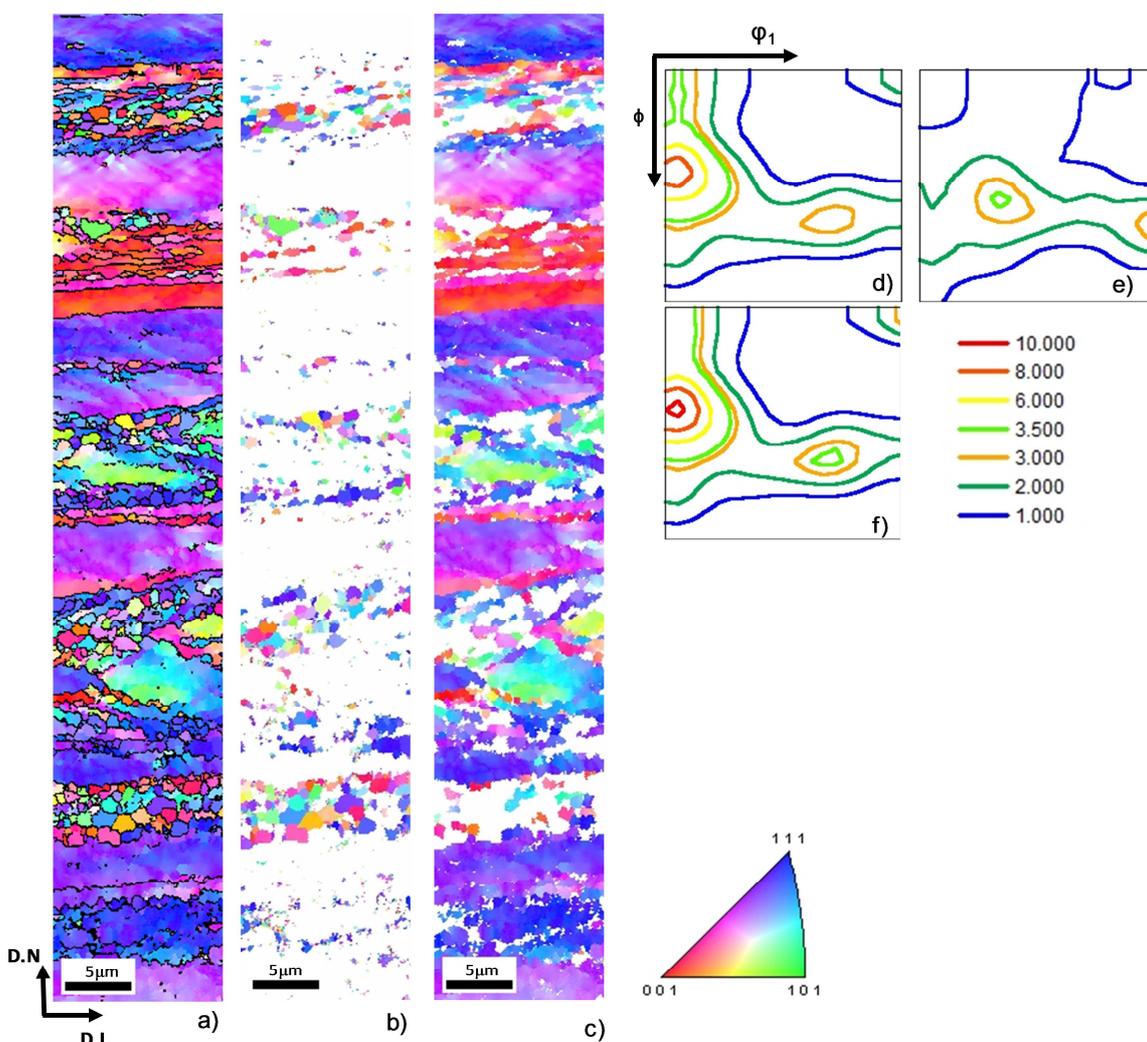


Figura 3: Mapa de orientação e ODF da amostra parcialmente recristalizada: a) Mapa de orientação b) Mapa da fração recristalizada c) Mapa da fração não-recristalizada; d) seção de $\phi_2=45^\circ$ da amostra completa; e) seção de $\phi_2=45^\circ$ da fração recristalizada f) seção de $\phi_2=45^\circ$ da fração não-recristalizada.

A figura 4 apresenta a microestrutura e textura da amostra retirada em 830 °C. Em 830 °C a amostra não está completamente recristalizada, porém o percentual de regiões recristalizadas é superior a não-recristalizadas, figura 4b,c. A figura 4b, mostra somente as regiões recristalizadas, observa-se que os grãos com orientação da fibra γ são predominantes nesta temperatura. Na região não recristalizada alguns grãos ainda estão com morfologia típica do estado deformado, achatados e alongados na direção de laminação. Nota-se que muitos destes grãos possuem $\langle 001 \rangle // D.N$ e também alguns grãos da fibra γ .

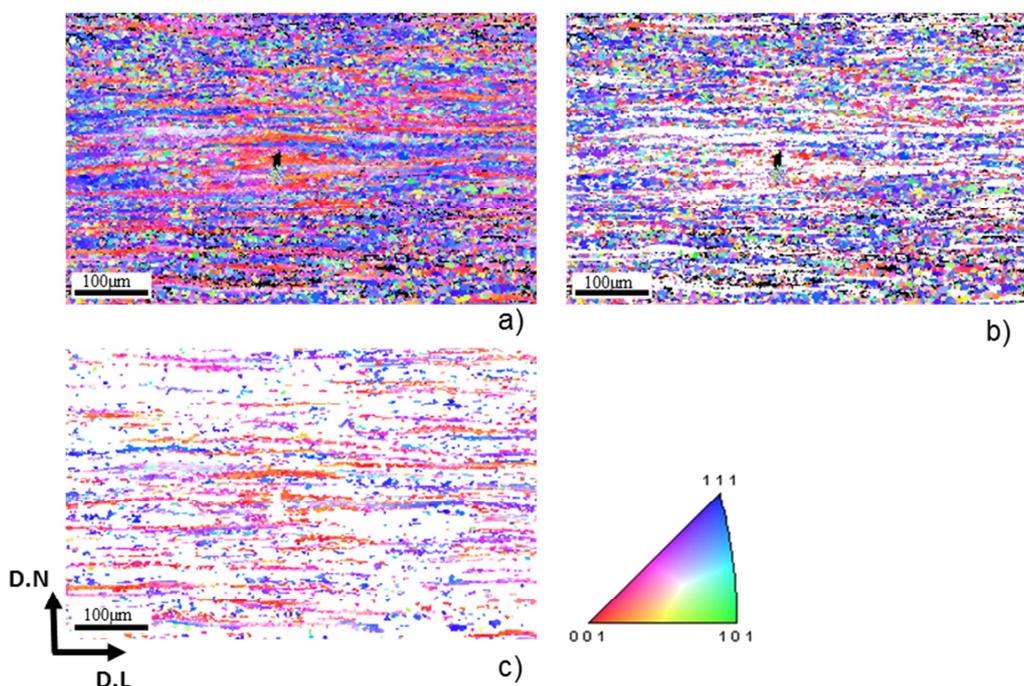


Figura 4: Mapa de orientação da amostra retirada em 830 °C: a) Mapa de orientação completo b) Mapa da fração recristalizada c) Mapa da fração não recristalizada.

A seção de $\phi_2=45^\circ$ da amostra retirada em 830 °C é apresentada na figura 5. Na ODF da amostra completa, figura 5a, nota-se alta intensidade da fibra α e em algumas componentes deslocadas da fibra α ideal. A região recristalizada, figura 5b, apresenta a fibra γ mais intensa e com as componentes $(111)[1\bar{2}1]$, $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ mais desenvolvidas. Já a região deformada, apresentou alta intensidade da fibra α , que é típico do estado deformado e também uma leve intensidade na componente $(111)[0\bar{1}1]$ da fibra γ .

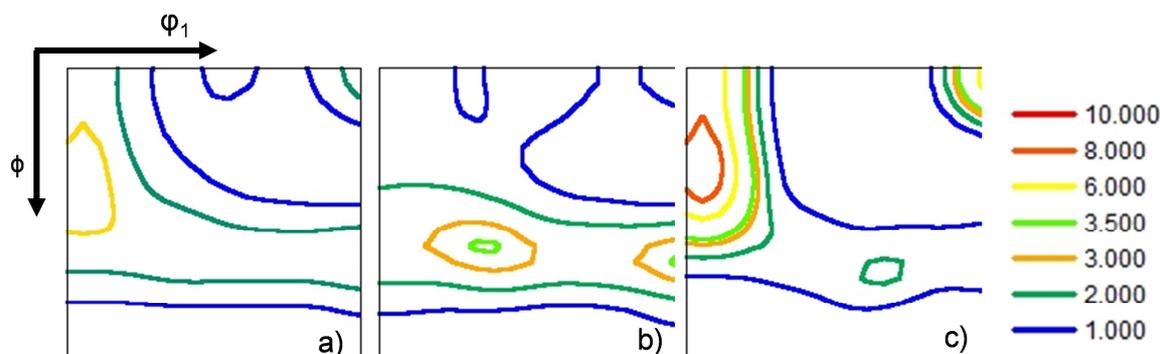


Figura 5: Seção de $\phi_2=45^\circ$ da amostra retirada em 830 °C. a) seção de $\phi_2=45^\circ$ da amostra completa; b) seção de $\phi_2=45^\circ$ da fração recristalizada c) seção de $\phi_2=45^\circ$ da fração não-recristalizada.

A figura 6 apresenta a microestrutura e textura das amostras retiradas em 880°C e após o encharque. A partir de 880°C a microestrutura está completamente recristalizada com grãos equiaxiais. O tamanho de grão médio após o encharque foi 9,25 μm. Observa-se uma heterogeneidade na orientação dos grãos em ambas a amostra. A seção de $\phi_2 = 45^\circ$ da amostra retirada em 880°C e após o encharque é apresentada na figura 7. A partir de 880°C, a fibra γ apresenta alta intensidade principalmente na componente $(111)[1\bar{2}1]$ e também na componente $(554)[22\bar{5}]$ deslocada da fibra γ ideal. Já a fibra α apresenta baixa intensidade a partir da temperatura de 880°C.

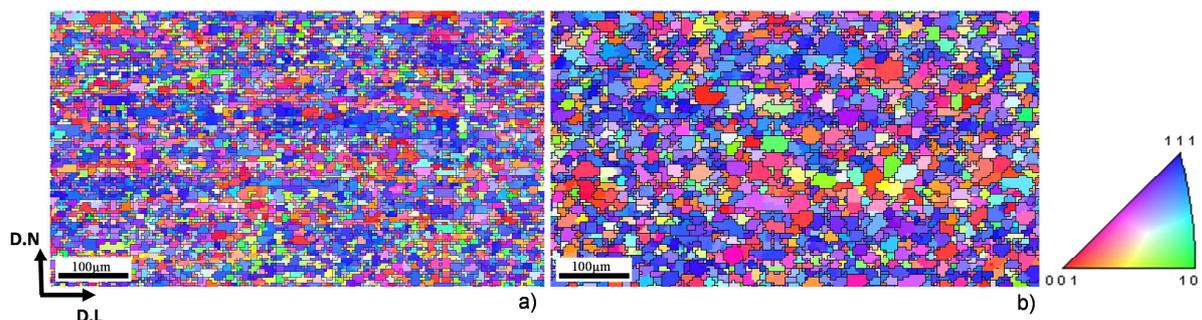


Figura 6: Mapa de orientação das amostras retiradas em 880 °C e após o encharque. a) Amostra retirada em 880 °C; b) Após Encharque.

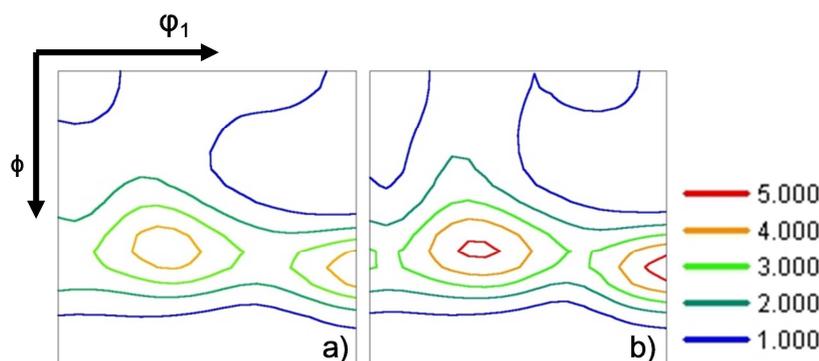


Figura 7: Seção de $\phi_2=45^\circ$ da amostra retirada em 880 °C e após o encharque. a) seção de $\phi_2=45^\circ$ para 880 °C; b) seção de $\phi_2=45^\circ$ da amostra retirada após o encharque.

A recristalização consiste na formação e migração de contornos de alto ângulo [11]. Neste processo uma nova região com baixa densidade de defeitos é formada. A nucleação dos novos grãos ocorre em locais com alta energia armazenada da deformação, sendo nos contornos de alto ângulo, próximo a partículas de segunda fase e heterogeneidades de deformação [12]. No AIF a nucleação dos novos grãos ocorreu preferencialmente nos contornos de alto ângulo prévio e com menor frequência no interior dos grãos não recristalizados. Os contornos de alto ângulo durante o processo de deformação são barreiras ao movimento das deslocações, sendo regiões de alta energia armazenada.

A formação e o subsequente crescimento do núcleo de recristalização é fortemente dependente da orientação cristalográfica dos grãos deformados. A energia armazenada na deformação dos grãos é a força motriz para a nucleação e o crescimento do núcleo durante a etapa de recozimento para a recristalização [6]. A relação de energia armazenada para o ferro deformado de várias orientações é apresentada na seguinte sequência: $E_{\{001\}} < E_{\{112\}} < E_{\{111\}} < E_{\{011\}}$ [12]. Portanto, das orientações presentes no AIF deformado (Fig. 2), os grãos com orientação da fibra γ

possuem maior energia armazenada, o que justifica a nucleação no interior dos grãos não recristalizados. Os grãos com orientação da fibra α localizados entre $\{001\} \langle 110 \rangle$ e $\{112\} \langle 110 \rangle$ possuem energia armazenada inferior aos grãos com orientação pertencentes à fibra γ ($\{111\} \langle uvw \rangle$). Então os núcleos se formam preferencialmente em grãos com orientação da fibra γ e crescem consumindo a região não recristalizada ao redor, incluindo os grãos com orientação da fibra α [6]. A literatura relata que os grãos com orientação $\{111\} \langle 112 \rangle$ nucleiam preferencialmente em grãos deformados com orientação $\{111\} \langle 110 \rangle$ ou vice-versa e têm uma vantagem sobre outros grãos recristalizados, indicando a operação do mecanismo de nucleação orientado. Estes núcleos de orientação $\{111\} \langle 112 \rangle$ consomem preferencialmente a matriz deformada com orientação $\{112\} \langle 110 \rangle$ durante os últimos estágios da recristalização [13]. Ressalta-se que na fração não-recristalizada em 830°C (Fig. 5c) havia ainda alta intensidade na componente $\{112\} \langle 110 \rangle$.

4 CONCLUSÕES

O início da recristalização para o AIF estabilizado ao nióbio com 85 % de redução ocorreu em uma temperatura abaixo de 780 °C. No estágio inicial da recristalização a fibra γ prevaleceu sobre outras orientações e com o progresso da recristalização permaneceu dominante. A intensidade ao longo da fibra γ foi variável desde início da recristalização. As componentes da fibra γ mais desenvolvidas foram $(111)[\bar{1}\bar{2}1]$ e $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Aperam South America, à FAPEMIG, CAPES-PROEX, CNPQ e ao Centro de Microscopia da Universidade Federal de Minas Gerais pelo apoio.

REFERÊNCIAS

- 1 Davis, J. R. Stainless steels, ASM Specialty Handbook: ASM International, 1996. 576 p.
- 2 Lo, K. H.; Shek, C. H.; Lai, J. K. L. Recent developments in stainless steels. Materials Science and Engineering R , v. 65, p. 39-104, 2009.
- 3 Wei, D.; Lai-Zhu, J.; Quan-She, S.; Zhen-Yu, L.; Xin, Z. Microstructure, Texture, and Formability of Nb+Ti Stabilized High Purity Ferritic Stainless Steel. Journal of Iron and Steel Research, International, v. 17, n. 6, p. 47-52, 2010.
- 4 Huh, M. Y.; Engler, O. Effect of intermediate annealing on texture, formability and dridging of 17%Cr ferritic stainless steel sheet. Materials Science and Engineering A308, p. 74–87, 2001.
- 5 Yan, H.; Bi, H.; Li, X.; Xu, Z. Microstruture and texture of Nb+Ti stabilized ferritic stainless steel. Materials Characterization, v. 59, p. 1741-1746, 2008.
- 6 Gao, F.; Liu, Z. Y.; Liu, H. T.; Wang, G.D. Texture Evolution and Formability Under Different Hot Holling Conditions in Ultra Purified 17% Cr Ferritic Stainless Steels. Materials Characterization, p. 1-14, September 2012.
- 7 Tong, H.; Yan-Dong,; Wei, S.; Liang, Z. Formation of nuclei with $\{111\} \langle 110 \rangle$ and $\{111\} \langle 112 \rangle$ orientations of IF Steel at early stange of recrystallization using EBSD analysis, p. 61-63, 2013.

- 8 Gazder, A.; Araiza, M. S.; Jonas, J.J.; Pereloma, E.V. Evolution of recrystallization texture in a 0,78 wt%Cr extra-low-carbon steel after warm and cold rolling. *Acta Materialia*, v.59, p. 4847-4865
- 9 Lee, K. M.; Huh, M.Y.; Engler, O. Quantitative Analysis of Micro-Textures during Recrystallization in an Interstitial-Free Steel, p.919-926.
- 10 Raabe, D.; Lücke, K. Texture of ferritic stainless steels. *Materials Science and Technology*, v. 9, p. 302-312, Abril 1993.
- 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.F.; Hatherly, M. *Recrystallization and related annealing phenomena*. 2.ed. ed. Kidlington: Elsevier, 2004. 574 p.
- 13 Gao, F.; Liu, Z. Y.; Liu, H. T.; Wang, G.D. Evolution of Through-Thickness Texture in Ultra Purified 17 %Cr Ferritic Stainless Steels. *Journal of Iron and Steel Research*, p. 31-38, 2013.