

EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA DO AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO AISI 430 ESTABILIZADO COM NIÓBIO LAMINADO A FRIO E SUBMETIDO A RECOZIMENTOS ISÓCRONOS¹

Alessandra Cunha Ferreira²

Dâmia Carina Dias do Carmo²

Renan de Oliveira Campos²

Dagoberto Brandão Santos³

Ronaldo Antonio Neves Marques Barbosa³

Resumo

Os aços inoxidáveis ferríticos estabilizados requerem um bom desempenho nas operações de estampagem. Portanto, é necessário o conhecimento da formação de sua textura, que depende da laminação a quente, a frio e recozimento. Neste trabalho foi avaliada a evolução microestrutural do inox ferrítico AISI 430 estabilizado com nióbio laminado a frio com de redução de 80% e após recozimentos isócronos em temperaturas de 400°C a 1000°C. A quantificação da recristalização foi feita através da fração amaciada em função da temperatura, obtida pela curva de microdureza Vickers. A interpretação dos dados foi auxiliada por análise de microscopia eletrônica de varredura e difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Para o encharque de 900 s, a recristalização se inicia a 700°C. A 750°C o aço se encontra completamente recristalizado, alcançando um tamanho de grão de 8,5 µm.

Palavras-chave: Aço inoxidável ferrítico; Laminação a frio; Recristalização; Difração de elétrons.

MICROSTRUCTURAL EVOLUTION OF COLD ROLLED Nb-STABILIZED FERRITIC STAINLESS STEEL 430 AFTER ISOCHRONAL ANNEALING

Abstract

Stabilized ferritic stainless steels requires a good performance in stamping operations. To achieve this performance it is necessary to know the formation of its texture during hot rolling, cold rolling and annealing conditions. In the present work, the microstructural evolution of niobium-stabilized ferritic stainless steel was characterized after hot and cold rolling with 80% thickness reduction, and annealing. Samples were taken from work hardening condition and after isochronous annealing at temperatures ranging from 400°C to 1000°C. The recrystallized volume fraction has been performed by softened volume fraction as function of temperature, obtained from the Vickers microhardness tests. Data interpretation was aided by electron backscatter diffraction (EBSD) analysis. For a soaking time of 900 s, the recrystallization begins at 700°C. About 750°C the steel is fully recrystallized and achieves a grain size of 8,5 µm.

Keywords: Ferritic stainless steel; Cold rolling; Recrystallization; EBSD.

¹ Contribuição técnica ao 50º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 18 a 21 de novembro de 2013, Ouro Preto, MG, Brasil.

² Graduando em Engenharia Metalúrgica, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFMG, Belo Horizonte, Brasil.

³ Professor Associado, Dr., Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFMG, Belo Horizonte, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis ferríticos possuem diversas aplicações nos mais diferentes setores industriais. O elevado teor de cromo e adição de elementos de liga como nióbio e titânio conferem ao aço uma alta resistência à corrosão e boa resistência mecânica. O aço AISI 430 estabilizado com Nb possui melhor soldabilidade e formabilidade devido à formação dos carbonitreto de Nb e distribuídos de maneira homogênea na matriz ferrítica.^(1,2) Estes representam aproximadamente 13% da produção dos aços inoxidáveis ferríticos. Entre suas aplicações estão as indústrias de açúcar e álcool, usinas de energia, soldas, indústria automotiva (sistema de exaustão, dobrando tempo de vida útil do mesmo), eletrodomésticos e utensílios para cozinha.⁽²⁻⁶⁾ Embora possuam ampla empregabilidade, os aços inoxidáveis ferríticos são menos adequados que os austeníticos em aplicações relacionadas a deformações por estiramento, pois os carbonitreto de nióbio presentes na matriz ferrítica influenciam fortemente no processo de recuperação e recristalização do aço.^(1,5,7,8) Assim, quando comparados aos aços inoxidáveis austeníticos, os aços ferríticos apresentam maior limite de escoamento, baixo coeficiente de encruamento e menor ductilidade, dessa forma possuem menores níveis de conformabilidade.⁽¹⁾ A presença de partículas grosseiras de tamanho médio superior a 1 μm favorece a nucleação durante a recristalização,⁽¹⁾ ou seja, após o início da recristalização, os mecanismos de rearranjo de deslocamentos são facilitados, formando regiões livres de defeitos associadas a contornos de alto ângulo com alta mobilidade e capaz de migrar rapidamente sobre a matriz encruada ou recuperada.^(2,9,10) A energia despendida na laminação a frio, equivale a 10% é armazenada no material na forma de defeitos cristalinos.^(2,9,10) Esses defeitos localizam-se próximo a essas partículas, o que aumenta o potencial de recristalização local. Regiões que possuem grande quantidade de defeitos cristalinos são as regiões de heterogeneidade de deformação (bandas de cisalhamento e de deformação), que são favoráveis à ocorrência de nucleação.^(7,8,11) A nucleação também é favorecida pela anisotropia, i.e., orientação preferencial dos grãos. A formação de textura pronunciada ocorre devido às condições de processamento do material, tais como laminação e recozimento.^(1,2,5-8) O comportamento mecânico de materiais policristalinos é afetado consideravelmente pela sua textura cristalográfica.^(5,9,10) Uma medição adequada da textura é obtida pela técnica de EBSD, conforme descrito por Humphreys.⁽¹²⁾ Por sua vez, o fenômeno da recristalização é quantificado por curvas do tipo sigmoidal, representando a fração recristalizada versus o tempo. A cinética de recristalização pode também ser analisada por meio da temperatura, obtendo o mesmo comportamento quando se varia o tempo.⁽¹⁰⁾ Neste trabalho foram avaliadas as condições de recristalização do aço inox ferrítico 430 estabilizado ao nióbio após laminação a frio e recozimentos isócronos. A metodologia inovadora utilizada neste trabalho consiste em comparar as técnicas convencionais de medição de dureza e fração recristalizada ao longo do processo com a técnica de análise via difração de elétrons retroespalhados, EBSD. O objetivo do presente trabalho é caracterizar a microestrutura do aço inox ferrítico estabilizado ao nióbio, para posterior avaliação da textura de recristalização, partindo-se de duas condições iniciais: material recozido e sem recozimento após laminação a quente; cujo projeto de pesquisa encontra-se em andamento.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Foi utilizada uma tira com 4,32 mm de espessura de aço inoxidável ferrítico AISI 430, estabilizado com nióbio, cedida pela empresa Aperam SA, com a seguinte composição química: 0,02%C, 0,20%Mn, 0,03%P, 0,32%Nb, 16,07% Cr, 0,18% Ni, 0,002% Al, 0,004% Ti, 0,0005% S e 0,024%N₂. A laminação a quente foi realizada na empresa em um laminador tipo Steckel em temperaturas entre 800 e 1000°C. A bobina laminada a quente foi então recozida. Amostras retiradas da tira laminada a quente e recozida foram laminadas a frio até uma redução de 80% da espessura em um laminador de laboratório marca Fröhling de 40 t de capacidade, com cilindros de diâmetro de 200 mm e comprimento de 300 mm, instrumentado com células de cargas de compressão e interface A/D. Pequenas tiras foram retiradas com 1,0 cm de largura para os recozimentos isócronos de 900 s em um forno tipo mufla, usando temperaturas que variaram de 400°C a 1000°C. A seguir as amostras foram resfriadas ao ar natural até a temperatura ambiente. As amostras metalográficas polidas foram atacadas com reativo de Vilella. As micrografias foram obtidas no microscópio óptico e no microscópio eletrônico de varredura (MEV) com filamento de W.

As medidas de microdureza Vickers foram feitas utilizando um microdurômetro da marca Future Tec FM 700 com uma carga de 0,98 N e tempo de penetração de 10 s. Também foram realizados exames por EBSD. As amostras para EBSD foram polidas com pasta de diamante até 0,25 µm e posteriormente com sílica coloidal de 0,04 µm para eliminação da camada de deformação. O processamento das imagens obtidas por EBSD foi feito por meio do software OIM, versão 6.1.3. Assim, obteve-se a fração de grãos recristalizados por meio do software Image-Pro Plus, versão 6.0.

3 RESULTADOS

3.1 Caracterização Metalográfica

As Figuras 1a e 1d mostram a microestrutura das amostras laminada a quente e não recozida e laminada a quente e recozida no estado de fornecimento. Percebe-se claramente a diferença microestrutural, ou seja, o aço laminado a quente sem recozimento posterior apresenta grão alongados contendo bandas de deformação (Figuras 1a e 1c), enquanto no aço recozido os grãos são poligonais (Figuras 1b e 1d). Neste projeto de pesquisa objetiva-se a comparação do processamento mecânico e térmico considerando essas duas microestruturas iniciais.

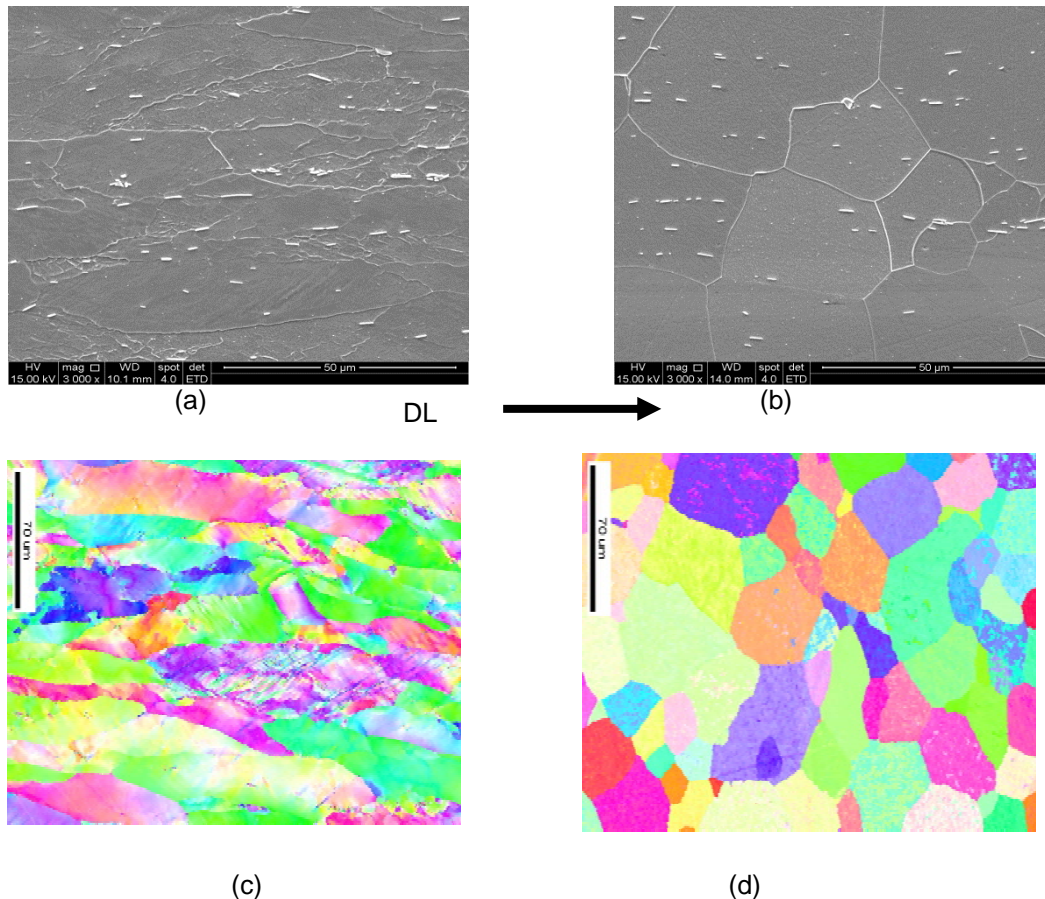


Figura 1. Microestrutura das amostras conforme fornecidas, (a,c) laminada a quente e não recozida e (b,d) laminada a quente e recozida. (a,b) Micrografias obtidas no MEV. (c,d) Mapas de orientação obtidos via EBSD com a direção de laminação (DL) na horizontal.

A Figura 2 mostra a microestrutura das amostras laminadas a frio com 80% de redução e após recozimentos a 700, 750, 900 e 1000°C, respectivamente, durante 900 s. Observa-se a nucleação e o crescimento do grão ferrítico em sequência.

3.2 Fração de amaciamento após recozimentos isócronos

A Figura 3 descreve os resultados de microdureza Vickers em função da temperatura de recozimento. Na figura 3 observa-se que o primeiro ponto é referente à amostra que não foi submetida a tratamento térmico, ou seja, encruada. Nota-se uma diminuição de dureza a partir de 650°C e de forma acentuada a partir de 700°C. Por sua vez, a partir de 800°C não são observadas grandes mudanças, isto é, o processo de recristalização está completo.

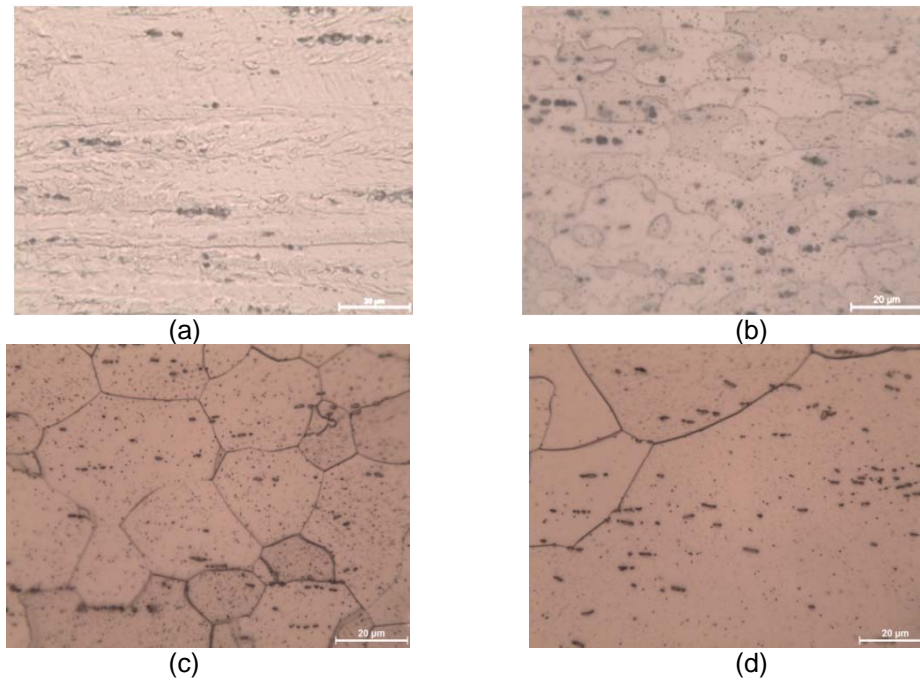


Figura 2. Microestrutura das amostras após recozimento a (a) 700, (b) 750°C, (c) 900°C e (d) 1000°C durante 900 s.

Mesmo ocorrendo o crescimento de grão a partir de 800°C não ocorreu a queda de dureza mensurável pela técnica experimental utilizada. O aumento de dureza a 600°C está associada a precipitação do carbonitreto de Nb. Tal sequência foi constatada em uma liga com ferro de alta pureza contendo 0,05%at Nb e 0,075%at N envelhecida a 600°C por 5 min.⁽¹³⁾

A partir dos valores obtidos para microdureza, é possível obter a fração amaciada em cada temperatura segundo a equação 1:

$$A = \frac{H_e - H_x}{H_e - H_r} \quad (1)$$

Onde H_e é a dureza do material encruado, H_r dureza do material recristalizado e H_x dureza do aço na condição em questão. Os dados aparecem na Figura 4. A fração total de amaciamento é obtida para a temperatura de 800°C em consonância com outros autores.^(5,7,8)

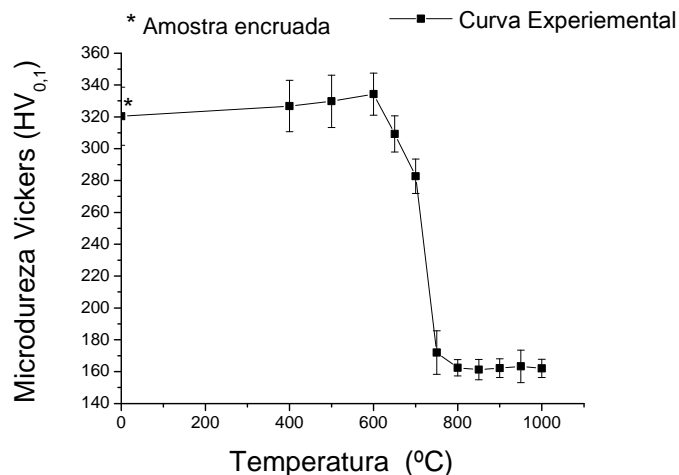


Figura 3. Microdureza Vickers em função da temperatura de recozimento.

3.3 Cinética de Recristalização

Para análise da cinética de recristalização foram selecionadas as amostras recozidas em temperaturas de 600, 650, 700, 750 e 850°C. Elas foram analisadas por meio do difratômetro EBSD. As imagens obtidas em tons de cinza (Figura 5) foram trabalhadas usando a análise de imagens a fim de obter a fração recristalizada.

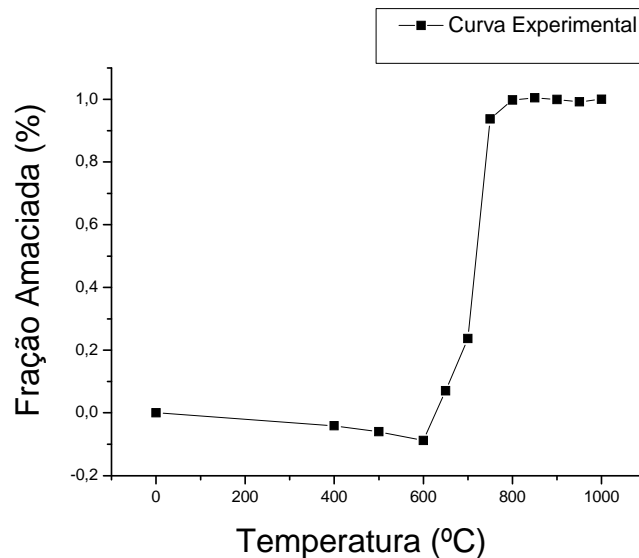


Figura 4. Fração amaciada em função da temperatura de recozimento.

3.3.1 Avaliação da porcentagem recristalizada através da análise de imagens.

A Figura 6 ilustra algumas imagens analisadas pelo programa para obtenção da fração recristalizada. As áreas em azul representam as regiões recristalizadas e as áreas em vermelho as regiões encruadas. Diferentemente do procedimento adotado por Costa,⁽⁸⁾ tomou-se o cuidado de não considerar os contornos de grãos como regiões encruadas. Metodologia semelhante também foi adotada por Black e Higginson.⁽¹⁴⁾ Os resultados da fração recristalizada em função da temperatura estão listados na Tabela 1.

Utilizando os dados da Tabela 1 foi possível traçar a curva de fração recristalizada versus temperatura (Figura 7). Na Figura 7 também é possível estabelecer uma comparação entre os dois métodos usados neste trabalho para acompanhar a evolução da recristalização em função da temperatura de recozimento. Para a amostra recozida a temperatura de 750°C foi avaliado o tamanho médio de grão, Figura 8. Neste exemplo o tamanho de grão médio corresponde a 8,5 µm.

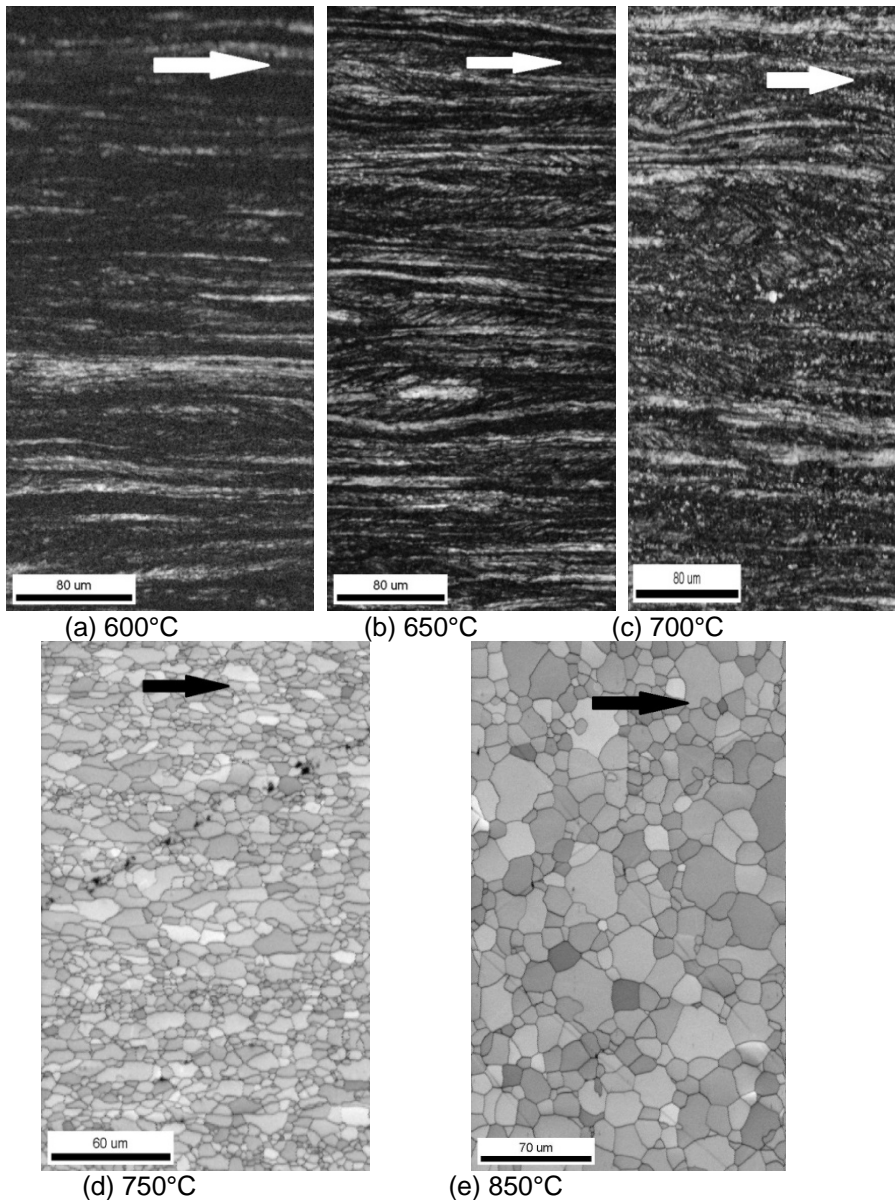


Figura 5. Imagens em tons de cinza obtida pela análise de imagem feita no OIM (IQ). As setas indicam a direção de laminação, DL.

A Figura 9 ilustra a amostra recozida a 700°C e 750°C. Percebe-se uma forte interação das partículas de carbonitretos de Nb com os grãos recristalizados no início do processo, ou seja, na etapa de nucleação (Figura 9a região inferior). Por sua vez os núcleos também são formados nas bandas de deformação e contornos de grãos (Figura 9a região superior). Após a recristalização e crescimento de grão a 750 e 850°C ainda existe interação dos carbonitretos de Nb e contornos de grãos (Figuras 9b e 9c).

4 DISCUSSÃO

A partir da análise da Figura 1 nota-se a diferença pronunciada na microestrutura para condição de laminada a quente com e sem recozimento. Além disso, na figura 1(a) bandas de deformação podem ser evidenciadas. Estudos posteriores serão executados para verificar a necessidade ou não do recozimento posterior à laminação a quente.

Tabela 1. Fração recristalizada e recuperada para o aço 430E em função da temperatura de recozimento

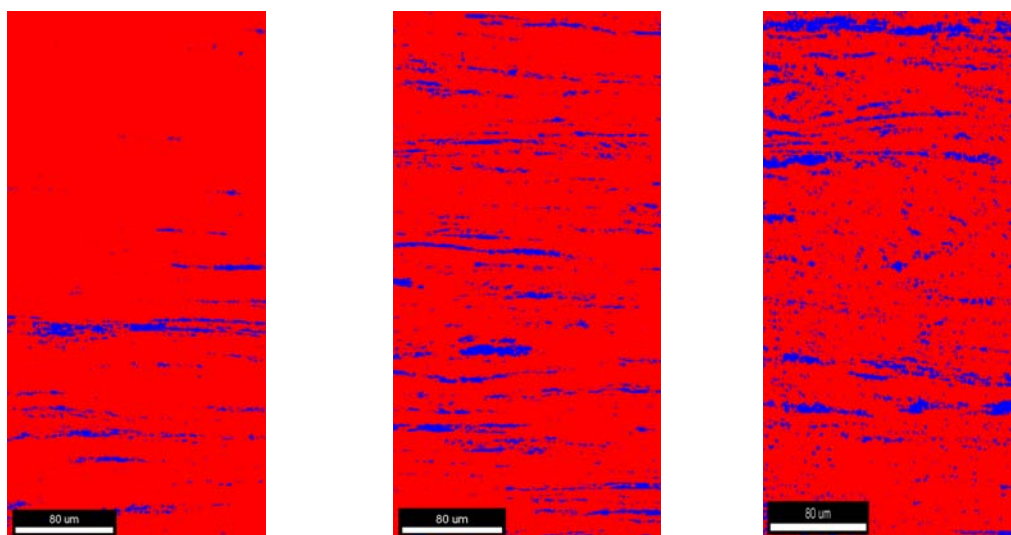
| Temperatura (°C) | Porcentagem Recuperada (%) | Porcentagem Recristalizada (%) |
|------------------|----------------------------|--------------------------------|
| 600 | 95,4 | 4,6 |
| 650 | 91,3 | 8,7 |
| 700 | 87,1 | 12,9 |
| 750 | 6,8 | 93,2 |
| 850 | 4,6 | 95,4 |

A análise das Figuras 3 e 4 evidencia que a amostra começa amaciar de forma acentuada e, portanto, a recristalizar-se por volta de 650°C. Entre as temperaturas de 700 e 750°C há um aumento acentuado do amaciamento, o que indica um aumento significativo também da fração recristalizada. Entre as temperaturas 750°C e 800°C há um aumento pouco expressivo de amaciamento, que estabiliza para as temperaturas seguintes, até alcançar 1000°C.

Esse comportamento estável, a partir de 800°C, significa que a recristalização total da amostra recozida por 900 s, acontece nesta temperatura. Siqueira et al.⁽²⁾ também observaram resultados semelhantes. A técnica de análise de imagem permite observar diferentes orientações devido à presença de diferentes tons de cinza. A presença de heterogeneidades de deformação, tais como bandas de deformação^(2,6) são mais bem evidenciadas nas amostras cujo recozimento é inferior a temperatura de 750°C, como na Figura 9a.

Na Figura 9a, a micrografia da amostra de 700°C ilustra a nucleação de grãos recristalizados. A nucleação ocorre preferencialmente nas bandas de deformação e nos contornos de grão. O processo de nucleação estimulada por partículas de carbonitretos de Nb também foi verificado e é exemplificado na Figura 9a. Alguma heterogeneidade com relação ao tamanho de grão é verificada na micrografia da amostra recozida a 750°C (Figuras 2b e 5d).

Por meio de análise de imagem executada no software (Figura 6) foi possível traçar a curva de porcentagem recristalizada em função da temperatura. Os dados estão dispostos na Tabela 1. A curva de fração recristalizada (Figura 7), seguiu uma tendência sigmoideal, assim como a curva de fração amaciada.



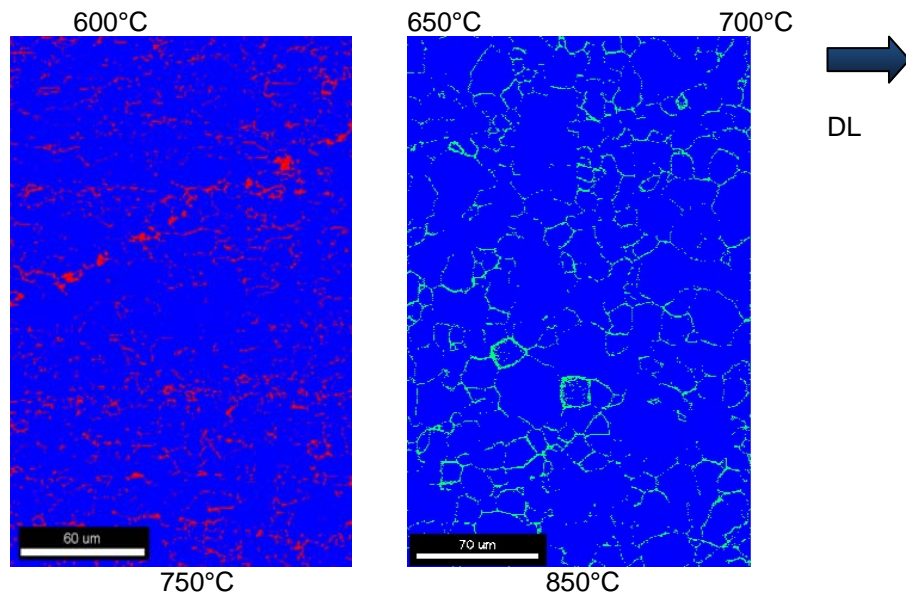


Figura 6. Imagens analisadas pelo programa para obtenção da fração recristalizada.

Por meio de análise de imagem executada no software (Figura 6) foi possível traçar a curva de porcentagem recristalizada em função da temperatura. Os dados estão dispostos na Tabela 1. A curva de fração recristalizada (Figura 7), seguiu uma tendência sigmoide, assim como a curva de fração amaciada.

A Figura 8 ilustra um exemplo de distribuição das áreas dos grãos para amostra de 750°C. Grãos com áreas diferentes indicam o crescimento preferencial de alguns.

A diferença entre os tamanhos é devido à heterogeneidade na migração de contornos de grãos na matriz deformada, cuja origem está na nucleação diferenciada, que acontece em função de uma deformação heterogênea. O tamanho médio dos grãos ferríticos nesse caso ficou em torno de 8,5 μm (Figura 9b).

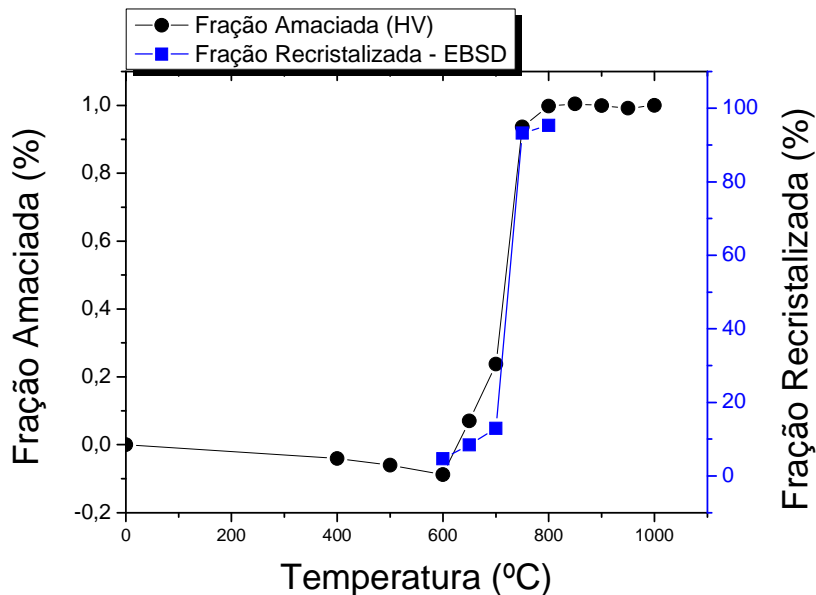


Figura 7. Fração recristalizada em função da temperatura de recozimento.

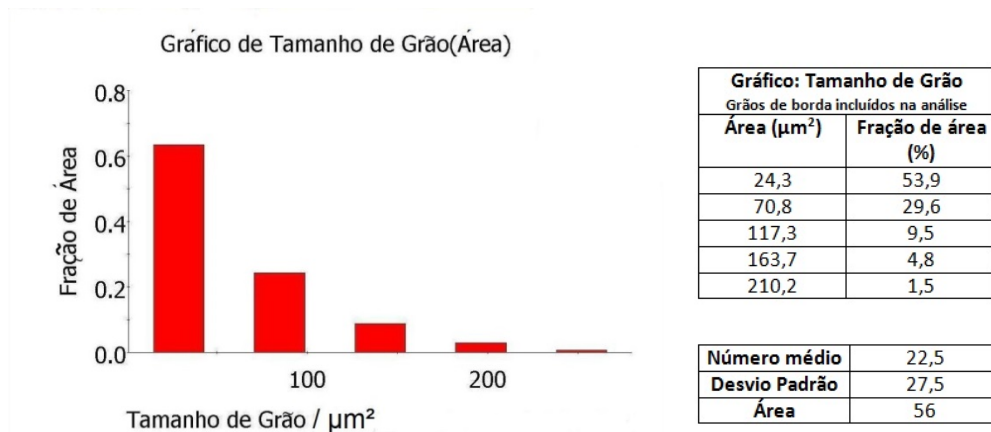


Figura 8. Frequência de distribuição das áreas de grãos para amostra recozida a 750°C por 900 s.

Nas micrografias das Figuras 9a e 9c, correspondentes às amostras recozidas a 700, 750 e 850°C, se observa a nucleação em região próximas as partículas de carbonitreto, bem como a forte interação destas com o contorno de grão da ferrita. Essas partículas Nb(CN) constituem sítios preferenciais para a nucleação. Tal fenômeno, nucleação estimulada por partículas (PSN), foi bem documentado no trabalho de Siqueira.⁽³⁾

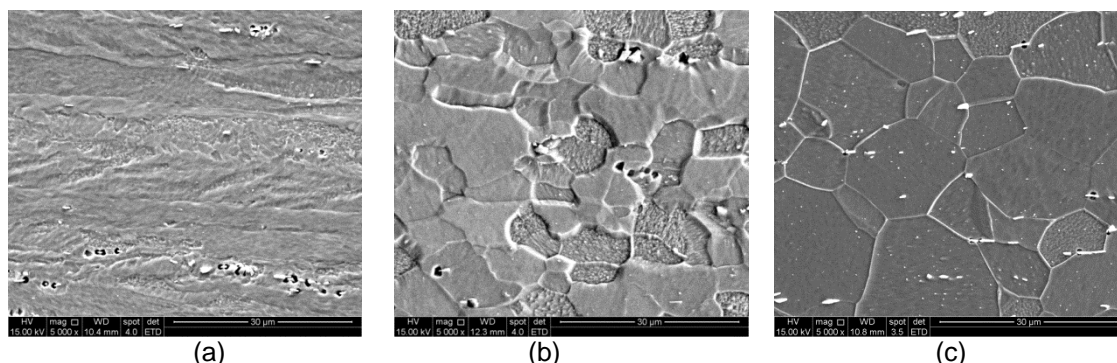


Figura 9. Amostra laminada a frio com 80% de redução e recozida por 900 s, (a) 700°C, (b) 750°C e (c) 850°C. As partículas claras são carbonitreto de Nb.

5 CONCLUSÕES

A metodologia convencional de obtenção da curva de fração recristalizada versus temperatura aproximou-se razoavelmente daquela traçada pelo método distinto de difração de elétrons retroespalhados e corrobora com os resultados obtidos para a curva de amaciamento. O início da recristalização do aço inoxidável AISI 430 estabilizado com Nb acontece em 650°C e é concluída por volta de 800°C.

Os exames por microscopia eletrônica de varredura bem como por EBSD confirmaram que as bandas de cisalhamento, assim como os contornos de grão, são sítios preferenciais para a nucleação durante o processo de recristalização. A nucleação é facilitada pela presença de partículas de carbonitreto de Nb. O tamanho de grão recristalizado está em torno de 9,0 μm.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Fapemig e ao CNPq pelas bolsas de iniciação científica disponibilizada aos alunos de graduação. Também agradecem a empresa APERAM SA pelo fornecimento das amostras do aço inoxidável.

REFERÊNCIAS

- 1 FERREIRA FILHO, A.; HERRERA, C.; LIMA, N.B.; PLAUT, R.L.; PADILHA, A.F. Evolução da textura cristalográfica de chapas de aço inoxidável ferrítico do tipo AISI 430 durante laminação a frio, recozimento e estampagem. *REM: Revista da Escola de Minas*, v. 61, n.2, p. 151-158, 2008.
- 2 SIQUEIRA, R.P.; SANDIM, H.R.Z.; OLIVEIRA, T.R.; RAABE, D. Composition and orientation effects on the final recrystallization texture of coarse-grained Nb-containing AISI 430 ferritic stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, v. 528, p. 3513–3519, 2011.
- 3 SIQUEIRA, R.P. Efeitos de orientação na recristalização do aço inoxidável ferrítico AISI 430 com grãos grosseiros e estabilizado ao nióbio. 2010. 168 pp. Tese: Doutorado em Ciências na Área de Concentração: Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos – Universidade de São Paulo, Lorena.
- 4 SIM, G.M.; AHN, J.C.; HONG, S.C.; LEE, K.J.; LEE, K.S. Effect of Nb precipitate coarsening on the high temperature strength in Nb containing ferritic stainless steels. *Materials Science & Engineering A*, v. 396, n. 1-2, p. 159-165, 2005.
- 5 YAN, H. *et al.* Effect of two-step cold rolling and annealing on texture, grain boundary character distribution and r-value of NB + Ti stabilized ferritic stainless steel. *Materials Characterization*, v. 60, p. 65-68, 2009.
- 6 YAN, H.; BI, H.; XIN, L.; XU, Z. Microstructure, texture and grain boundaries character distribution evolution of ferritic stainless steel during rolling process. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 209, p. 2627–2631, 2009.
- 7 SINCLAIR, C.W.; MITHIEUX, J.-D.; SCHMITT, J.-H.; BRÉCHET, Y. Recrystallization of Stabilized Ferritic Stainless Steel Sheet. *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 36A, November, p. 3205-3215, 2005.
- 8 COSTA, A.L.N. *Formação da textura de recristalização dos aços inoxidáveis ferríticos AISI 430A e 430E*. 2006. 95 p. Dissertação: Mestrado em Ciência dos Materiais - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro.
- 9 PADILHA, A.F.; JR, F.S. *Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura*. 3º. Ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.
- 10 ABBACHIAN R.; ABBACHIAN, I.; REED-HILL, R.E. *Physical Metallurgy Principles*. Cengage Learning, Stanford, USA, 2009.
- 11 RAABE, D. On the influence of the chromium content on the evolution of rolling textures in ferritic stainless steels. *Journal of Materials Science*, v. 36, p. 3839–3845, 1996.
- 12 HUMPHREYS, F.J. Grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction. *Journal of Materials Science*, v. 36, p. 3833–3854, 2001.
- 13 DESCHAMPS, A.; DANOIX, F.; GEUSER, F. DE.; EPICIER, T.; LEITNER, H.; PEREZ, M. Low temperature precipitation kinetics of niobium nitride platelets in Fe. *Materials Letters*, v. 65, p. 2265–2268, 2011.
- 14 BLACK, M.P.; HIGGINSON, R.L. An Investigation into the Use of Electron Back Scattered Diffraction to Measure Recrystallised Fraction. *Scripta Materialia*, v. 41, n. 2, p. 125-129, 1999.