

# ESTUDO EXPERIMENTAL DO CRESCIMENTO DE GRÃO NO FERRO PURO PARA TEMPOS E TEMPERATURA DETERMINADOS<sup>1</sup>

*Susana Carreiro de Oliveira<sup>2</sup>  
Paulo Rangel Rios<sup>3</sup>  
Gláucio Soares da Fonseca<sup>4</sup>*

## **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.

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

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

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

<sup>4</sup> *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.<sup>(1)</sup>

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

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  $\gamma$  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,  $\Delta p$ , na interface entre dois grãos adjacentes,<sup>(3)</sup> 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,  $\gamma$  a energia livre do contorno de grão por unidade de área do contorno de grão e  $k$  a curvatura do contorno de grão.<sup>(4)</sup>

Em 1974, Hu,<sup>(2)</sup> 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,<sup>(5)</sup> 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,<sup>(6)</sup> mediu o número de faces, o volume e a área do contorno dos grãos do ferro  $\alpha$  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

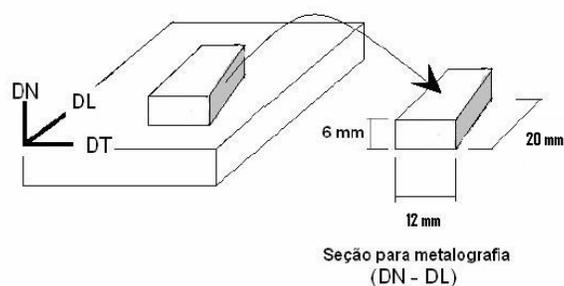
O material utilizado neste trabalho foi cedido pela Villares Metal. Este foi originado pela fusão a vácuo do ferro puro eletrolítico comercial. A sua composição química é dada na Tabela 1.

**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.<sup>(7)</sup>

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

<b>Passe</b>	<b>Espessura inicial (hi) [mm]</b>	<b>Espessura final (hf) [mm]</b>	<b>Redução no passe (%)</b>	<b>Redução em área acumulada (%)</b>
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.

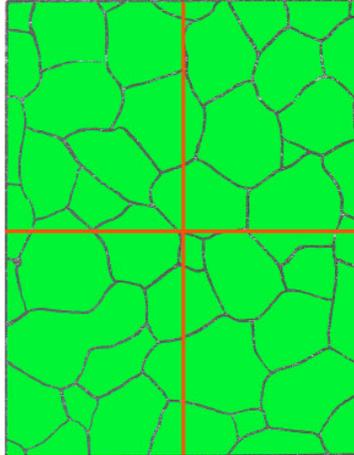
A técnica metalográfica padrão utilizada para a medição do comprimento médio das intersecções dos grãos e área dos contornos de grão segue os passos relacionados abaixo.

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  $\lambda$  é o comprimento médio dos interceptos dos grãos. Ao substituímos o valor de  $\lambda$  encontrado pela Equação 3 na Equação 4, encontramos a área dos contornos de grão por unidade de volume  $S_v$ .

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

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

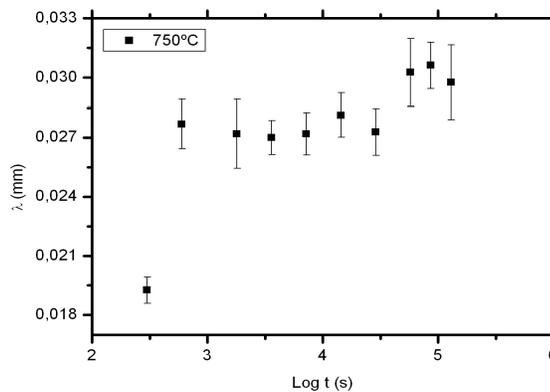


**Figura 2** - Representação de um campo preparado para medir o comprimento médio dos interceptos de grão,  $\lambda$  e a área dos contornos de grão por unidade de volume  $S_v$ .<sup>(6)</sup>

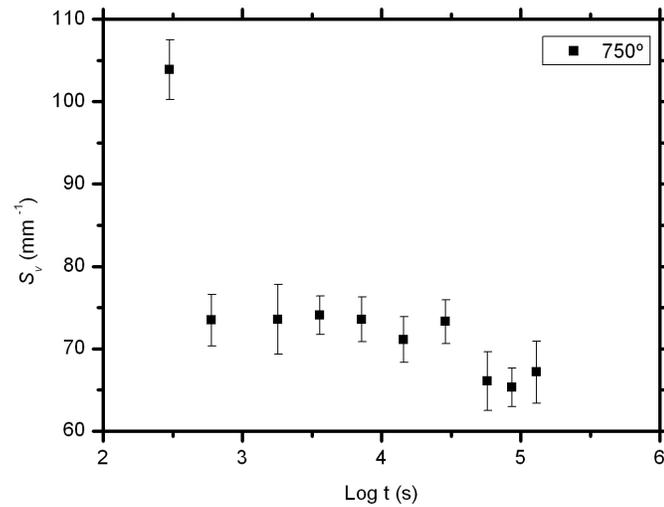
### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para o tempo de 5 minutos, a 750°C, o valor encontrado para o comprimento médio dos interceptos de grão,  $\lambda$ , 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<sup>-1</sup>, para os tempos entre 10 minutos e 8 horas, encontrou-se o valor médio de 73,19 mm<sup>-1</sup>, e para os tempos entre 16 horas e 36 horas o valor médio de  $S_v$  foi de 66,19 mm<sup>-1</sup>, conforme pode ser observado na Figura 4.



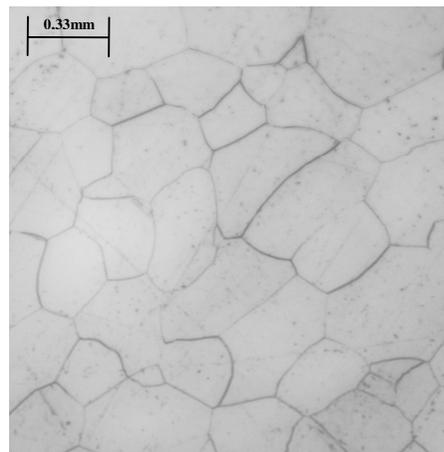
**Figura 3** – Comprimento médio dos interceptos de grão ( $\lambda$ ) em milímetros para temperatura determinada de 750° C pelo logaritmo do tempo em segundos.



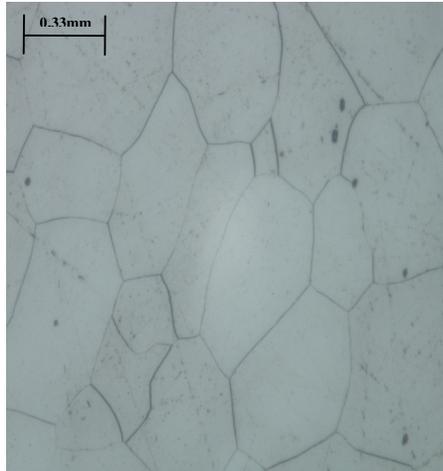
**Figura 4** – Área dos contornos de grão por unidade de volume ( $S_v$ ) em milímetros para temperatura determinada de 750° C pelo logaritmo do tempo em segundos.

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.

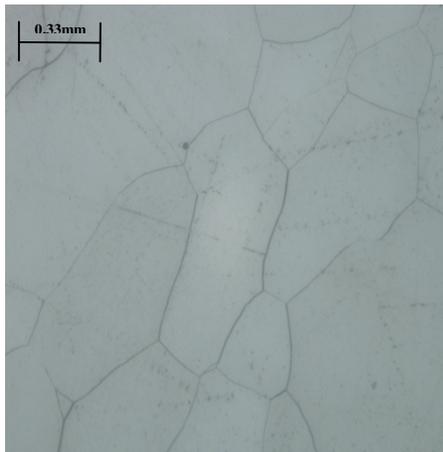
As imagens observadas nas Figuras 5, 6 e 7 mostram a evolução do tamanho de grão obtido após tratamento térmico a 750°C para diferentes tempos.



**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.*,<sup>(6)</sup> 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.