

ESTUDO EXPERIMENTAL DO CRESCIMENTO DE GRÃO NO FERRO PURO PARA TEMPOS E TEMPERATURA DETERMINADOS¹

*Susana Carreiro de Oliveira²
Paulo Rangel Rios³
Gláucio Soares da Fonseca⁴*

Resumo

O material utilizado foi originado pela fusão a vácuo do Ferro puro eletrolítico comercial. Este foi laminado a frio até atingir uma deformação final de 80%. Foi realizado tratamento térmico em forno tubular por diferentes períodos de tempo, em temperatura determinada de 750 °C. Após análise metalográfica destas amostras, os resultados mostraram significativo crescimento de grão durante os primeiros minutos de tratamento e certa estabilidade após um determinado tempo de tratamento térmico.

Palavras-chave: Crescimento de grão; Ferro puro; Tratamento térmico.

EXPERIMENTAL STUDY OF THE GRAIN GROWTH IN THE PURE IRON FOR DEFINITIVE TIMES AND TEMPERATURE.

Abstract

The used material was originated by the fusing the vacuum of the pure Iron electrolytic advertising. This was cold rolled until reaching a final deformation of 80%. Heat treatment in tubular oven for different periods of time was carried through, in definitive temperature of 750 °C. After metallographic analysis of these samples, the results had shown to significant grain growth during the first minutes of treatment and certain stability after one determined time of heat treatment.

Key words: Grain growth; Pure iron; Heat treatment.

¹ *Contribuição técnica ao 64° Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

² *Discente de Mestrado do Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense. susana.carreiro@ibest.com.br*

³ *Professor Titular do Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica da Universidade Federal Fluminense. prrios@gmail.com*

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

1 INTRODUÇÃO

Tamanho de grão é uma característica muito importante para as propriedades dos materiais.

Crescimento de grão é um processo onde o tamanho médio do grão aumenta após a recristalização primária.⁽¹⁾

Este crescimento ocorre pela migração dos contornos dos grãos, a energia livre armazenada nos contornos é a força motriz para o crescimento.⁽²⁾

O crescimento de grão pode ser estudado em termos de área e energia com base na equação (1),

$$\frac{dG}{dt} = \frac{d(\gamma A)}{dt} < 0 \quad (1)$$

Onde G é a energia livre de Gibbs; A é a área interfacial do contorno de grão e γ é a energia livre da interface ou contorno de grão por unidade de área. O mecanismo pelo qual este decréscimo de energia livre ocorre é a migração de contornos de grão. A velocidade de migração dos contornos é proporcional à diferença de pressão, Δp , na interface entre dois grãos adjacentes,⁽³⁾ do outro lado do contorno de grão ou igualmente para a curvatura do contorno de grão, representada pela equação (2),

$$v = M \Delta p = -M \gamma k \quad (2)$$

onde: v é a velocidade do contorno de grão, M a mobilidade do contorno de grão, γ a energia livre do contorno de grão por unidade de área do contorno de grão e k a curvatura do contorno de grão.⁽⁴⁾

Em 1974, Hu,⁽²⁾ estudou o crescimento de grão isotérmico em ferro refinado em zona, verificando que as distribuições do tamanho do grão e forma são praticamente invariantes durante o crescimento normal do grão.

Mais tarde, DebRoy,⁽⁵⁾ estudou a evolução da estrutura do grão usando o modelo de Monte Carlo em 3D, onde ele verificou que seus resultados em 3D estavam de acordo com os resultados obtidos a partir de experimentos realizados em 2D.

Em 2004, Enomoto,⁽⁶⁾ mediu o número de faces, o volume e a área do contorno dos grãos do ferro α utilizando o método de seccionamento em série.

Observa-se que os aços modernos têm cada vez menor teor de Carbono, como os aços IF, por exemplo, assim, a matriz se apresenta perto da do Ferro puro, o que justifica o estudo, visto que o Ferro puro ainda foi pouco estudado.

O trabalho justifica-se na geração de dados experimentais para comparação com a literatura (Enomoto) e com os resultados existentes na simulação computacional.

O presente trabalho tem como objetivo analisar o crescimento de grão no Ferro puro em função da temperatura, medindo o tamanho de grão em função do tempo por meio de metalografia quantitativa.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

O material utilizado neste trabalho foi cedido pela Villares Metal. Este foi originado pela fusão a vácuo do ferro puro eletrolítico comercial. A sua composição química é dada na Tabela 1.

Tabela 1: Composição química do ferro puro(ppm).

Elemento	ppm
C	30
Mn	700
P	< 50
S	10
Si	< 100
Al	< 50
Cu	< 100
Cr	< 100
Ni	< 100
Mo	< 100
Nb	< 100
Ti	< 50
V	< 100
B	< 5
N	10
O	200

O material foi laminado a frio. A laminação foi realizada em um laminador piloto do tipo Two-High/Four-High modelo 4-105 da marca FENN. Foram dados vários passes a fim de que a amostra reduzisse até atingir uma deformação final de 80%. A Tabela 2 descreve, detalhadamente, a seqüência de passes efetuados na laminação.

Foram utilizadas 12 amostras. A Figura 1 demonstra como os corpos de prova foram obtidos a partir do ferro puro laminado. As amostras foram preparadas de acordo com as normas metalográficas atuais. Essas amostras passaram por tratamento térmico em forno tubular na temperatura de 750° C, nos seguintes períodos de tempo: 1 min, 2 min, 5 min, 10 min, 30 min, 1 h, 2 h, 4 h, 8 h, 16 h, 24 h e 36 h.

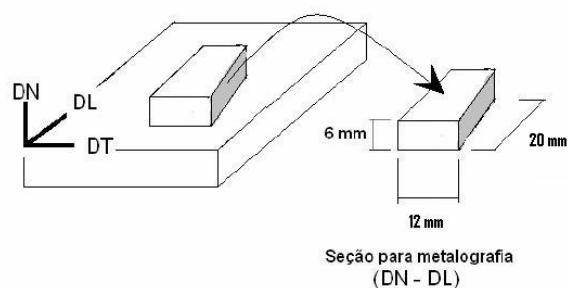


Figura 1 – Esquema de obtenção dos corpos de prova para o recozimento do ferro puro laminado. Nesta figura, DN significa direção normal, DL, direção de laminação e DT, direção transversal. O plano onde foram realizadas as análises metalográficas foi definido como o formado pelas direções DN e DL, conforme indicado na figura em cinza.⁽⁷⁾

Tabela 2 – Seqüência de passes efetuados para obtenção das amostras de ferro puro

Passe	Espessura inicial (hi) [mm]	Espessura final (hf) [mm]	Redução no passe (%)	Redução em área acumulada (%)
1	30,00	28,00	6,67	6,67
2	28,00	26,20	6,43	12,67
3	26,20	23,50	10,31	21,67
4	23,50	21,40	8,94	28,67
5	21,40	19,50	8,88	35,00
6	19,50	17,20	11,79	42,67
7	17,20	15,00	12,79	50,00
8	15,00	14,20	5,33	52,67
9	14,20	13,00	8,45	56,67
10	13,00	12,10	6,92	59,67
11	12,10	11,10	8,26	63,00
12	11,10	10,00	9,91	66,67
13	10,00	9,10	9,00	69,67
14	9,10	8,00	12,09	73,33
15	8,00	6,10	23,75	79,67
16	6,10	6,00	1,64	80,00

A microestrutura do material foi revelada após a imersão das amostras em solução de Nital 3%.

A captura das imagens foi realizada com o auxílio de um microscópio óptico Nikon modelo Eclipse LV150, o qual possui câmera acoplada Nikon Digital Sight Ds-Fi1 conectada a um analisador de imagens utilizando o software Nis-Elements D 3.0

Foi analisado por meio de metalografia quantitativa o tamanho do grão.

A técnica metalográfica padrão utilizada para a medição do comprimento médio das intersecções dos grãos e área dos contornos de grão segue os passos relacionados abaixo.

Primeiramente ajusta-se o aumento do microscópio para obter uma melhor visualização do campo. Com uma grade em cruz, como vista na Figura 2, conta-se o número de grãos que interceptam as linhas na vertical e na horizontal de acordo com a Norma ASTM E 112 em trinta e seis campos de cada amostra. Mede-se a linha teste com ajuda de uma régua de 1 mm. E finalmente calcula-se o comprimento médio dos interceptos dos grão pela Equação 3.

Onde N é o número total de grãos que interceptam a linha teste; l é o comprimento da linha teste e λ é o comprimento médio dos interceptos dos grãos. Ao substituímos o valor de λ encontrado pela Equação 3 na Equação 4, encontramos a área dos contornos de grão por unidade de volume S_v .

$$\lambda = \frac{l}{N} \quad (3)$$

$$S_v = \frac{2}{\lambda} \quad (4)$$

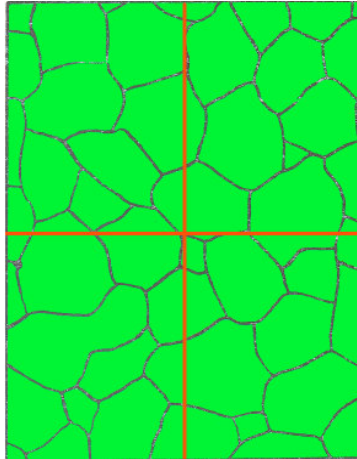


Figura 2 - Representação de um campo preparado para medir o comprimento médio dos interceptos de grão, λ e a área dos contornos de grão por unidade de volume S_v .⁽⁶⁾

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para o tempo de 5 minutos, a 750°C, o valor encontrado para o comprimento médio dos interceptos de grão, λ , foi de 0,019254 mm. Já a média encontrada para os tempos entre 10 minutos e 8 horas foi de 0,027407 mm enquanto para os tempos entre 16 horas e 36 horas foi de 0,030220 mm, como pode ser visto na Figura 3.

Como é de se esperar, com o aumento do comprimento médio dos interceptos de grão o valor dos contornos de grão por unidade de volume, S_v , diminui. O valor encontrado para o tempo de 5 minutos foi de 103,87 mm⁻¹, para os tempos entre 10 minutos e 8 horas, encontrou-se o valor médio de 73,19 mm⁻¹, e para os tempos entre 16 horas e 36 horas o valor médio de S_v foi de 66,19 mm⁻¹, conforme pode ser observado na Figura 4.

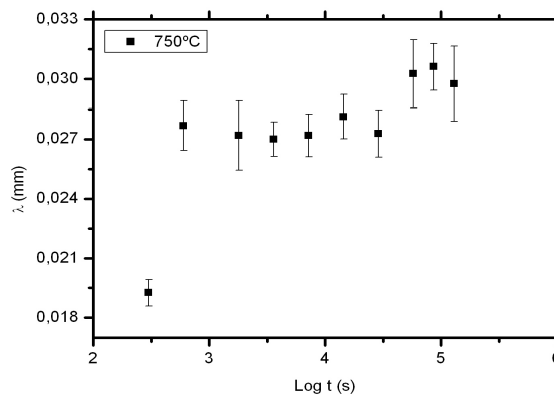


Figura 3 – Comprimento médio dos interceptos de grão (λ) em milímetros para temperatura determinada de 750° C pelo logaritmo do tempo em segundos.

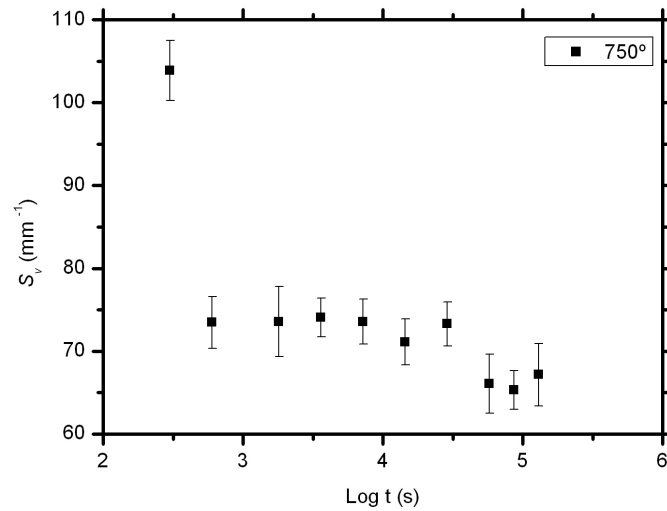


Figura 4 – Área dos contornos de grão por unidade de volume (S_v) em milímetros para temperatura determinada de 750° C pelo logaritmo do tempo em segundos.

Após análise metalográfica das 12 amostras, percebe-se que para a temperatura estudada, 750°C, tem-se um crescimento de grão considerável entre 5 minutos e 10 minutos. O crescimento mantém-se praticamente constante entre os tempos de 10 minutos a 8 horas, voltando a crescer a partir do tempo de 8 horas. O crescimento volta a estabilizar entre os tempos de 16 horas a 36 horas.

As imagens observadas nas Figuras 5, 6 e 7 mostram a evolução do tamanho de grão obtido após tratamento térmico a 750°C para diferentes tempos.

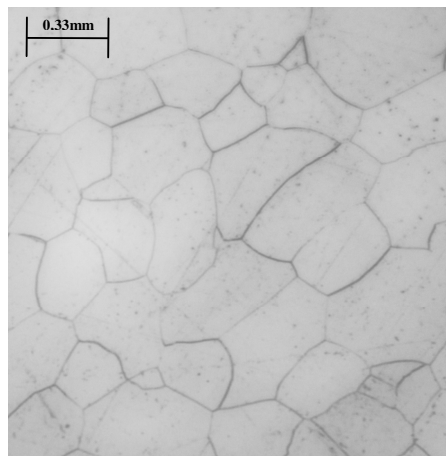


Figura 4 – Micrografia evidenciando o tamanho de grão em amostra tratada a 750°C por 5 minutos (500 X).

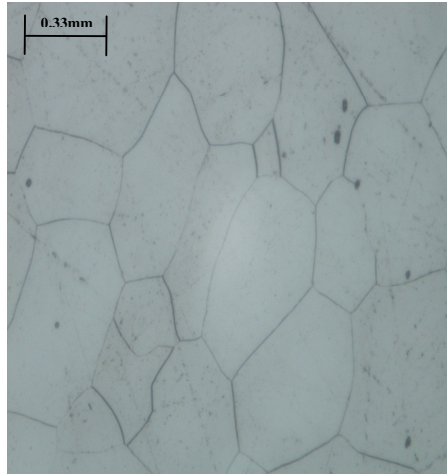


Figura 5 – Micrografia evidenciando o tamanho de grão em amostra tratada a 750°C por 1 hora (500 X).

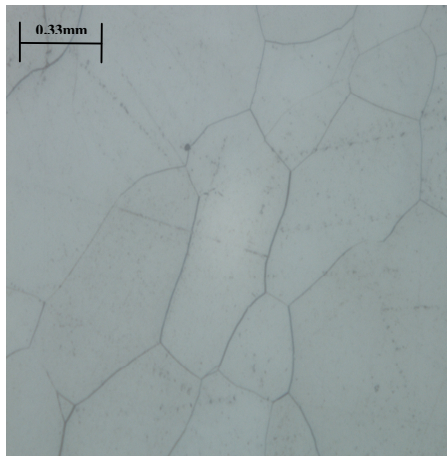


Figura 5 – Micrografia evidenciando o tamanho de grão em amostra tratada a 750°C por 36 horas (500 X).

Observa-se que os valores obtidos para o crescimento de grão foram semelhantes aos encontrados por Enomoto *et al.*,⁽⁶⁾ para mesma temperatura e deformação semelhante a sofrida pelo material.

As análises metalográficas mostraram que o tempo de tratamento não foi fator primordial para crescimento de grão do ferro puro. Posteriores estudos com outras temperaturas e mesmos tempos serão realizados para conclusão da dissertação de mestrado proposta pela autora deste trabalho.

5 CONCLUSÃO

- Verificou-se o crescimento de grão significativo entre os tempos de 5 minutos e 10 minutos.
- Observou-se certa estabilidade a partir do tempo de 10 minutos a temperatura de 750°C.
- Concluiu-se que o tempo de tratamento não é fator primordial no crescimento de grão do ferro puro.

Agradecimentos

Agradeço a Capes (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), e aos professores Gláucio Soares da Fonseca e Paulo Rangel Rios.

REFERÊNCIAS

- 1 SROLOVITZ D. J., ANDERSON M. P., GRETT G. S., SAHNI P. S.. Grain Growth in Two Dimensions. Scripta Metallurgica., vol. 17, Nº 2, 1983. p.241-246.
- 2 HSUN HU, Grain Growth in Zone-Refined Iron. Canadian Metallurgica,1974, vol.13, pp. 275-286.
- 3 P.R.Rios. Crescimento de Grão e Recristalização Secundária. Texturas e Relações de Orientação 2 (2003) 85-106.
- 4 RIOS P.R., GOTTSTEIN G. S.. Application of the Thermodynamic Theory of Irreversible Processes to Normal Grain Growth. Scripta Materialia, 44, 2001. p. 893-897
- 5 S.SISTA, T. DEBROY, Three-Dimensional Monte Carlo Simulation of Grain Growth in Zone-Refined Iron. Metallurgical and Materials Transactions B, 2001, vol. 32B, pp. 1195-1201.
- 6 C. ZHANG, A. SUZUKI, T. ISHIMARU, and M. ENOMOTO. Characterization of Three-Dimensional Grain Structure in Polycrystalline Iron by Serial Sectioning. Metallurgical and Materials Transactions A., vol. 35 A,2004. p.1927-1933.
- 7 OLIVEIRA, A.C.L. Estudo da Cinética de Recristalização Primária em Ferro Puro. Exame de Qualificação Experimental de Doutorado – Engenharia Metalúrgica, UFF/ Universidade Federal Fluminense. Volta Redonda, 2006.
- 8 RUSS, J. C., DeHOFF, R.T. Pratical Stereology. Chapter 5: Less Common Stereological Measures. Second Edition, Kluwer Academic/Plenu Publishers, 2000, p. 79-109.