

## INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE NIÓBIO E MOLIBDÊNIO NA DECOMPOSIÇÃO ISOTÉRMICA DA AUSTENITA EM AÇO 0,7%C\*

Felipe Pereira Finamor<sup>1</sup>  
Solange Tamara da Fonseca<sup>2</sup>  
Domingos José Minicucci<sup>3</sup>  
Hélio Goldenstein<sup>4</sup>  
Amilton Sinatora<sup>5</sup>  
Paulo Roberto Me<sup>6</sup>

### Resumo

O aumento da razão da carga transportada por eixo tem sido fundamental para redução dos custos do transporte ferroviário, exigindo rodas de maior resistência mecânica, mas com tenacidade assegurada. Uma das estratégias é se adicionar aos aços microadições (< 0,5 % em massa) de nióbio e ou vanádio, os quais, em solução sólida na austenita atrasam sua decomposição em produtos difusionais, elevando a resistência mecânica dos aços. Neste trabalho foram avaliados dois aços com 0,7%C microligados ou não ao nióbio e molibdênio e produzidos pela MWL Brasil para a fabricação de rodas ferroviárias segundo a classe D da AAR (Association of American Railroads). Foram realizados ensaios dilatométricos em regime isotérmico com um dilatômetro Bähr DIL 805A do Laboratório de Transformação de Fases da Escola Politécnica da USP e análises metalográficas por microscopia eletrônica de varredura e microscopia ótica. Observaram-se atrasos na cinética de transformação austenita/perlita através da microadição de nióbio e molibdênio na ordem de 4 vezes, uma diminuição do espaçamento interlamelar da perlita transformada a 600°C da ordem de 15% e um pequeno aumento da dureza dos produtos de reação no aço microligado

**Palavras-chave:** Aços microligados; Nióbio; Molibdênio; Dilatometria.

### EFFECTS OF NIOBIUM AND MOLYBDENUM ADDITION ON ISOTHERMAL DECOMPOSITION OF AUSTENITE IN 0,7%C

#### Abstract

The increasing in the ratio load per wagon has been a fundamental subject to reduce the costs in railway transportation, requiring wheels with a higher strength and toughness. One of the strategies is to add small amounts of alloys (<0,5% in weight) of niobium and/or vanadium, wick in solid solution on austenite retards its decomposition increasing the strength of steels. In this work two steels with 0,7w% C microalloyed or not to niobium and molybdenum were casted and forged by MWL Brasil according to AAR Class D standard for railway wheels. Dilatometric measures in isothermal conditions were studied with a Bahr DIL 805A from Laboratório de Transformação de Fases of Escola Politécnica da USP and metallographic analysis made by SEM and optics microscopy. There were observed delays in the kinetics of austenite to pearlite transformation through niobium and molybdenum addition in order of 4 times, a decrease in order of 15% on pearlite interlamelar spacing transformed at 600°C and a small increase in hardness of reaction products in the alloyed steel.

**Keywords:** Alloyed steels; Niobium; Molybdenum; Dilatometry.

<sup>1</sup> Engenheiro Metalúrgico, Aluno de mestrado, FEM, Unicamp, Campinas, SP, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheira de Materiais, Aluna de doutorado, FEM, Unicamp, Campinas, SP, Brasil.

<sup>3</sup> Mestre, Gerente de produto e desenvolvimento, MWL Brasil, Caçapava, SP, Brasil.

<sup>4</sup> Doutor, Professor, Departamento de Engenharia Metalúrgica, Escola Politécnica da USP, São Paulo, SP, Brasil.

<sup>5</sup> Doutor, Professor, Departamento de Engenharia Mecânica, Escola Politécnica da USP, São Paulo, SP, Brasil.

<sup>6</sup> Doutor, Professor, FEM, Unicamp, Campinas, SP, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

O transporte sobre trilhos tem se mostrado de importância vital para a estratégia mundial de transporte de valores. Sua capacidade de carga, se comparada a outros modais de transporte, traz significativas reduções nos custos e na emissão de gases poluentes [1].

O aumento da demanda deste meio de transporte acirra a competição entre as ferrovias e seus fornecedores pela maior eficiência da quantidade e segurança dos bens transportados, levando a um aumento das cargas por eixo e da velocidade dos trens, o que, por outro lado, gera maiores solicitações das interações entre roda e trilho. Muitos dos esforços em pesquisa estão sendo realizados para se garantir a melhor otimização dos custos do transporte e menores desgastes das rodas e trilhos [2]. Buscar a melhoria das relações entre qualidade e produtividade tem levado ao desenvolvimento de maiores controles microestruturais do material produzido.

Em face dessas maiores solicitações, da redução dos custos de transporte e objetivando o controle das microestruturas produzidas, novos tipos de aços têm sido desenvolvidos, principalmente aqueles que fazem uso de microadições (adições menores que 0,5% em massa) de elementos de liga, normalmente Ti, V ou Nb, que tendem a aumentar a resistência mecânica e ao desgaste destes materiais sem comprometer sua ductilidade [3].

Cunha [4] comparando aços com 0,5% de carbono utilizados pela indústria ferroviária, microligados ou não ao nióbio, relatou que o uso do nióbio foi efetivo tanto para o aumento da resistência mecânica como para a diminuição da temperatura de formação e redução dos espaçamentos entre as lamelas da perlita.

O conhecimento das chamadas curvas tempo-temperatura-transformação tanto isotérmicas (TTT) como as de resfriamento contínuo (CCT) tem sido de grande importância industrial, garantindo agilidade e redução dos custos na etapa de seleção de materiais. Nesse aspecto o método de obtenção dessas curvas por dilatométrie surge como uma técnica versátil para se examinar a cinética de transformação de fases. Sua aplicabilidade está correlacionada com a variação volumétrica da amostra ao ocorrer uma mudança de fase no material [5].

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Dois tipos de aços classificados na categoria Classe D da norma AAR (Association of American Railroads, 2011) [6] foram estudados pelo método dilatométrico em regime isotérmico. Estes materiais foram retirados de rodas ferroviárias forjadas pela MWL do Brasil, cuja composição química está descrita na Tabela 1.

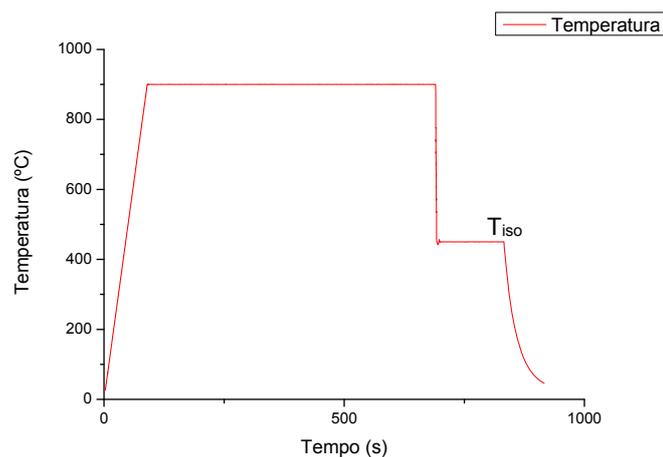
**Tabela 1.** Composição química dos aços estudados (% em massa)

Aço	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Nb
7C	0,68	0,34	0,83	0,013	0,010	0,21	0,01	<0,008
7Nb	0,63	0,31	0,82	0,009	0,002	0,36	0,12	0,014

Um dilatômetro de t mpera r pida da B hr modelo DIL805A da Escola Polit cnica da USP foi utilizado para estudar a cin tica de transforma o da austenita e gerar os

diagramas de transformações isotérmicas (TTT) dos dois aços. Uma descrição detalhada sobre esse equipamento pode ser encontrada na literatura [7]. O corpo de prova utilizado era tubular com 10 mm de comprimento, 4 mm de diâmetro externo e 2 mm de diâmetro interno. As frações de fases transformadas foram determinadas pela variação dimensional do corpo de prova em função do tempo, que correspondem, quantitativamente, à fração volumétrica da austenita transformada [5,8]. Para a realização do ensaio dilatométrico as amostras foram austenitizadas a 900°C por 10 minutos sob vácuo, seguido de resfriamento brusco até a temperatura de análise através da passagem de gás hélio de alta pureza, alcançando taxas de resfriamento de 180°C/s, e mantidas no patamar isotérmico estudado até que as transformações cessassem. Como não ocorriam mais transformações o resfriamento seguinte se dava naturalmente. Para cada amostra leituras de temperatura e dilatação do corpo de prova foram registradas em função do tempo. As temperaturas de análise isotérmica ( $T_{iso}$ ) foram 650, 600, 550, 500, 450, 400, 350 e 300°C. O ciclo térmico utilizado pode ser visualizado na Figura 1. Foram realizados dois ensaios para cada temperatura estudada.

O início de transformação martensítica ( $M_s$ ) foi determinado utilizando-se uma amostra adicional de cada aço submetida ao mesmo ciclo de austenitização e resfriada rapidamente até a temperatura ambiente.

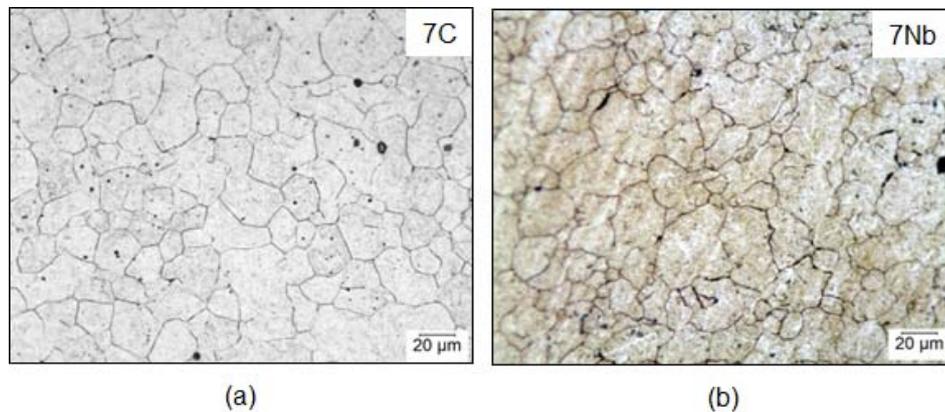


**Figura 1.** Desenho esquemático do ciclo térmico para o tratamento isotérmico.  $T_{iso}$  variando de 300 a 650°C.

Para avaliar as transformações obtidas pelo dilatômetro a microestrutura de cada amostra foi analisada por Microscopia Eletrônica de Varredura em microscópio eletrônico Zeiss modelo EVO-MA15 e por Microscopia Ótica em microscópio Leica DM ILM, ambos os equipamentos pertencentes ao laboratório multiusuário da Faculdade de Engenharia Mecânica da Unicamp. As amostras para análise microscópica foram embutidas em resina epóxi e lixadas em granulometria de até 2400 mesh seguidas de polimento com pasta de diamante de 3 a 1  $\mu\text{m}$ . O ataque para revelação da microestrutura foi realizado utilizando-se Nital 2%.

Medidas de dureza Vickers com carga de 0,3 kgf foram feitas em um durômetro Future Tech FV-800 do laboratório multiusuário da Faculdade de Engenharia Mecânica da Unicamp, sendo realizadas 3 medidas em cada amostra. A fração volumétrica de ferrita ( $f_\alpha$ ) foi calculada a partir de imagens de microscopia ótica através do software ImageJ®.

O tamanho de grão austenítico prévio (TGA) foi calculado pelas amostras que sofreram transformação martensítica através de ataque químico por solução aquosa saturada de ácido pícrico acrescido de agente molhante a 60°C por 10 minutos, e podem ser observadas na figura 2.

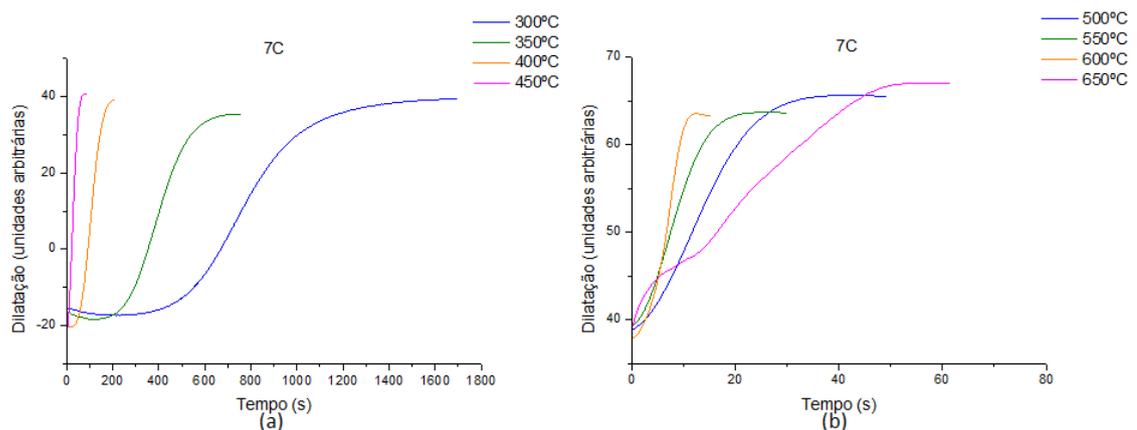


**Figura 2** – Tamanho de grão austenítico das amostras que sofreram transformação martensítica. a) Aço 7C e b) Aço 7Nb.

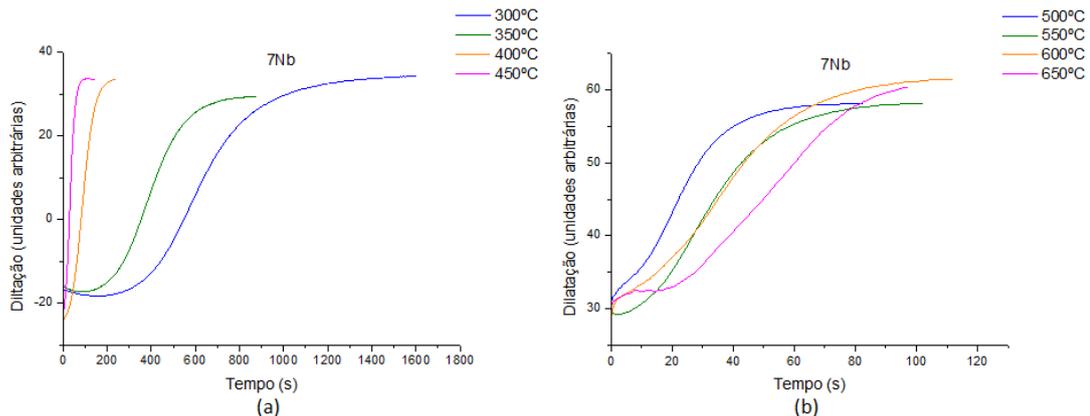
### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As figuras 3 e 4 mostram a variação dimensional em função do tempo para os aços 7C e 7Nb, respectivamente. Não foi possível determinar os tempos de início de reação para as temperaturas de 450 e 500 °C, pois a taxa de resfriamento utilizada não foi suficientemente alta para que as reações iniciassem após atingir o patamar isotérmico analisado.

Nas temperaturas de 650°C foi possível observar a formação de ferrita iniciando-se à 7 segundos no aço 7Nb e a 1,5 segundos no aço 7C. Em temperaturas menores que 650°C não foi possível observar os tempos de início e fim de formação da ferrita devido a pequena fração volumétrica da mesma.



**Figura 3** – Variação dimensional em função do tempo para o aço 7C. a) de 300 a 450 °C e b) de 500 a 650°C.



**Figura 4** – Variação dimensional em função do tempo para o aço 7Nb. a) de 300 a 450 °C e b) de 500 a 650°C

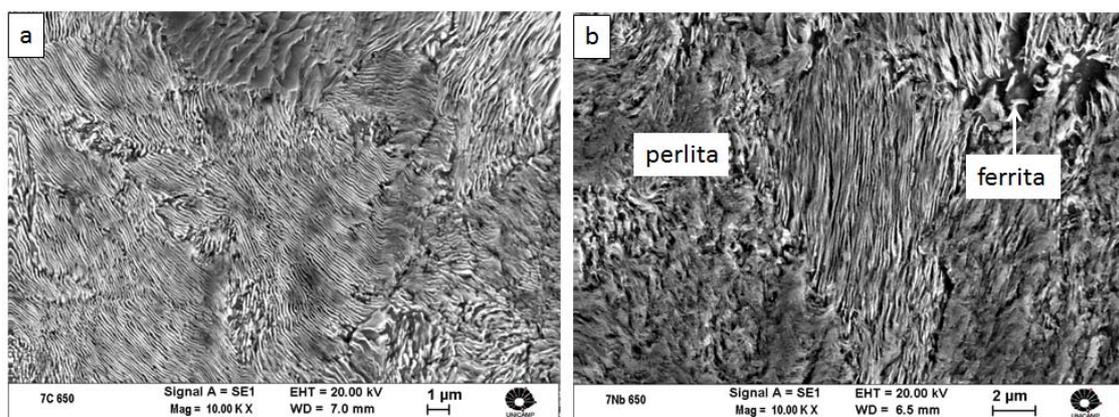
A adição de nióbio e molibdênio provocou a redução do tamanho de grão austenítico prévio (TGA) e da temperatura de início de transformação martensítica (Tabela 2). O nióbio tanto em solução sólida quando na forma de precipitados finos de carboneto, que precipitam durante o processamento termomecânico a partir da austenita, restringe o crescimento de grão austenítico [9].

**Tabela 2.** Temperatura de início de transformação martensítica ( $M_s$ ) e tamanho de grão austenítico prévio (TGA).

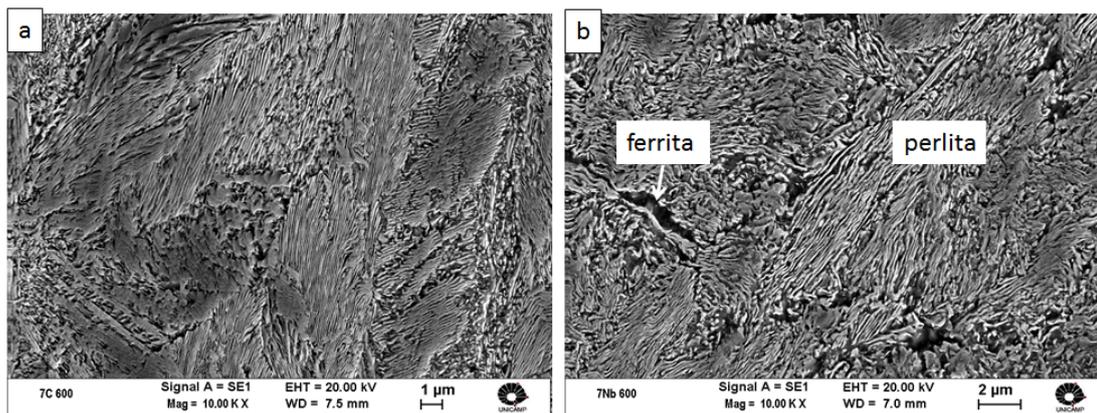
Aço	$M_s$ (°C)	TGA ( $\mu\text{m}$ )
7C	274	$12,2 \pm 0,6$
7Nb	260	$9,9 \pm 0,7$

As amostras dos aços 7C e 7Nb transformadas a 650°C apresentaram pequena fração de ferrita (1% no aço 7C e 3% no aço 7Nb) e perlita (figura 5).

Nióbio e molibdênio são elementos estabilizadores da ferrita [10] o que explicaria a maior fração deste componente no aço microligado. Com a redução de temperatura para 600°C a perlita torna-se mais refinada e a fração volumétrica de ferrita reduz ainda mais (figura 6).

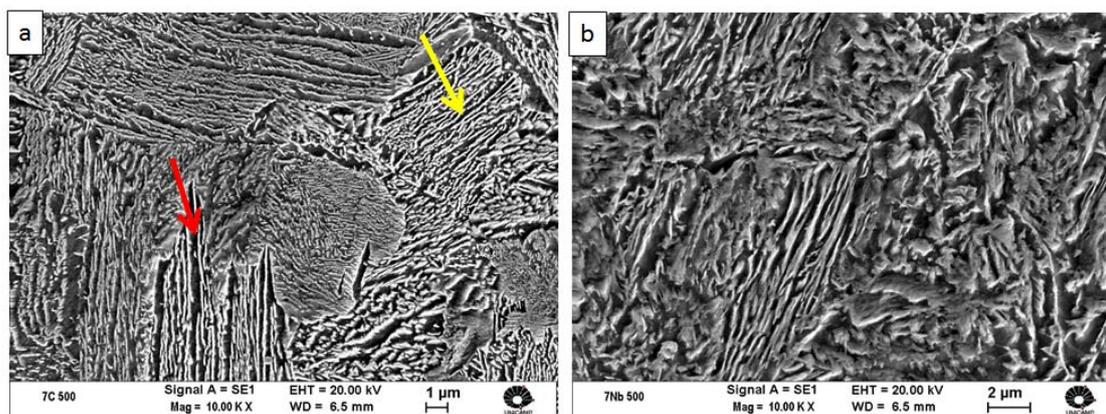


**Figura 5** – Ferrita e perlita em amostras obtidas isotermicamente a 650 °C dos aços 7C (a) e 7Nb (b).

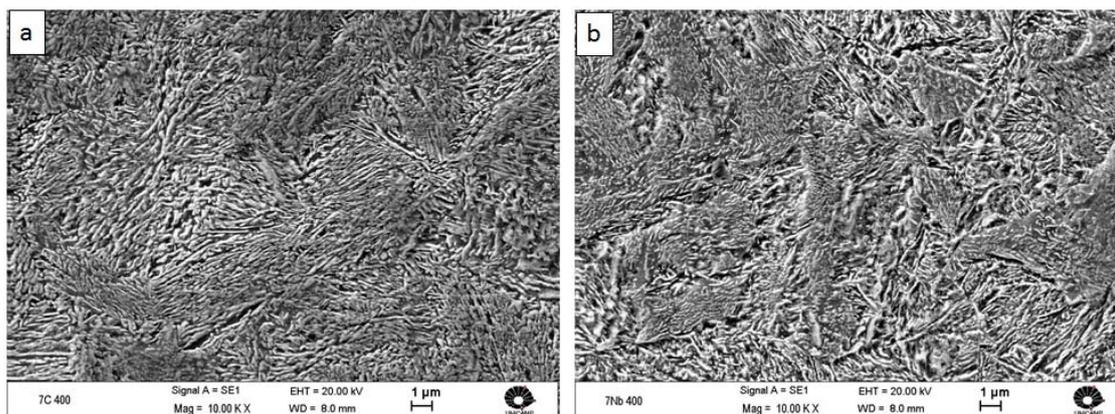


**Figura 6** – Ferrita e perlita observadas em amostras obtidas isotermicamente a 600 °C dos aços 7C (a) e 7Nb (b).

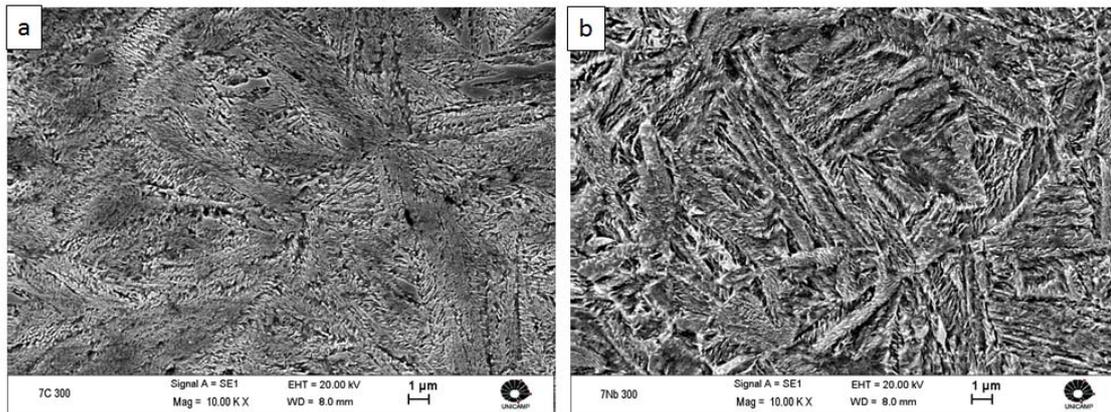
A partir de 500°C é possível observar o aparecimento de uma estrutura eutetóide possivelmente de estrutura bainítica, seta vermelha, no aço 7C e uma estrutura mista no aço 7Nb, figura 7.



**Figura 7** – Estrutura eutetóide mista, possível bainita indicada pela seta vermelha e perlita seta amarela, observadas em amostras obtidas isotermicamente a 500 °C dos aços 7C (a) e 7Nb (b).



**Figura 8** – Estrutura eutetóide (bainita) observadas em amostras obtidas isotermicamente a 400°C dos aços 7C (a) e 7Nb (b).

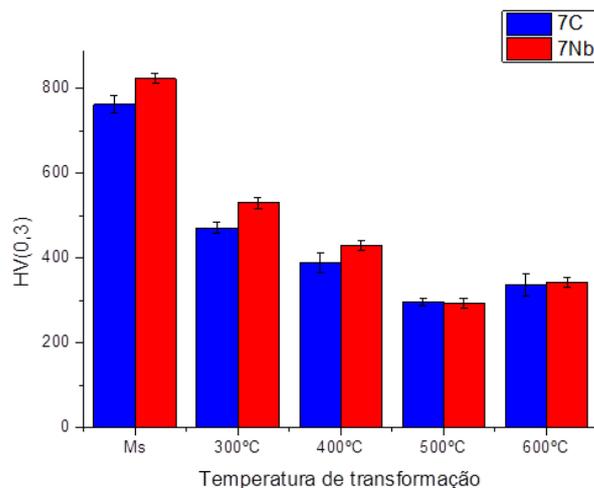


**Figura 9** - Estrutura eutetóide (bainita) observada em amostras obtidas isotermicamente a 300 °C dos aços 7C (a) e 7Nb (b).

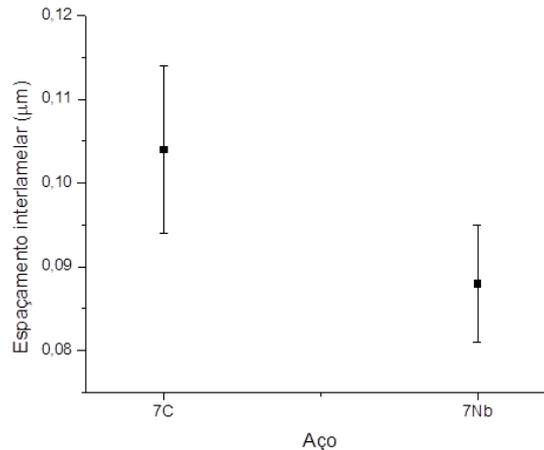
Nas figuras 8 e 9, nota-se a presença de uma estrutura bainítica.

O aço 7Nb apresentou a mesma dureza que o aço 7C na região perlítica (figura 10). O espaçamento interlamelar da perlita transformada a 600°C está indicado na figura 11. Nota-se uma diminuição do valor no espaçamento interlamelar da perlita para o aço microligado na razão de 15% em comparação com o aço não microligado. Fonseca [11] e Mei [9] encontraram os mesmo efeitos para a adição de Nb sobre o espaçamento interlamelar da perlita.

Porém, na região de formação de bainita o aço microligado apresentou dureza ligeiramente superior, acontecendo o mesmo na região de martensita. Como o aço tinha um alto teor de carbono é possível que tenha ocorrido a presença de austenita retida junto com a martensita, fato que será investigado por difração de raios-X. Para temperaturas acima de 600°C, onde existe a formação de estrutura perlítica/ferrítica, não houve variações significativas de dureza nos produtos transformados entre os dois aços. O mesmo foi encontrado por Fonseca [11] ao analisar os produtos obtidos por resfriamento contínuo de dois aços similares nas regiões de formação de estrutura perlítica/ferrítica.

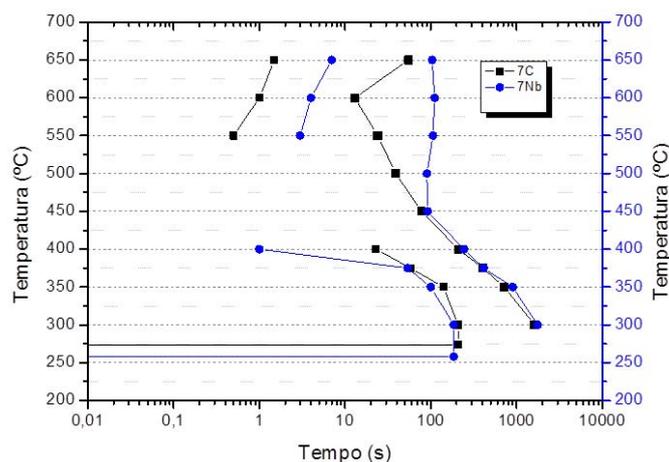


**Figura 10.** Microdureza Vickers com carga de 0,3 kgf para temperaturas selecionadas dos aços 7C e 7Nb.



**Figura 11.** Espaçamento interlamelar da perlita a 600°C para os aços 7C e 7Nb.

A partir dos resultados anteriores foi possível construir os diagramas de transformações isotérmicas (TTT), figura 12, para os aços 7C e 7Nb. Cada curva indica os tempos necessários para se alcançar 5% e 95% de transformação, respectivamente, a uma dada temperatura e a temperatura Ms é indicada como uma linha horizontal.



**Figura 12** – Diagrama de transformação isotérmica para os aços 7C e 7Nb.

Comparando-se os diagramas TTT para os aços 7C e 7Nb observou-se que a adição dos elementos de liga (nióbio-molibdênio) atrasou a decomposição da austenita. Este efeito foi mais pronunciado para a região perlítica do diagrama, ou seja, temperaturas acima do nariz da curva (550 a 650 °C), onde os tempos de início e fim de transformações da austenita para o aço 7Nb foram da ordem de 4 a 5 vezes maiores que para o aço 7C.

Resultados semelhantes ao deste trabalho foram obtidos por Park [12] ao estudar o efeito do molibdênio e Mei [9] e Cao [13] ao estudarem o efeito do nióbio, respectivamente, sobre as curvas de transformação isotérmica de alguns aços.

Park [11] observou que elementos de liga como manganês, cromo e molibdênio atrasam a decomposição da austenita em aços eutetóides, sendo o atraso tanto maior quanto maior a quantidade de elementos de liga presentes no aço.

Uma vez que o aço 7Nb contém 0,1% em peso de molibdênio, este elemento, segundo Park [11], agiria em temperaturas acima do nariz da curva do diagrama

TTT (650 a 500 °C), diminuindo a difusão do carbono, suprimindo de forma mais acentuada a transformação perlítica do que a reação bainítica.

Mei [10] avaliou o efeito do nióbio sobre o diagrama de transformação isotérmica de dois aços eutetóides, um microligado ao nióbio e outro não, com o mesmo tamanho de grão austenítico prévio, e verificou que, quando a temperatura de austenitização não causava a dissolução dos precipitados no aço microligado o efeito do nióbio na cinética de transformação austenita/perlita era desprezível, porém, ao se elevar a temperatura de austenitização, causando a dissolução completa dos precipitados de carboneto de nióbio, era possível notar um atraso da ordem de 10 vezes àquele encontrado anteriormente.

Cao [12] encontrou resultados semelhantes aos de Mei [10] em aços de baixo carbono quando o nióbio estava solubilizado na matriz austenítica.

Hutchinson [14] avaliou a efetividade do nióbio, tanto por solução sólida como na forma de carbonetos precipitados, em restringir o movimento de contornos de grão e a difusão de carbono, sugerindo que o nióbio é tão mais efetivo nesse aspecto quando é encontrado disperso em uma rede fina de precipitados de NbC ou quando este apresenta em solução sólida uma relação Nb/C >1 em peso.

Para o aço 7Nb a temperatura de solubilização do carboneto de nióbio estimada através da equação proposta por Palmiere [15] é de 1150 °C, ou seja, a 900°C somente um terço do total de nióbio do aço 7Nb estaria presente em solução sólida na austenita e o restante presente na forma de carbonetos precipitados.

A influência da temperatura de austenitização (900 °C) imposta no ciclo térmico utilizado neste trabalho sobre os precipitados de nióbio levaria a não solubilização completa dos mesmos e a um possível coalescimento desses precipitados, o que poderia explicar a pequena diferença entre os tamanhos de grão austenítico entre os aços 7C e 7Nb.

#### 4 CONCLUSÃO

Para aços com 0,7 % de carbono microligados ou não com nióbio e molibdênio e tratados isotermicamente observou-se que:

- Na região de transformação austenita/perlita (550 a 650 °C) o atraso observado pela adição dos elementos microligantes foi da ordem de 4 vezes. Estes resultados são consistentes com os obtidos por outros autores em aços semelhantes. Nesta mesma região detectou-se uma pequena fração volumétrica de ferrita, sendo maior no aço microligado em relação ao não microligado (3 e 1 %, respectivamente). Nas amostras obtidas nestas temperaturas não se observou diferença significativa na dureza dos aços com e sem microligantes

- Para a perlita transformada a 600°C foi possível observar uma diminuição do espaçamento interlamelar no aço microligado, consistente com outros trabalhos da literatura.

- Na região de formação de bainita (300 a 450 °C) não se observou efeito significativo nos tempos de formação da mesma pela microadição de nióbio e molibdênio no aço, porém a dureza encontrada foi maior nas amostras de aços microligados, fator que deverá ser mais bem estudado futuramente.

## Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer à Fapesp, CNPq, Capes e a MWL do Brasil pelo suporte financeiro no decorrer deste projeto e ao laboratório de transformações de fases da Poli USP pela disponibilidade do equipamento.

## REFERÊNCIAS

- 1 FLEURY P. Coleção de Estudos sobre diretrizes para uma economia verde no Brasil: Logística no Brasil - situação atual e transição para uma economia verde. Fundação Bras para o Desenvol Sustentável 2011.
- 2 SEO JW., KWON SJ., JUN HK., LEE DH. Effects of residual stress and shape of web plate on the fatigue life of railway wheels. Eng Fail Anal 2009;6:2493–507.
- 3 MINICUCCI DJ. Avaliação de Tensões por Ultra-som no Aro de Rodas Ferroviárias Forjadas Novas – Classe C. Universidade Estadual de Campinas, 2003.
- 4 Pereira A, Cunha A. Caracterização mecânica e microestrutural de aços médio carbono microligados ao nióbio e molibdênio Caracterização mecânica e microestrutural de aços médio carbono microligados ao nióbio e molibdênio 2013.
- 5 Kop T, Sietsma J, Zwaag S Van Der. Dilatometric analysis of phase transformations in hypo-eutectoid steels. J Mater Sci 2001;6:519–26.
- 6 Technical AAR, Division S, Committee W, Qualification AB. AAR Manual of Standards and Recommended Practices Wheels and Axles WHEELS , CARBON STEEL Adopted : 1962 ; Last Revised : 2011 AAR Manual of Standards and Recommended Practices 2011:21–60.
- 7 Mohapatra G, Sommer F, Mittemeijer EJ. A temperature correction procedure for temperature inhomogeneity in dilatometer specimens. Thermochim Acta 2007;453:57–66. doi:10.1016/j.tca.2006.11.009.
- 8 Mittemeijer E. Analysis of the kinetics of phase transformations. J Mater Sci 1992;27:3977–87.
- 9 Mei PR. Efeitos da adição de nióbio na estrutura e propriedades dos aços com médio e alto teor de carbono. Universidade Estadual de Campinas, 1983.
- 10 Silva AL da C e, Mei PR. Aços e Ligas Especiais. 3º ed. Blucher; 2010.
- 11 Fonseca ST da. Efeito de adições de vanádio, nióbio e molibdênio na estrutura e propriedades mecânicas de aços com 0,7 % C utilizados na fabricação de rodas ferroviárias. Universidade Estadual de Campinas, 2015.
- 12 Park Y, Fletcher F. Effects of manganese, chromium, and molybdenum on the isothermal transformation of austenite in eutectoid steels. J Heat Treat 1986;4.
- 13 CAO J chun, LIU Q y., YONG Q long, SUN X j. Effect of Niobium on Isothermal Transformation of Austenite to Ferrite in HSLA Low-Carbon Steel. J Iron Steel Res Int 2007;14:52–6. doi:10.1016/S1006-706X(07)60043-0.
- 14 Hutchinson C, Zurob H, Sinclair C, Brechet Y. The comparative effectiveness of Nb solute and NbC precipitates at impeding grain-boundary motion in Nb steels. Scr Mater 2008;59:635–7. doi:10.1016/j.scriptamat.2008.05.036.
- 15 Palmiere EJ, Garcia CI, Deardo AJ. Compositional and Microstructural Changes Which Attend Reheating and Grain Coarsening in Steels Containing Niobium 1994;25:277–86.