

O EFEITO DO TAMANHO DE GRÃO ULTRAFINO NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DO AÇO Nb-Ti OBTIDO POR LAMINAÇÃO A MORNO E RECOZIMENTO INTER E SUBCRÍTICO ¹

Hezio Rosa da Silva²
Luciana Helena Reis Braga³
Paulo César Matos Rodrigues⁴
Dagoberto Brandão Santos⁵

Resumo

A obtenção de aços de baixo teor de carbono microligados pelo processamento termomecânico visando uma alta resistência mecânica e alta tenacidade a baixas temperaturas, com boas características de ductilidade e soldabilidade, tem sido o grande objetivo da produção industrial desses materiais. Uma vez que a redução do tamanho de grão ferrítico é o único mecanismo capaz de aumentar a resistência mecânica e manter uma boa tenacidade, a produção de aços de grão ferrítico ultrafino torna-se importante. Por outro lado, o comportamento desses materiais de granulação ultrafina quando deformados plasticamente tem-se mostrado bastante interessante. Por exemplo, o alongamento uniforme aumenta com a redução do tamanho de grão ferrítico ao mesmo tempo em que se reduz a razão elástica. Assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar o comportamento mecânico em um aço microligado baixo carbono (0,11% C, 1,41% Mn, 0,028%Nb e 0,012%Ti) de grão ferrítico ultrafino, obtido através de tratamentos térmicos de têmpera, laminação a morno e recozimento intercrítico e subcrítico. A evolução do tamanho de grão ferrítico do aço recozido a 550 e 800°C, após os tratamentos térmicos e mecânicos, foi verificada por metalografia quantitativa. Para avaliar o comportamento mecânico foram realizados testes de microdureza Vickers. Os valores de tamanho de grão ferrítico variaram até 29% entre o primeiro e o último tempo de recozimento. A dureza para o aço constituído por matriz ferrítica e dispersão de carbonetos nanométricos mostrou um acréscimo de 25% quando comparada com o aço na condição de fornecimento.

Palavras-chave: Grão ultrafino; Recozimento intercrítico; Laminação a morno; Cementita.

THE ULTRAFINE GRAIN SIZE EFFECT ON MECHANICAL BEHAVIOR OF A Nb-TI STEEL PROCESSED BY WARM ROLLING AND INTERCRITICAL AND SUBCRITICAL ANNEALING

Abstracts

The ferritic grain refinement is a powerful mechanism to improve mechanical properties of low carbon steels providing steels with high strength and toughness at low temperatures and good weldability characteristics. The grain size refining is the unique mechanism capable of to increase both mechanical strength and toughness. The steel with an ultra-fine ferrite grained structure must show a better relationship between mechanical strength, ductility and toughness, while the low carbon content enhances good welding characteristics. The objective of this work was to investigate the mechanical behavior of a microalloyed low carbon-manganese (0,11%C, 1,41%Mn, 0,028%Nb e 0,012%Ti) steel with ultra-fine grains produced through thermal treatment, warm rolling, followed by sub and intercritical annealing. After quenching in ice brine, steel samples were submitted to warm rolling at 700°C, with three pass of 0.23 true strain thickness reduction and air cooled. The following intercritical annealing treatment was done at 550 or 800°C for soaking times from 5 up to 120 min. The mechanical behavior of the steel was estimated using hardness tests. The mechanical strength and hardness obtained after all processing have shown a 20% increasing when compared with results from the steel in as hot rolling industrial condition.

Key words: Warm rolling; Ultra-fine grain; Hardness; Sub critical annealing.

¹ Seminário de Laminação da ABM – Curitiba – PR – 12-15 de Outubro de 2006

² Engenheiro da Petrobrás – Betim, MG. Aluno do Curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da UFMG

³ Aluna de graduação em Engenharia Metalúrgica do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Engenharia da UFMG

⁴ Sócio da ABM - Professor Adjunto do Departamento de Engenharia Mecânica EE.UFMG

⁵ Sócio da ABM - Professor Adjunto do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais EE.UFMG.

1 INTRODUÇÃO

Um dos objetivos no desenvolvimento de aços de baixo carbono tem sido o refinamento de grão ferrítico, o que confere ao aço alta resistência mecânica e tenacidade, baixa temperatura de transição e boa soldabilidade.^[1] Elementos microligantes adicionados tais como Nb e Ti, precipitam-se como carbonetos durante o processamento termomecânico, possibilitando um melhor controle da microestrutura austenítica e ferrítica. Esses aços são empregados na indústria automobilística, na fabricação de gasodutos e oleodutos de grande diâmetro, de navios e plataformas de exploração de petróleo.^[1-4] Contudo, industrialmente um tamanho de grão ferrítico mínimo da ordem de 5 μm tem sido o limite alcançado.^[4] Há várias rotas de processamento para obtenção de estrutura ferrítica ultrafina, da ordem de 1 μm , e vários tipos de aço podem ser trabalhados para obtê-la.^[5-13] Processos de deformação intensa,^[5] como colaminação seqüencial^[7] e extrusão em canais eqüiangulares,^[13] moagem de alta intensidade^[8] ou transformações de fases como a formação de ferrita induzida por deformação plástica,^[10] são alguns exemplos. Entretanto, tais processos apresentam limitações do ponto de vista industrial. Processamentos utilizando deformação a morno e recozimentos intercríticos têm sido aplicados para gerar ferrita ultrafina com relativo sucesso,^[6,11] e a sua extensão para o processamento industrial é viável. Trabalhos recentes têm demonstrado que a combinação de carbonetos dispersos na matriz ferrítica produz um aumento de resistência mecânica, aliada a uma considerável ductilidade.^[9,14-16] O objetivo do presente trabalho foi obter uma matriz ferrítica de granulação ultrafina em aço Nb-Ti contendo como segundo constituinte a martensita-austenita (MA), ou cementita. Tal comparação ainda não foi relatada na literatura para um mesmo aço, e principalmente, pela rota de laminação a morno e recozimentos aqui empregada.

2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A composição química do aço investigado é dada na tabela 1. Inicialmente, amostras com dimensões de 16x40x50 mm foram austenitizadas a 900°C e temperadas em salmoura e gelo. O tamanho de grão austenítico prévio foi medido pelo método do intercepto linear em amostras atacadas com reativo de ácido pícrico. Após a têmpera, as amostras foram aquecidas por um período de 30 min a 740°C e laminadas em um laminador de laboratório a 700°C, em três passes de 20% de redução. A temperatura foi controlada por um termopar tipo K, inserido no centro de uma amostra laminada. As temperaturas críticas de transformação de fases desse aço foram obtidas de trabalho anteriormente publicado.^[11]

Tabela 1. Composição química do aço utilizado (% peso).

Elemento	C	Mn	Si	Al	P	S	Nb	Ti
Teor	0,11	1,41	0,29	0,022	0,025	0,008	0,028	0,012

Após o último passe, as amostras foram resfriadas ao ar. O recozimento intercrítico seguinte consistiu em aquecer as amostras laminadas a morno em tempos variados e em temperaturas constantes de 550 ou 800°C, seguido de resfriamento ao ar. Todo o processamento está esquematizado na Figura 1. O tamanho de grão ferrítico foi medido em um analisador de imagens pela área de cada grão em fotomicrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura (MEV) com aumento de 2000X.

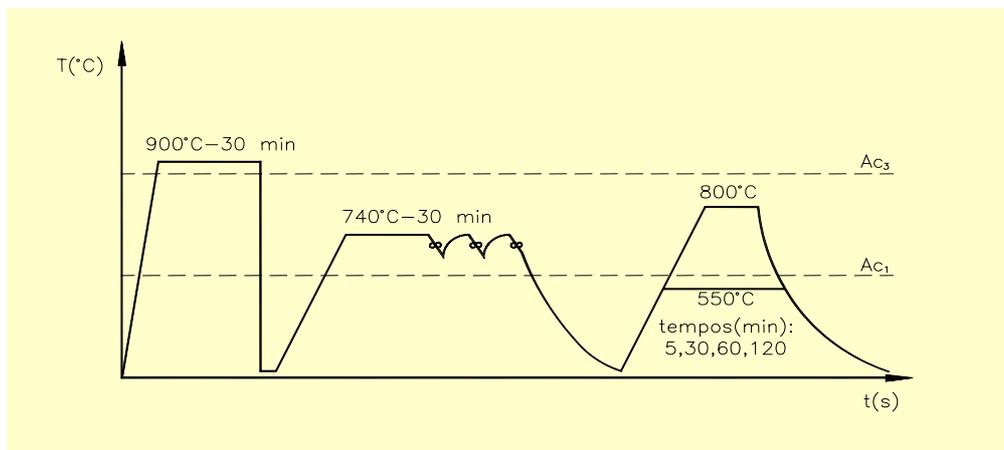


Figura 1. Esquema de processamento térmico e mecânico aplicado ao material investigado.

Foram medidos no mínimo duzentos grãos por amostra e os dados foram analisados conforme ASTM E112 e E562-83. A microestrutura das amostras, após recozimento, foi caracterizada por microscopia óptica e eletrônica de varredura mediante ataque com reativos nital 2% e LePera.^[11] Os percentuais de MA, carbonetos e ferrita foram avaliados por microscopia óptica. Medições de microdureza Vickers foram realizadas com carga de 2,94 N (300 gf) utilizando-se as mesmas amostras da análise metalográfica.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Têmpera

A têmpera a partir de 900°C, produziu uma microestrutura praticamente martensítica. De forma localizada, houve formação de ferrita próeutetóide nos contornos de grãos austeníticos, Figura 2a, alcançando-se uma dureza de 360 HV. O objetivo da têmpera foi obter uma microestrutura metaestável visando aumentar a taxa de nucleação da ferrita^[6] durante a laminação a morno e no recozimento subsequente.^[11] O tamanho de grão austenítico prévio obtido foi 10,1 µm (Figura 2b).

3.2 Laminação a Morno Seguida de Têmpera

A amostra que foi resfriada bruscamente logo após a laminação a morno apresentou uma microestrutura encruada, com ilhas de martensita sobre matriz ferrítica, Figuras 3,4, indicando que a temperatura de laminação não foi insuficiente para iniciar a recristalização; a subestrutura da ferrita é ilustrada na Figura 4b. A austenita, com o aquecimento para a laminação, se formou nos contornos de grãos ferríticos, Figura 4a,b.

3.3 Recozimento Intercrítico e Subcrítico – Microestrutura

A evolução microestrutural em função do tempo de recozimento pode ser observada na figura 5. A Figura 5a (recozimento a 550°C) apresenta uma estrutura ferrítica bastante encruada com alta densidade de carbonetos localmente concentrados, enquanto que na Figura 5b estes apresentam uma melhor distribuição, tendendo

para a forma esférica. Heterogeneidades na microestrutura podem ter resultado da quantidade de redução total insuficiente para deformar toda a espessura da tira e da deformação na zona intercrítica, o que leva a uma recuperação da estrutura ferrítica deformada heterogeneamente.^[14-16]

A taxa de nucleação e crescimento de novos grãos aumenta com a temperatura de recozimento e a intensidade da deformação.^[17,18] O tempo de recozimento exerce grande influência no processo de recristalização, o que pode ser observado na seqüência de fotomicrografias 5a-d. Com o tempo de recozimento crescente, a recristalização ocorre em maior intensidade e de forma mais homogênea seguido de posterior crescimento de grão. Na laminação a morno acumula-se menos energia que na laminação a frio; portanto, a recristalização de aços laminados a morno requer maiores temperaturas ou maiores tempos de recozimento que os laminados a frio.^[18-20]

No material laminado a morno e com uma deformação real máxima de 0,67, a energia acumulada durante o encruamento foi insuficiente para que, na temperatura de 800°C e tempos entre 5-30 min, ocorresse recristalização completa e homogênea da ferrita. A parte encruada recristaliza primeiro devido ao acúmulo de energia mais pronunciado. Para tempos curtos, ocorre uma recristalização não homogênea. É importante observar que simultaneamente ao recozimento da ferrita ocorre a formação da austenita, que por sua vez, interage com a ferrita impedindo o seu crescimento, Figura 5d. Para o material recozido a 550°C esse papel é exercido pelas partículas de cementita.^[16] Quanto maior foi o tempo de recozimento, maior foi o tamanho de grão ferrítico gerado. Após essa etapa foi possível obter um considerável refinamento da microestrutura e uma significativa homogeneidade desta, mesmo para o recozimento a 550°C. Nesse caso, o aço passa por uma intensa etapa de recuperação e muito pouca recristalização. Observação cuidadosa da figura 5b permite identificar os grãos recristalizados de ferrita.

As fotomicrografias da figura 6 referem-se às mesmas amostras da figura 5 atacadas com o reativo de LePera. As regiões claras correspondem ao constituinte MA, enquanto que as escuras representam carbonetos de ferro ou até mesmo regiões perlíticas, a ferrita aparece em cinza claro. A fração volumétrica encontrada para MA a 800°C praticamente não varia com o tempo de recozimento (Figura 7). Isso pode ser explicado pela maior formação de austenita em função do tempo, que por sua vez, se enriquece em carbono e manganês levando a um aumento de sua temperabilidade.^[18,21] Esta se transforma em MA no resfriamento ao ar subsequente. Contudo, após o recozimento a 800°C o percentual de MA tende a saturação (Figura 7). Apesar da maior homogeneização da austenita, esta tem tempo suficiente para coalescer, formando ilhas maiores de MA (Figura 5d).

A fração de MA presente nas amostras recozidas a 550°C refere-se aquela presente após a laminação a morno, é bastante discreta, Figuras 5a,b. O aquecimento a 550°C decompõe MA em ferrita e carbonetos muito finos (quarta etapa do revenimento).

3.4 Dureza e Comportamento Mecânico

A dureza do aço em função do tempo de recozimento é mostrada nas Figuras 7 e 8. Observa-se que o tempo recozimento tem forte influência sobre a dureza, uma vez que leva a alteração significativa na microestrutura. Na Figura 8 estão plotados os dados de microdureza em função da evolução do tamanho de grão ferrítico.

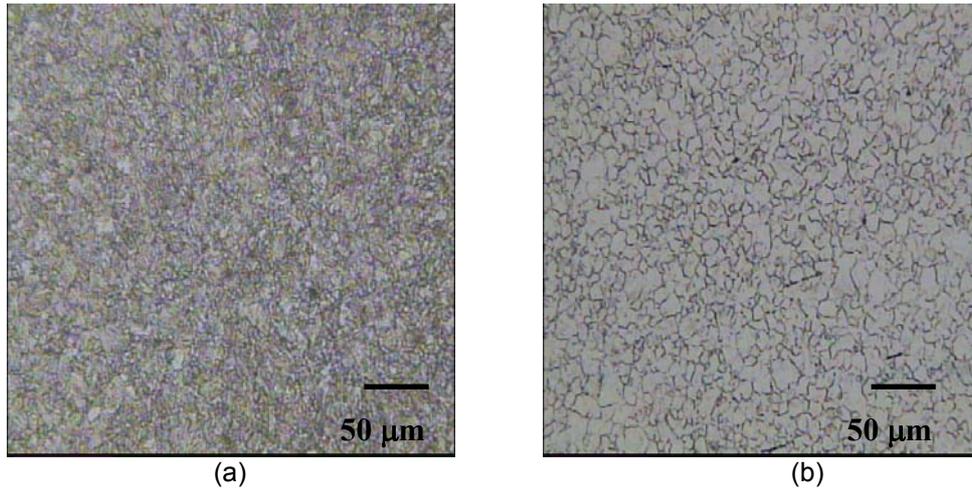


Figura 2. Amostra temperada em salmoura a partir de 900°C. Ataque com nital 2% (a) e ácido pícrico e sabão teepol (b). Tamanho de grão austenítico de 10,1 µm.

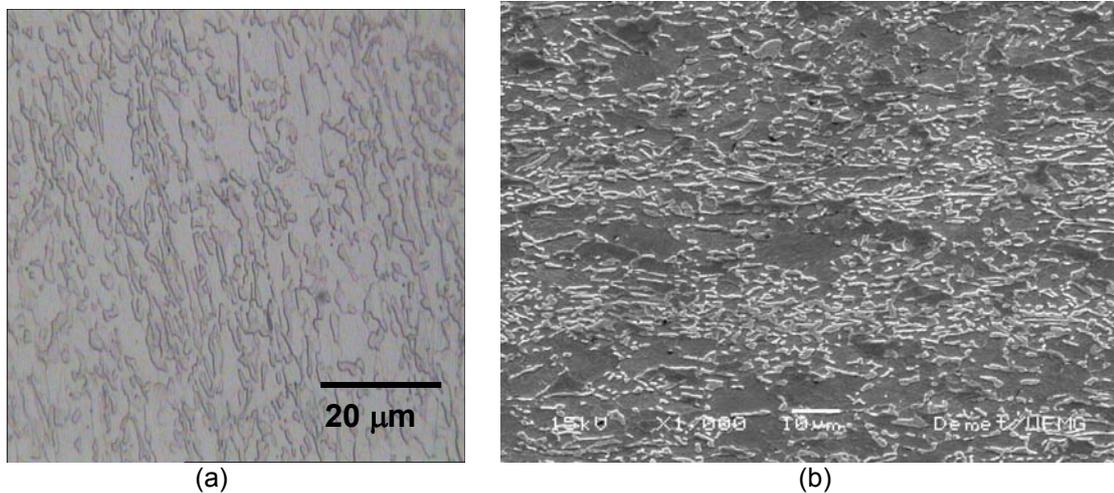


Figura 3. Amostra temperada em água a partir de 700°C, após a laminação a morno com deformação verdadeira de 0,66. Ataque com nital 2%. MO -1000X (a) e MEV (b). Ilhas de martensita sobre a matriz ferrítica.

O tamanho de grão contribui inversamente para a dureza. Entre o primeiro e o último tempo de recozimento observou-se um acréscimo de 29% no tamanho de grão ferrítico e uma redução de 9% na dureza. Ao longo do tempo de recozimento observa-se um crescimento contínuo da ferrita e redução da microdureza Vickers, a qual pode ser relacionada com a resistência mecânica através da equação: $LR \text{ (MPa)} = -32 + 3,0 \text{ HV}$; $R = 98\%$ (1). ^[22]

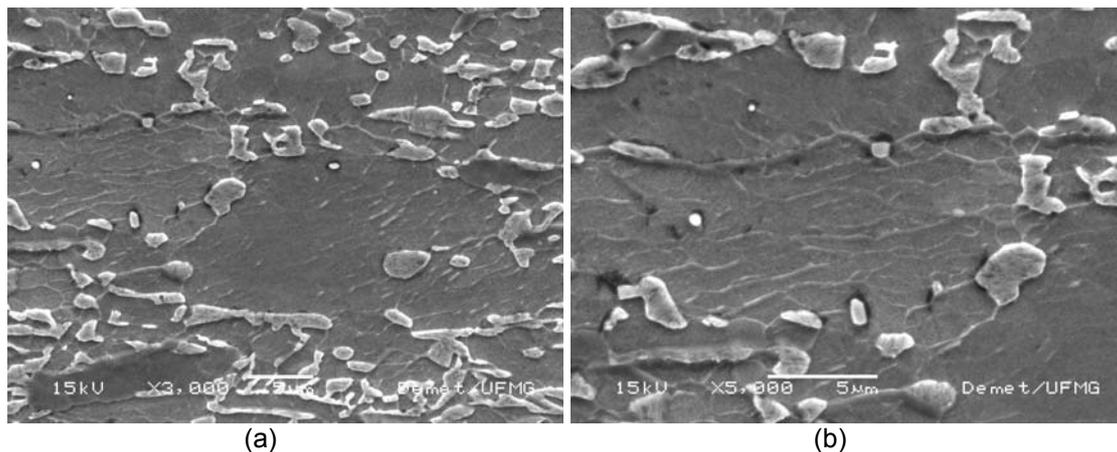


Figura 4. Amostra após laminação a morno e deformação verdadeira de 0,66. Ataque: nital 2%. MEV. Ilhas de martensita sobre matriz ferrítica e carbonetos dispersos. Detalhes da subestrutura da ferrita (b).

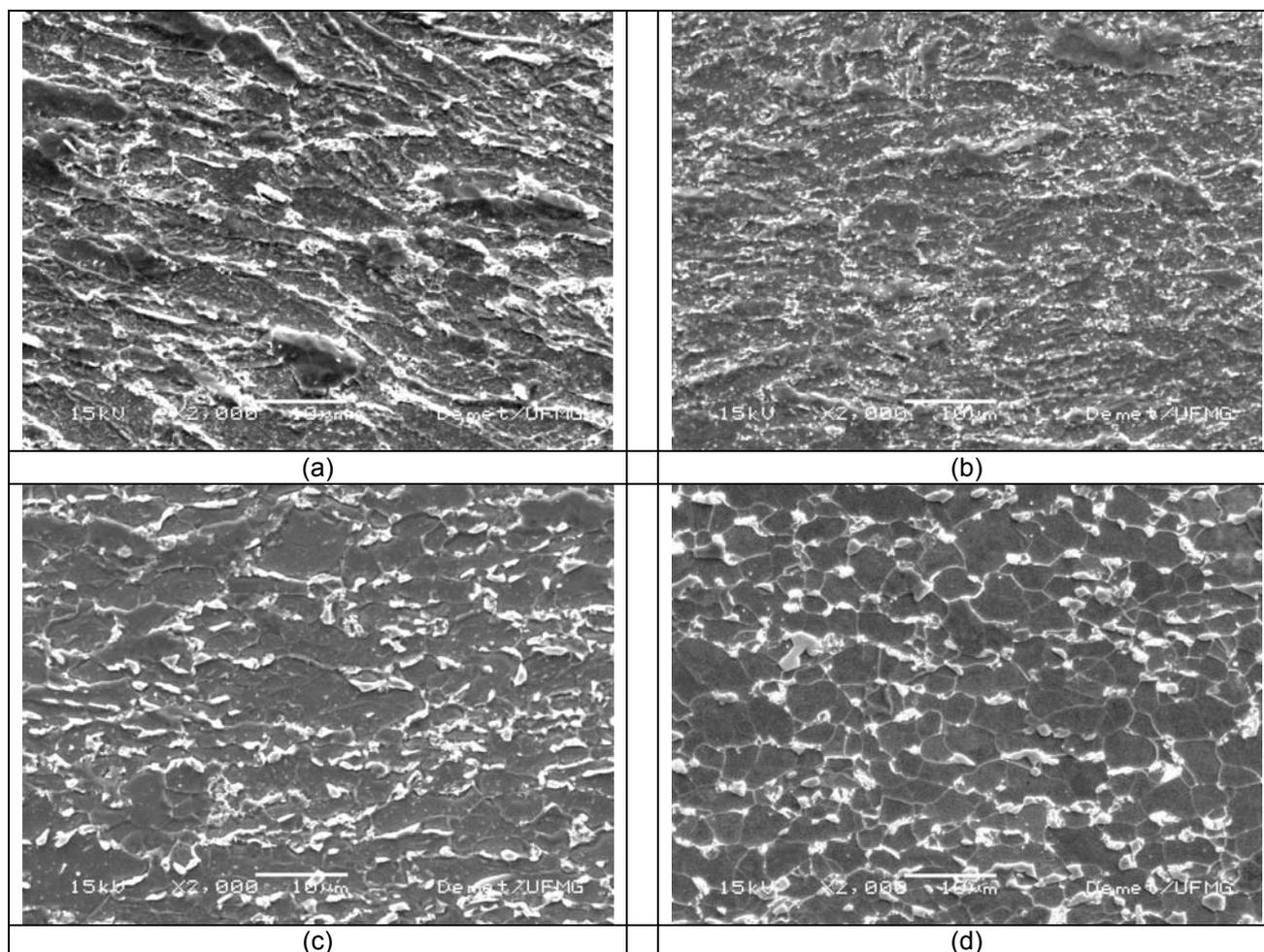


Figura 5. Amostras recozidas 550°C / 300 s (a,b) e 800°C / 7200 s (c,d) após laminação a morno ($\epsilon_v = 0,66$). Ataque: nital 2%. MEV. Matriz ferrítica com carbonetos dispersos (a,b) e ilhas do constituinte MA (c,d). Também se observa a formação de perlita para tempos longos de recozimento a 800°C (d).

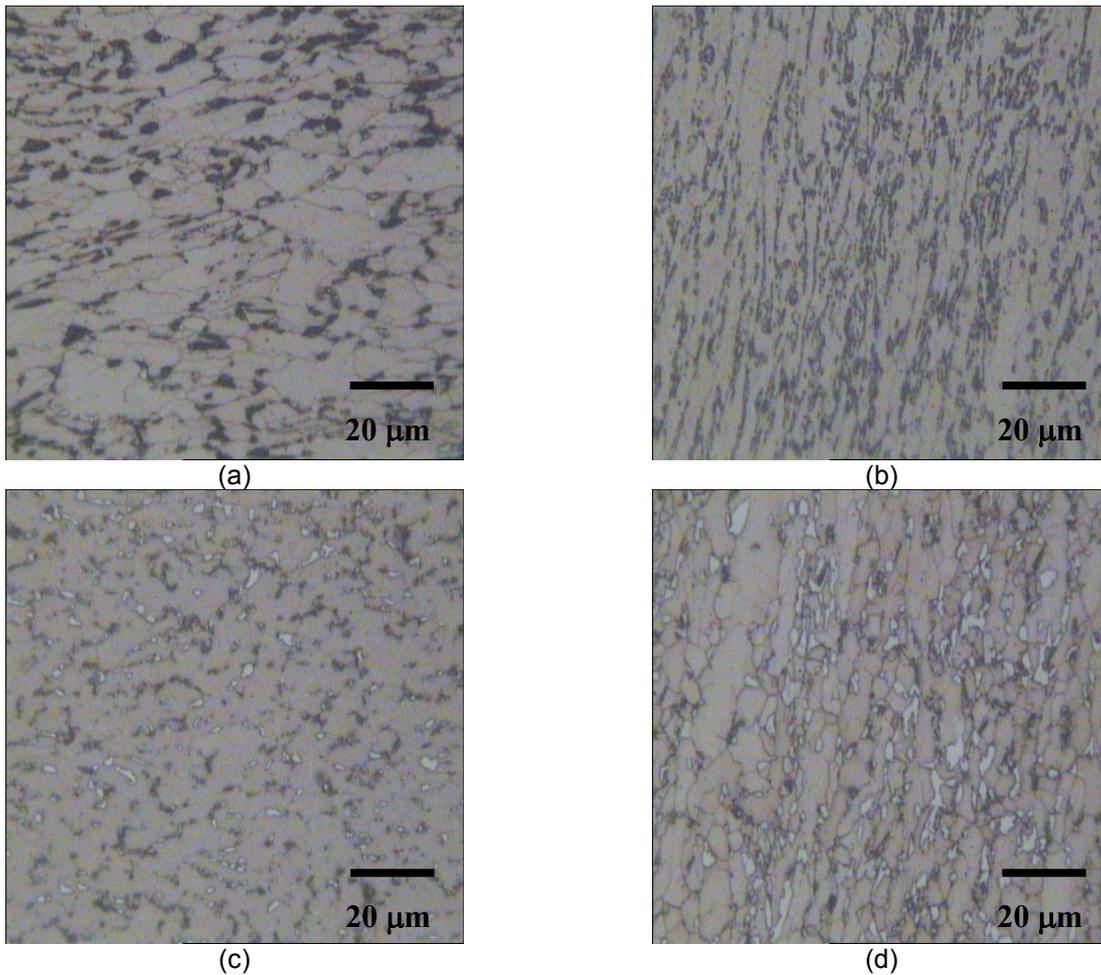


Figura 6. Fotomicrografias óptica de amostras laminadas a morno e recozidas a 550°C (a,b) e 800°C (c,d). Tempos de encharque (a,c) 5 min (b,d) 120 min. Ataque com reativo de LePera.

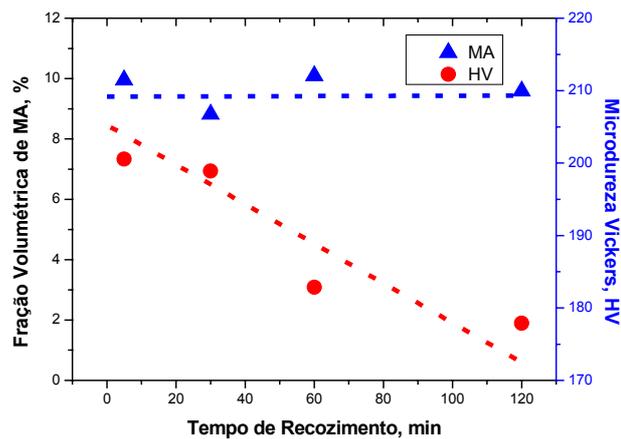


Figura 7. Microdureza e fração volumétrica de MA em função do tempo de recozimento 800°C.

Essa relação fornece valores de LR compreendidos entre 493-630 MPa, para o menor e maior tempo de recozimento a 550°C.

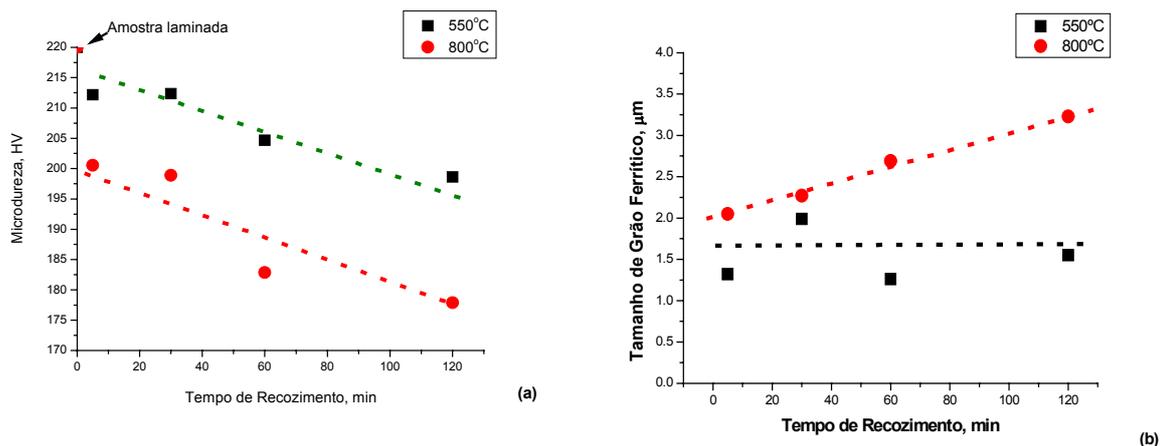


Figura 8. Microdureza Vickers (a) e tamanho de grão ferrítico (b) em função do tempo de recozimento para as temperaturas de 550°C e 800°C.

A principal diferença microestrutural entre as duas condições de recozimento acontece entre as frações volumétricas de MA e carbonetos, ou seja, os carbonetos prevalecem para o aço recozido subcriticamente, enquanto MA prevalece para o recozimento intercrítico. A continuidade do presente trabalho compreende os ensaios de tração e de impacto para avaliação do encruamento e tenacidade relativas às duas constituições microestruturais.

4 CONCLUSÕES

O tamanho de grão ferrítico médio obtido situou-se entre 1,3 e 3,8 µm, para o menor e maior tempo de recozimento, respectivamente, atingindo-se um nível máximo de refinamento de 87% partindo-se de um tamanho de grão austenítico prévio de 10,1 µm. A dureza variou entre 175 e 220HV, demonstrando maior influência do tamanho de grão ferrítico que da fração volumétrica de constituinte MA. Comparativamente ao material no estado de fornecimento (laminado a quente – 187HV) houve um incremento de 20% nas propriedades mecânicas. A têmpera, a partir de 900°C, favoreceu a formação da microestrutura homogênea proporcionando uma alta taxa de nucleação após a deformação a morno. Os resultados indicam que é possível projetar uma liga com resistência à tração próxima de 630 MPa para 5 min de recozimento a 550°C ou um valor mais baixo para 120 min de recozimento, 570 MPa. Para o recozimento a 800°C esses valores são inferiores.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, através do Fundo Verde Amarelo, Projeto 400609/2004-5 “*Novas Ligas Estruturais para a Indústria Automobilística*” pelo apoio financeiro a realização desse trabalho de pesquisa.

REFERÊNCIAS

- 1 GALIBOIS, A.; KRISHNADEV, M.; DUBÉ, A. Control of Grain Size and Substructure in Plain Carbon and High Strength Low Alloy Steel - The Problem and the Prospect. Metallurgical Transactions A, v. 10a, p. 985-995, 1979.

- 2 TANAKA, T. The four stages of the thermomechanical processing in HSLA steels. In: INT. CONF. ON HIGH STRENGTH LOW ALLOY STEELS. AIME/Australasian Inst. of Metals, Wollongong, Australia, 1984. p. 6-16
- 3 HORVATH, D.C.; FEKETE J.R. Opportunities and challenges for increased usage of advanced strength steels in automotive applications. Advanced high strength sheet steels for automotive applications. In: ADVANCED HIGH STRENGTH SHEET STEELS FOR AUTOMOTIVE APPLICATIONS. Colorado, USA, 2004. p. 3-10
- 4 De ARDO, A.J. New challenges in the thermomechanical processing of HSLA steels. Materials Science Forum, v. 426-432, p. 49-56, 2003.
- 5 R.Z. VALIEV, A.V. KORZNIKOV, R.R. MULYUKOV. Structure and properties of ultra-fine-grained materials produced by severe plastic deformation. Materials Science Engineering A, v. 168, n.2, p. 141-148, 1993.
- 6 HAYASHI T, SAITO M, TSUZAKI K, NAGAI K. Formation of equiaxed fine ferrite grain structures through warm forging of low carbon martensite. In: THE FOURTH INTERNATIONAL CONFERENCE ON RECRYSTALLIZATION AND RELATED PHENOMENA. The Japan Institute of Metals, 1999. p. 333-338
- 7 SAITO, Y.; UTSUNOMIYA, H.; TSUJI, N.; SAKAI, T. Novel ultra-high straining process for bulk materials development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. Acta Materialia, v. 47, n. 2, p.579-583, 1999.
- 8 HUMPHREYS, F.J.; PRANGNELL, P.B.; PRIESTNER, R. Fine-grained alloys by thermomechanical processing. Current Opinion in Solid State and Materials Science. v. 5, p. 15-12, 2001.
- 9 NAGAI, K. Ultrafine-grained ferrite with dispersed cementite particles. Journal of Materials Processing Technology, v. 117, n. 3, p. 329-332, 2001.
- 10 HURLEY, P.J.; MUDDLE, B.C.; HODGSON, P.D. The Production of Ultrafine Ferrite during Hot Torsion Testing of a 0.11 Wt Pct C Steel Metallurgical and Materials Transactions A, v. 33A, n. 9, p. 2985-2993, 2002.
- 11 SANTOS D.B.; BRUZUSZEK R.K.; RODRIGUES P.C.M.; PERELOMA E.V. Formation of Ultra-Fine Ferrite Microstructure in Warm Rolled and Annealed C-Mn Steel. Materials Science and Engineering A, v. 346, p. 189-195, 2003.
- 12 SUN, Z.Q.; YANG, W.Y.; QI, J.J.; HU, A.M. Deformation Enhanced Transformation and Dynamic Recrystallization of Ferrite in a Low Carbon Steel During Multipass Hot Deformation. Materials Science and Engineering A, v. 334, p. 201-206, 2002.
- 13 PARK, K.T.; HAN, S.Y.; AHN, B.D.; SHIN, D.H.; LEE, Y.K.; UM, K.K. Ultrafine Grained Dual-Phase Steel Fabricated by Equal Channel Angular Pressing and Subsequent Intercritical Annealing. Scripta Materialia, v. 51, p. 909-913, 2004.
- 14 OHMORI, A.; TORIZUKA, S.; NAGAI, K. Strain-hardening Due to Dispersed Cementite for Low Carbon Ultrafine-grained Steels. ISIJ International, n. 44, p. 1063-1070, 2004.
- 15 SONG, R.; PONGE, D.; RAABE, D. Improvement of the Work Hardening Rate of Ultrafine Grained Steels Through Second Phase Particles. Scripta Materialia, p. 1075-1080, n. 52, 2005.
- 16 ZHAO, M.C.; HANAMURA, T.; QIU, H.; NAGAI, K.; YANG, K. Grain growth and Hall-Petch relation in dual-sized ferrite/cementite steel with nano-sized cementite particles in heterogeneous and dense distribution. Scripta Materialia, v. 54, p. 1193-1197, 2006.

- 17 JIANG, Z.; GUAN, Z.; LIAN, J. Effects of Microstructural Variables on the Deformation Behavior of Dual-Phase Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 190, p. 55-64, 1995.
- 18 YANG D Z, BROWN E L, MATLOCK D K, KRAUSS G. Ferrite Recrystallization and Austenite Formation in Cold-Rolled Intercritically Annealed Steel. *Metallurgical Transactions A*, v. 16 A, p. 1385-1392, 1985.
- 19 GARCIA, C.I.; DeARDO, A.J. Formation of Austenite In 1.5 Pct Mn Steels. *Metallurgical Transactions A*, v. 12 A, p. 512-530, 1981.
- 20 HAWKINS, D.N.; SHUTTLEWORTH, A.A. The Effect of Warm Rolling on the Structure and Properties of Low-Carbon Steel. In: *INTERN. CONF. on WARM WORKING*. Sunderland, September 11 – 12, 1978. p. 333-345.
- 21 RAMOS, L.F.; MATLOCK, D.K.; KRAUSS G. On the Behavior of Dual-Phase Steels. *Metallurgical Transactions*, v. 10A, p. 259-261, 1979.
- 22 COTTA, A.B. Simulação da laminação Controlada e Resfriamento Acelerado em um Aço ARBL Bainítico de Baixo Carbono através de Ensaio de Torção. Tese de Doutorado. CPGEM-UFMG, 1998. 213 p.