

QUANTIFICAÇÃO DA FRAÇÃO RECRISTALIZADA DE FERRITA NO AÇO AISI 430 DURANTE O PROCESSO DE LAMINAÇÃO A QUENTE COM USO DE IMAGENS GERADAS POR EBSD¹

Willy Schuwarten Júnior²
Ronaldo A.N.M. Barbosa³

Resumo

O aço AISI 430 apresenta uma região bifásica com a presença de α (ferrita) e γ (austenita) nas temperaturas de laminação a quente. O erro na avaliação da fração recristalizada de ferrita no aço AISI 430 está no fato de que algumas vezes é muito difícil saber se o grão pode ser considerado recristalizado ou não. O espalhamento da orientação no interior de um grão (*Grain Orientation Spread*) é um dos parâmetros utilizados para a quantificação a fração deformada e a fração recristalizada, com o uso de imagens gerada por EBSD. Um cálculo é realizado pelo software OIM™ para se obter o valor de espalhamento da orientação do grão. Para quantificar a fração de cada fase presente, os parâmetros do software OIM™ precisam ser ajustados para quantificar a fração de martensita, fração de ferrita não recristalizada e fração de ferrita recristalizada. O uso de microscopia ótica para a quantificação da fração de ferrita recristalizada no aço AISI 430 após laminação a quente é impraticável. As fotomicrografias com o uso de luz polarizada melhoram a visualização em relação à microscopia ótica convencional, mas também não resolvem o problema. O uso do EBSD torna a quantificação da fração de ferrita recristalizada possível com resultados de maior confiabilidade e repetibilidade.

Palavras-chave: EBSD; Fração recristalizada; Ferrita; AISI 430.

QUANTIFYING RECRYSTALLIZED FRACTION OF FERRITE IN A AISI 430 STEEL DURING HOT ROLLING VIA EBSD IMAGING

Abstract

The AISI 430 steel presents a biphasic region with the presence of α (ferrite) and γ (austenite) in temperatures of the hot rolling. The error in evaluating the fraction of ferrite recrystallized in AISI 430 steel is in fact that is sometimes we have very difficult to know whether the grain can be considered recrystallized or not. The spreading of the direction in a grain is one of the parameters used to quantify the deformed fraction and recrystallized fraction, using images generated by EBSD. A calculation is performed by the software OIM™ to obtain the value of spreading in the grain. To quantify the fraction of each phase present, the parameters of the software OIM™ need to be adjusted to quantify the fraction of martensite, fraction of ferrite and not recrystallized fraction of ferrite. The use of optical microscopy to quantify the fraction of recrystallized ferrite in AISI 430 steel after the hot rolling is impractical. The photomicrographs with the use of polarized light improve the view in relation to conventional optical microscope, but do not solve the problem. The use of EBSD makes quantification of the fraction of ferrite recrystallized possible with results of greater reliability and repeatability.

Key words: EBSD; Recrystallized fraction; Ferrite, AISI 430.

¹ Contribuição técnica ao 45º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 21 a 24 de outubro de 2008, Ipojuca - Porto de Gainhas - PE

² Eng. Mecânico, M.Sc., Assistente Técnico da Gerência de Laminação de Tiras a Quente da ArcelorMittal Inox Brasil.

³ Eng. Mecânico, Ph.D., Professor do Curso de Pós Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais.

1 INTRODUÇÃO

A importância dos aços inoxidáveis ferríticos é inquestionável devido a sua boa resistência à corrosão, soldabilidade e estampabilidade. Esta família de aços inoxidáveis apresenta grande competitividade de custo frente aos aços da classe austenítica, devido à ausência ou pouca adição de níquel. Portanto, é importante conhecer as características dos aços da classe ferrítica de modo a se tirar o máximo proveito de suas propriedades.

A relevância científica deste trabalho está no desenvolvimento de uma metodologia sistêmica para a quantificação da fração recristalizada de ferrita do aço AISI 430 que é processado a quente na condição bifásica. O conhecimento da evolução da microestrutura deste aço na LTQ pode direcionar ações para redução dos níveis de estrias na bobina laminada a frio.

O objetivo deste trabalho é o desenvolvimento de uma metodologia para a quantificação da fração recristalizada de ferrita do aço AISI 430, que é processado a quente na condição bifásica. Isto vai permitir uma melhor caracterização da evolução da microestrutura deste aço na fase laminação a quente, direcionando assim, ações no processo da Laminação a Quente com foco na melhoria das propriedades finais da bobina laminada a frio.

2 MATERIAL E MÉTODOS

A adição de cromo em uma liga Fe-C é requisito básico para se obter uma liga de aço inoxidável. O aço inoxidável ferrítico pode ser considerado como o mais simples e o mais econômico dos inoxidáveis, apresentando um menor custo quando comparado com o aço inoxidável austenítico, em função da ausência ou pouca adição de Ni.

Os ferríticos são ligas compostas de ferro e cromo, com teores de cromo entre 10,5% a 27% (Figura 1). O aço inoxidável ferrítico pode, muitas vezes, competir em termos de estampabilidade e aspectos superficiais com a liga austenítica Fe-Cr-Ni, que contém uma maior quantidade de elementos de liga. Neste caso, a vantagem econômica dos ferríticos fica evidente. A fabricação de aços ferríticos, principalmente no caso do processo em laminador tipo Steckel, envolve alta tecnologia e os fabricantes que desejarem utilizar o máximo de suas capacidades, necessitam entender os detalhes de sua microestrutura e metalurgia, itens estes que governam suas propriedades extremamente atraentes.

A designação de aço inoxidável ferrítico se deve à sua estrutura na condição de peça recozida. A temperaturas elevadas, alguns desses aços podem apresentar, na verdade, uma estrutura “duplex”, ferrítica e austenítica, como, por exemplo, no caso do aço AISI 430. Em outros, dependendo do teor de cromo, de carbono, nitrogênio e de estabilizantes como nióbio e titânio, a estrutura pode permanecer totalmente ferrítica em todas as temperaturas.

O cromo é o elemento alfacêneo, isto é, que estabiliza a ferrita. Devido a esta característica, a faixa de temperatura de existência da austenita diminui rapidamente e para teores acima de 13%, a austenita não mais se forma. Para teores de cromo entre 12% e 13%, o material sofre somente a transformação parcial da ferrita, permanecendo bifásico (ferrita + austenita) entre as temperaturas de 900°C e 1200°C. A austenita apresenta alta temperabilidade e, quando resfriada a partir do campo bifásico, pode

facilmente se transformar em martensita, causando uma forte perda de tenacidade e ductilidade do material (Figura 1).

Os elementos C e N são gamagêneos e sua adição provoca um deslocamento dos limites da região da austenita para a direita (Figura 2). No resfriamento lento, mesmo que alguma austenita se forme, a estrutura será ferrítica com carbonetos e nitretos de cromo à temperatura ambiente. Se, porém, o resfriamento for rápido, a austenita se transformará em martensita, gerando uma estrutura bifásica após resfriamento. Neste caso, para que se mantenha a estrutura totalmente ferrítica, qualquer que seja a velocidade de resfriamento, devem-se reduzir os teores de C e N, estabilizar o aço ou aumentar o teor de Cr.

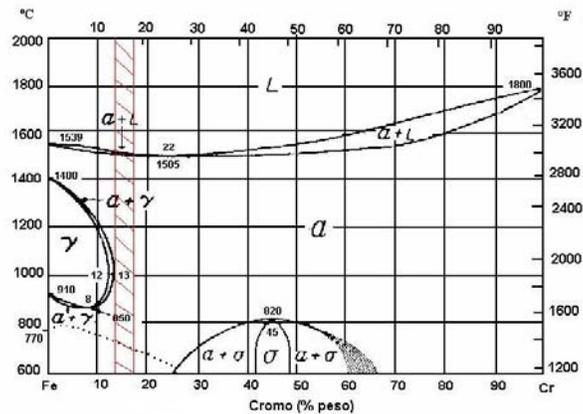


Figura 1 - Diagrama binário Fe-Cr.

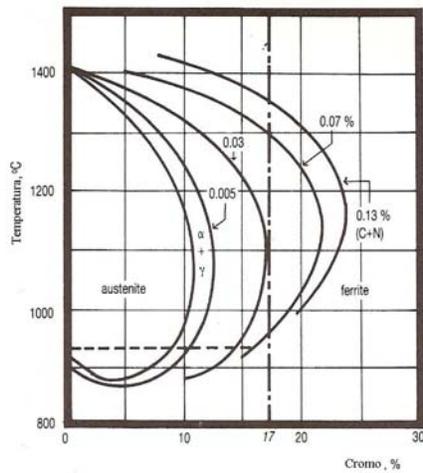


Figura 2 - Efeito do teor de carbono e nitrogênio (C+N) no campo bifásico do diagrama Fe-Cr.

O material utilizado neste trabalho é o aço inoxidável ferrítico AISI 430, retirado diretamente da linha de laminação a quente da ArcelorMittal Inox Brasil. Sua composição química média é dada por 0,05%C, 0,39%Mn, 0,35%Si, 16,17%Cr e 0,05%N, sendo todos os números em percentuais do peso.

O resultado da simulação com o uso do *software* Thermo-Calc para obtenção das fases presentes no equilíbrio do aço AISI 430 com a composição química citada, mostra uma região bifásica com a presença de α (ferrita) e γ (austenita) nas temperaturas entre 846°C e 1.272°C (Figura 3).

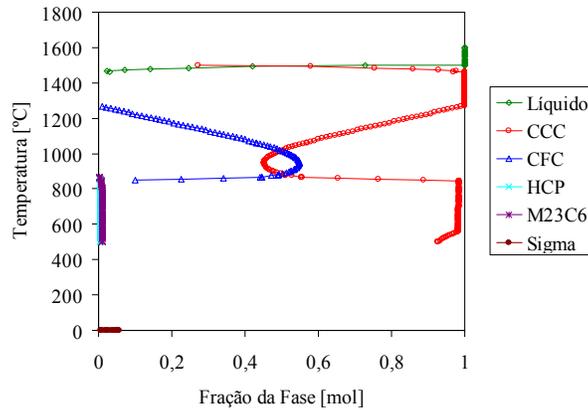


Figura 3 - Diagrama de equilíbrio do aço AISI 430 simulado por Thermo-Calc com a composição química 0,05%C, 0,39%Mn, 0,35%Si, 16,17%Cr e 0,05%N.

A Figura 4 mostra que o percentual de austenita em número de moles do aço AISI 430 vai variar durante o processo de laminação a quente. No forno de reaquecimento, com uma temperatura de desenformamento de 1.190°C, o percentual de austenita está em 17%. Durante a laminação de desbaste, que é realizada em torno de 1.130°C, o percentual de austenita sobe para 29%. No início da laminação de acabamento a 1.000°C, o percentual de austenita sobe para 52%, podendo chegar até a 55% nos passes finais que ocorrem em temperatura da ordem de 930°C.

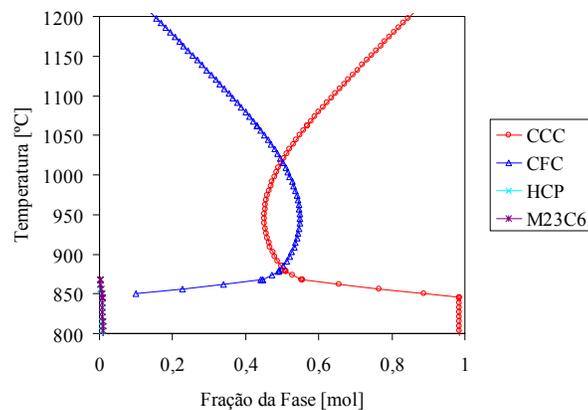


Figura 4 - Detalhe na faixa de temperatura de laminação de desbaste e acabamento.

2.1 Microscopia Ótica

As amostras retiradas da bobina, após a laminação de acabamento, foram cortadas com auxílio de um disco abrasivo refrigerado, embutidas em baquelite, lixadas, polidas e atacadas. Todas as análises metalográficas foram realizadas na seção longitudinal (direção de laminação) das amostras. Apenas as amostras do material proveniente do

laminador desbastador foram preparadas sem embutimento, devido à sua maior dimensão.



Figura 5 - Amostras para análise na microscopia ótica proveniente do laminador desbastador (esquerda) e da tira após laminação de acabamento (direita).

O lixamento foi realizado com o método manual por sucessivas lixas de granulometrias cada vez menores, mudando de direção (90°) em cada lixa subsequente, até desaparecerem os traços da lixa anterior. A seqüência utilizada foi de granulometria 120, 220, 320, 500 e 600. O polimento da amostra após a etapa de lixamento também foi realizado pelo método manual utilizando-se pano macio na seqüência de granulometria 6 a 3 micra. O reagente metalográfico utilizado para revelar a estrutura dos aços ferríticos foi Villela, com 95 ml de álcool etílico, 1g de ácido pícrico e 5ml de HCl. O ataque químico foi realizado por imersão à temperatura ambiente com um tempo de 120s com o objetivo de melhorar a revelação de contornos de grãos.

Um banco metalográfico da marca Leica equipado com uma câmera digital com resolução de 640 X 480 pixels foi utilizado para gerar as imagens da microestrutura do material.

A Figura 6 mostra como exemplo as fotomicrografias após o processo de laminação a quente que foram obtidas após ataque com reagente Villela. Foram realizadas fotomicrografias nas regiões próximas à superfície da chapa, a $\frac{1}{4}$ da espessura e no centro da espessura da chapa. Usou-se esta metodologia visando obter um quadro da variação da microestrutura ao longo da espessura da tira laminada a quente.

Uma análise metalográfica com microscópio ótico com uso de luz polarizada também foi realizada para a obtenção de imagens coloridas, onde os grãos de mesma orientação cristalográfica têm a mesma tonalidade de cor (Figura 7).

Para esta análise com luz polarizada, após o polimento já mencionado, foi realizada uma última etapa de polimento em solução de sílica coloidal de granulometria de $0,04 \mu\text{m}$ por 1 min. A seguir, foi feita a depassivação da superfície polida com a aplicação de algodão umedecido contendo uma solução de 100 ml de água destilada, 2ml de ácido acético e 2 gotas de alumina coloidal por 1 min. O ataque foi realizado a uma temperatura de 75°C por 1min45 em uma solução de 110 ml de H_2O , 12 ml de H_2SO_4 , 4 ml de HF e 5 gotas de HNO_3 .

Uma técnica complementa a outra no seguinte sentido: a primeira revela o grão ferrítico distinguindo-o da área de martensita, porém, este reagente não permite uma clara revelação de alguma desorientação interna nos grãos de ferrita. Já na segunda técnica, é possível identificar pela variação da tonalidade de cores uma mudança na desorientação interna do grão. A consequência desta característica é que no primeiro caso, a recristalização somente poderia ser identificada mediante uma mudança substancial na microestrutura, por exemplo, com a clara aparição de novos grãos. Já na

segunda técnica é possível inferir um início de recristalização em estágios mais preliminares, embora, é claro, evidência definitiva implicaria na medição da desorientação interna do grão.

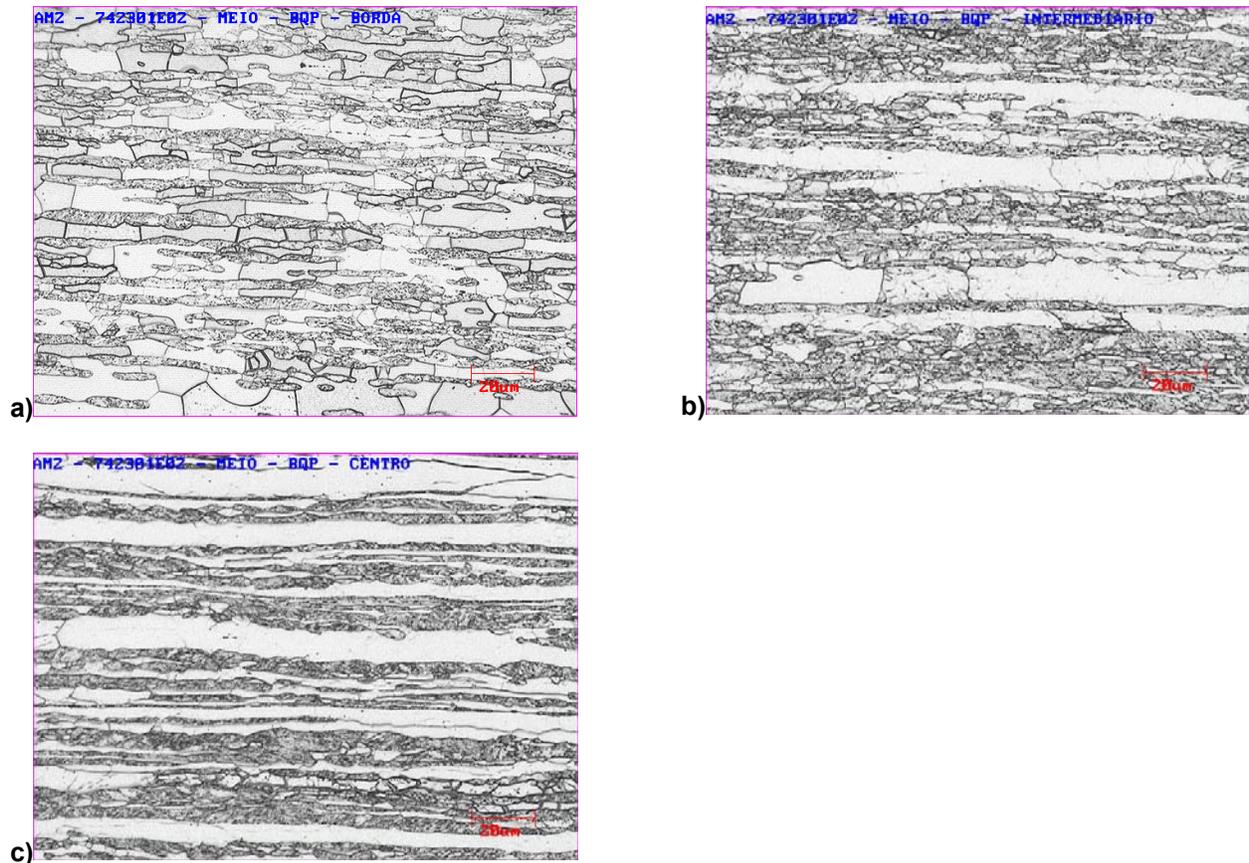
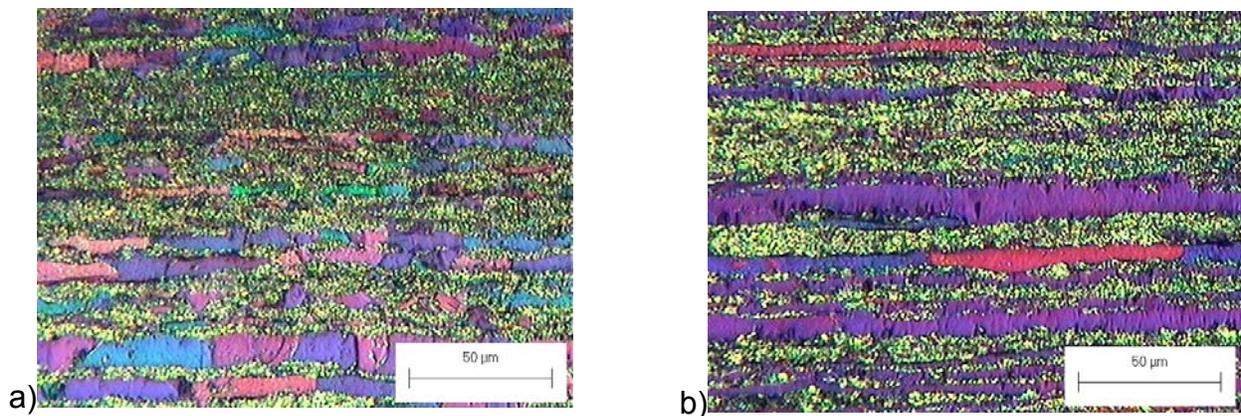


Figura 6 - Fotomicrografias óticas na posição do corpo de uma tira de aço AISI 430 após a laminação de acabamento e submetida a resfriamento na zona úmida, seção longitudinal da espessura. (a) região próxima à superfície da tira, (b) região intermediária, (c) região no meio da espessura.



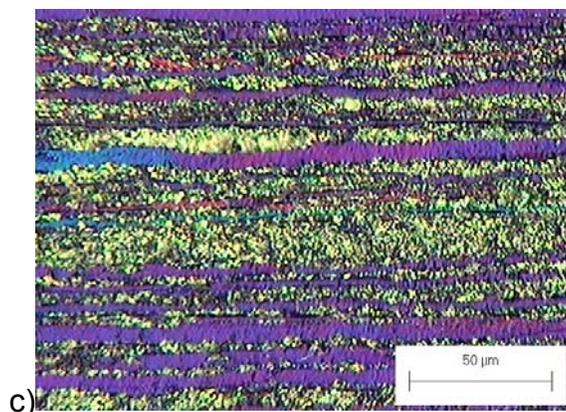


Figura 7 - Fotomicrografias óticas na posição do corpo de uma tira de aço AISI 430 após a laminação de acabamento e submetida a resfriamento na zona úmida, seção longitudinal da espessura, ataque colorante e uso de luz polarizada. (a) região próxima à superfície da tira, (b) região intermediária, (c) região no meio da espessura.

2.2 Dificuldades na Quantificação da Fração Recristalizada

O erro na avaliação da fração recristalizada está no fato de que algumas vezes é muito difícil saber se o grão pode ser considerado recristalizado ou não. Isto vai depender da revelação da microestrutura e também da heterogeneidade da microestrutura. A utilização de um número maior de campos em microscopia convencional pode reduzir o desvio padrão e, conseqüentemente, os resultados serem considerados mais representativos.

Na Figura 8 são mostradas algumas dificuldades listadas por outros pesquisadores e citadas por Schuwaren⁽¹⁾ para avaliação da fração recristalizada e que foram confirmadas durante o procedimento experimental realizado na execução deste trabalho, onde a quantificação da fração recristalizada realizada por microscopia ótica se mostrou impraticável. As imagens da Figura 8 foram geradas a partir de corpos de prova deformados por torção a quente em um microscópio ótico com um aumento de 50X. As “ilhas” escuras são martensita.

Uma tentativa de melhor revelar a microestrutura para a quantificação da fração de ferrita recristalizada foi realizada com o uso de ataque colorante e luz polarizada. A microestrutura revelada com este método se mostrou mais legível do que a revelada com o uso do reagente Villela em tons de cinza, porém, a quantificação da fração de ferrita recristalizada ainda se mostrou impraticável pelos mesmos motivos já citados. É importante mencionar que esta técnica permite se ter uma noção da orientação dos grãos de ferrita pela diferença de cor dada pelo uso da luz polarizada.

Com um aumento adequado, é possível identificar regiões de subestrutura de grãos nas amostras provenientes do processo industrial, porém, a redução da área de análise inviabiliza uma quantificação de ferrita recristalizada e não recristalizada com precisão satisfatória.

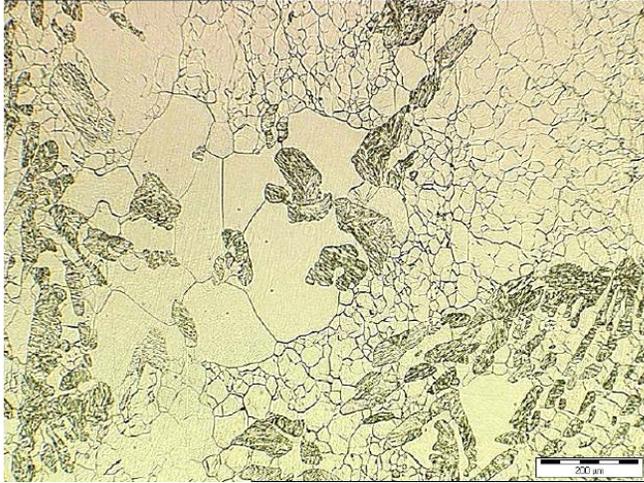
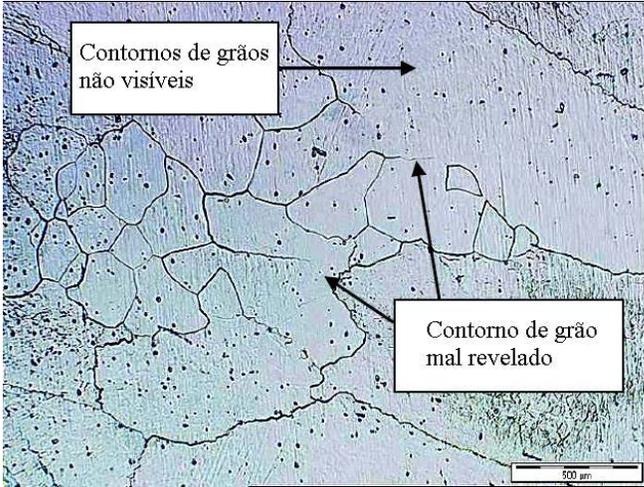
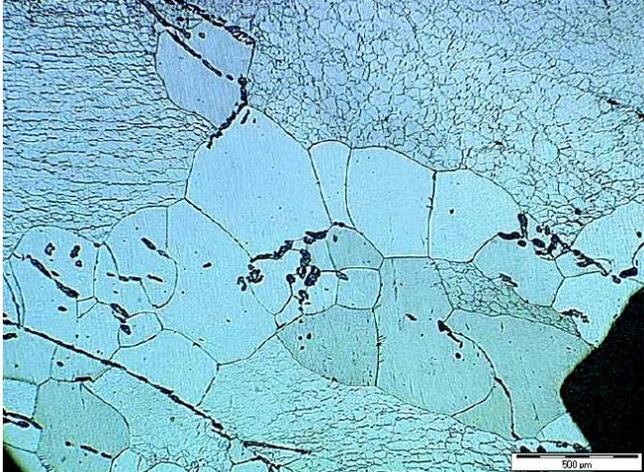
	<p>Alguns grãos recristalizados têm um tamanho muito reduzido devido à restrição ao seu crescimento causado pela austenita. Neste caso, é muito difícil saber se um grão entre ilhas de austenita é recristalizado ou não.</p>
	<p>Um ataque deficiente não revela todos os contornos de grãos e subgrãos. Com um ataque mais longo será mais fácil a quantificação.</p>
	<p>Amostras parcialmente recristalizadas podem conter grande heterogeneidade de microestrutura com partes totalmente recristalizadas e outras não. Dependendo da posição do campo na amostra, a fração recristalizada medida pode variar muito.</p>

Figura 8 - Exemplos de dificuldades para avaliação da fração recristalizada. Imagens geradas por microscopia ótica. Regiões escuras são martensita.

2.3 Quantificação da Fração Recristalizada por EBSD

Amostras também retiradas da bobina, após a laminação de acabamento, foram cortadas com auxílio de um disco abrasivo refrigerado, montadas e lixadas, para realizar a análise por EBSD (Figura 9). Todas as análises metalográficas também foram realizadas na seção longitudinal (direção de laminação) das amostras. As amostras do material proveniente do laminador desbastador também foram preparadas sem embutimento para a análise por EBSD.



Figura 9 - Amostras montadas para análise na microscopia eletrônica de varredura (MEV).

O lixamento e polimento das amostras montadas foram realizados com a mesma metodologia utilizada nas amostras preparadas para a microscopia ótica, acrescentando-se um polimento adicional que é necessário para análise no EBSD, onde não se encontram marcas de lixa. Este polimento é realizado com pano Op-Chem e placa de vidro. É utilizada uma solução contendo 30 ml de sílica coloidal e 10 ml de DP Azul. A sílica coloidal corrói até certo ponto a camada superficial, eliminando as possíveis deformações causadas pela abrasão da lixa. Ao final do polimento, a amostra montada foi lavada com água e sabão neutro e seca com lenço de papel.

As amostras preparadas para análise por EBSD foram analisadas com o auxílio de um microscópio Philips que tem acoplado um sistema TSL. A quantificação das fases presentes foi realizada com os recursos do *software* OIM™. As imagens foram geradas pelo EBSD com um passo de 1 μm entre cada ponto. O tamanho médio das imagens geradas pelo EBSD foi de 344 μm x 2116 μm e em torno de 730 mil pontos. Para quantificar a fração de martensita, fração de ferrita não recristalizada e fração de ferrita recristalizada, a imagem original é dividida com base em parâmetros que são incluídos no *software* OIM™.

O espalhamento da orientação no interior de um grão (*Grain Orientation Spread*) é um dos parâmetros utilizados para a quantificação da fração deformada e da fração recristalizada com o uso da imagem gerada por EBSD. Um cálculo é realizado pelo *software* OIM™ para se obter o valor de espalhamento da orientação do grão. Primeiro a orientação média de todos os pontos tomados no interior de um grão é calculada e em seguida, o espalhamento da orientação do grão é definido como o desvio médio entre a orientação em cada ponto e a orientação média do grão. Isto é realizado para cada grão, obtendo assim, uma distribuição do espalhamento da orientação do grão. Grãos deformados têm um gradiente de orientação interna, resultando em altos valores de espalhamento. Em grãos recristalizados o valor de espalhamento é menor.

Para quantificar a fração de martensita, fração de ferrita não recristalizada e fração de ferrita recristalizada, os parâmetros do *software* OIM™ foram ajustados conforme a

Tabela 1. Com estes parâmetros, foram criados três procedimentos diferentes para a obtenção dos mapas de EBSD. Um para a fração de ferrita recristalizada, outro para a fração de ferrita não recristalizada e um terceiro para a fração de martensita das amostras.

Tabela 1 - Parâmetros utilizados no **software** OIM™ para quantificação de fases.

Fase	Spread	Tamanho de Grão
Ferrita Recristalizada	< 2,5	> 4 (<i>pixels</i>)
Ferrita Não Recristalizada	> 2,5	
Martensita		< 4 (<i>pixels</i>)

3 RESULTADOS

Amostras de uma bobina de aço AISI 430, com bitola 3,10mm de espessura e 1060mm de largura, laminada com o mesmo ciclo termomecânico simulado por um modelo de previsão de fração recristalizada, foram analisadas por EBSD para quantificação do percentual de ferrita recristalizada. A partir dos parâmetros de *spread* e tamanho de grão calculado em *pixels*, foi gerado o mapa de EBSD para cada região da amostra, e este foi estratificado em três. Um mapa para a martensita com o critério de tamanho de grão menor que 4 *pixels*, outro para a ferrita recristalizada com critérios de *spread* menor que 2,5° e tamanho de grão maior que 4 *pixels* e outro para a ferrita não recristalizada com critério de *spread* maior que 2,5°. O percentual de cada fase foi calculado e os valores obtidos são mostrados na Tabela 2.

Tabela 2 - Resultado da fração recristalizada de ferrita medida por EBSD nas amostras do esboço e da tira laminada.

		Esboço		Bobina Laminada a Quente		
		Cabeça	Cauda	Cabeça	Corpo	Cauda
Próximo à Borda	Ferrita Rex	95,4%	94,8%	-	80,5%	65,1%
	Ferrita Nrex	4,6%	5,2%	-	19,5%	34,9%
Intermediário	Ferrita Rex	95,5%	94,9%	-	36,1%	31,0%
	Ferrita Nrex	4,5%	5,1%	-	63,9%	69,0%
Centro da Espessura	Ferrita Rex	77,7%	80,0%	-	28,7%	69,2%
	Ferrita Nrex	22,3%	20,0%	-	71,3%	30,8%

Para a região da cabeça da tira, foram preparadas mais de uma amostra com tempos de polimento acima de 10h e mesmo assim, o resultado do EBSD não apresentou indexação satisfatória para uma quantificação das frações de ferrita recristalizada e não recristalizada.

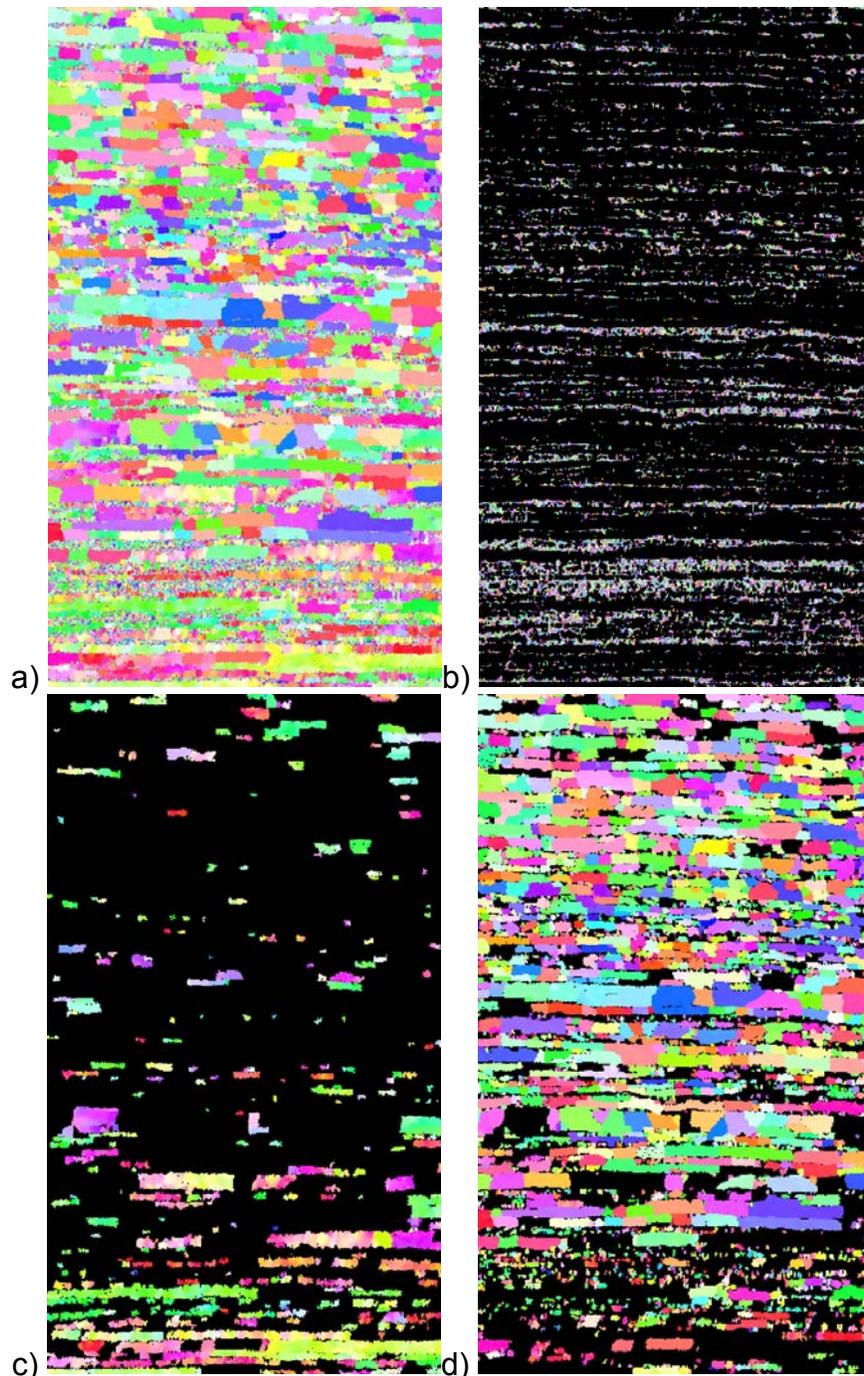


Figura 10 - Exemplo de mapa gerado por EBSD com step de 1 μm . Amostra do corpo de uma tira de aço AISI 430 de 3,10mm de espessura laminada a quente. Região próxima à superfície da tira, sendo: a) mapa completo; b) 15,0% de martensita; c) 16,6% de ferrita não recristalizada; d) 68,4% de ferrita recristalizada.

A Figura 10 mostra como exemplo, o mapa de EBSD gerado para a amostra do corpo da tira no campo próximo à superfície. Como esperado, a maior parte da fração recristalizada está próxima à superfície do material, afetada pela deformação por cisalhamento e menor temperatura. À medida que se distancia da superfície do material, grãos não recristalizados vão aparecendo com maior frequência.

4 DISCUSSÃO

A qualidade dos resultados da quantificação da fração de ferrita recristalizada com o uso da técnica EBSD é diretamente dependente da qualidade da preparação da amostra, principalmente na fase de polimento final. Polimentos foram refeitos, e em alguns casos até 10 horas de polimento em máquinas automáticas foram necessários para se obter uma boa qualidade de indexação dos pontos. Mesmo assim, para a amostra da cabeça da tira, a indexação não foi satisfatória para possibilitar a separação e a quantificação das fases presentes.

O uso de microscopia ótica para a quantificação de fração de ferrita recristalizada no aço AISI 430 após laminação a quente é impraticável. As fotomicrografias com o uso de luz polarizada melhoram a visualização em relação à microscopia ótica convencional, mostrando a orientação dos grãos, mas também não resolvem o problema. Estas técnicas podem ser usadas como preparatórias para o EBSD, que é um recurso escasso e que demanda maior tempo de preparação da amostra e de uso do microscópio eletrônico de varredura. O uso do EBSD torna a quantificação da fração de ferrita recristalizada possível com resultados de maior confiabilidade e repetibilidade.

Novos trabalhos devem ser desenvolvidos para aperfeiçoar a metodologia de quantificação da fração recristalizada de ferrita com o uso da técnica por EBSD, dando ênfase à preparação das amostras para melhorar a indexação.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Arcelor Mittal Inox Brasil e à Universidade Federal de Minas Gerais pelo apoio no desenvolvimento do trabalho, ao Sr. Fabrício L. de Alcântara do Centro de Pesquisas da Arcelor Mittal Inox Brasil pela ajuda com o *software* OIM™, ao Sr. Nilton José Lucinda de Oliveira e à Dra. Margareth Spangler Andrade do CETEC-MG pela colaboração com as fotomicrografias com uso de luz polarizada.

REFERÊNCIAS

- 1 SCHUWARTEN Jr, W. Caracterização e modelagem matemática da fração recristalizada de ferrita no aço inoxidável ferrítico AISI 430 durante o processo de deformação a quente em laminador Steckel. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Universidade Federal de Minas Gerais, 2007, 122p.