

# RECRISTALIZAÇÃO DINÂMICA DOS AÇOS INOXIDÁVEIS FERRÍTICOS ESTABILIZADOS AO NIÓBIO E AO TITÂNIO DURANTE A DEFORMAÇÃO A QUENTE

*Tarcisio Reis de Oliveira*<sup>(1)</sup>  
*Frank Montheillet*<sup>(2)</sup>

## Resumo

Foram investigados materiais com composição química similar ao do aço inoxidável ASTM 409, variando-se apenas o tipo de estabilização, ou seja, estabilizado apenas ao titânio, ao nióbio e bi-estabilizado. Foram efetuados ensaios de torção a quente a 900 e 1050°C em diferentes condições de ensaio: - Ensaio interrompidos para análise da evolução da microestrutura e textura com a deformação; - Ensaio com tempo de espera após deformação a quente. O comportamento mecânico foi avaliado e a textura e a microestrutura foram analisadas a partir dos resultados de EBSD (Electron BackScattering Diffraction). Como conclusões, verificou-se que o efeito do nióbio foi evidenciado como o principal fator para as maiores tensões e os menores tamanhos de grão. Este efeito é justificado principalmente pelo endurecimento por solução sólida e pelo efeito de Dragg (arraste de impurezas) sobre o crescimento de grão. O resultado final de textura e microestrutura é devido a ocorrência de recristalização dinâmica contínua. A componente D2  $\{1\bar{1}2\}<111>$  é a de maior intensidade no regime estacionário para testes de torção realizados com cisalhamento negativo. Esta textura final é consequência da operação de um mecanismo de crescimento de grãos de baixa energia estocada e de baixa rotação dos eixos cristalográficos.

**Palavras-chave:** Recristalização dinâmica; Deformação a quente; Aços inoxidáveis ferríticos; Estabilização.

60º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 25 a 28 de Julho de 2005, Belo Horizonte.

<sup>(1)</sup> Pesquisador, Acesita S. A. - Centro de Pesquisas – Praça 1º de maio, 9 – 35180-000 – Timóteo, MG, Brasil

<sup>(2)</sup> Professor, Ecole des Mines – CNRS UMR 5146 – 158, Cours Fauriel – 42100 – Saint Etienne, França

## 1 INTRODUÇÃO

Os aços inox ferríticos com 11 a 17% de Cr são um importante grupo de materiais devido sua boa resistência a corrosão, soldabilidade e estampabilidade, principalmente quando estes são estabilizados por nióbio, titânio ou pela associação destes dois elementos. A estampabilidade destes materiais é essencialmente dependente da textura após recozimento final e esta última é fortemente influenciada pela textura herdada da laminação a quente. As texturas de laminação a quente nestes aços exibem principalmente as componentes  $\{001\}\langle 110 \rangle$  e/ou  $\{\bar{1}12\}\langle 110 \rangle$ , as quais pertencem a fibra  $\alpha$ , exceto na região logo abaixo da superfície, onde orientações de cisalhamento tipo Goss ( $\{110\}\langle 001 \rangle$ ) são as mais importantes <sup>(1)</sup>. A adição de nióbio e/ou titânio pode influenciar a intensidade e a distribuição espacial destas orientações.

Da mesma forma que o alumínio, o ferro  $\alpha$  e as ligas de titânio  $\beta$ , o aço inoxidável ferrítico apresenta Recristalização Dinâmica Contínua (CDRX - Continuous Dynamic Recrystallization) durante a deformação a quente. Este comportamento está associado com materiais de alta energia de falha de empilhamento (SFE – Stacking Fault Energy), onde o deslizamento cruzado (cross-slip) é mais fácil e a recuperação dinâmica (rearranjo e aniquilação de discordância durante a deformação) é muito eficiente. Como a nucleação convencional fica impossibilitada de ocorrer, os “novos grãos” (também chamados cristalitos) são gerados de uma forma mais gradual por recuperação dinâmica, desorientação progressiva dos subcontornos e crescimento de grão. Nestes materiais, a fase de encruamento produz um máximo na curva tensão-deformação mais arredondado, seguido de uma diminuição lenta da tensão de escoamento. Altíssimas deformações são necessárias para se atingir o estado estacionário (steady state). A interpretação deste processo de amaciamento é complexa e a evolução conjunta da textura e da microestrutura nesta região permanece ainda não bem compreendida <sup>(2)</sup>.

A maioria dos trabalhos de pesquisa sobre o comportamento a quente da ferrita foram realizados com aços IF (interstitial-free steels), cuja temperatura máxima é limitada a temperatura de transformação austenita-ferrita (ao redor de 840°C). Para os aços inoxidáveis ferríticos há muitos trabalhos sobre os aços não estabilizados e alguns sobre as diferenças entre as estabilizações por titânio, nióbio ou bi-estabilizados. Entretanto, na maioria dos casos, a textura é investigada somente por figuras de pólo e ODF's (funções de distribuição de orientação no espaço de Euler) e a microestrutura através de metalografia ótica, sendo por isso difícil uma análise conjunta dos resultados. Em anos mais recentes, com o desenvolvimento da técnica de EBSD (Electron BackScattering Diffraction), abriu-se a possibilidade do estudo simultâneo da textura e da microestrutura, o que poderá melhor elucidar suas evoluções durante o processamento a quente.

Em função do exposto acima, elaborou-se um programa de estudos para melhor entender os fenômenos que ocorrem durante a deformação a quente dos aços inoxidáveis ferríticos estabilizados. O principal objetivo foi a comparação dos efeitos do titânio e do nióbio sobre a recristalização dinâmica destes aços durante ensaios de torção a quente. Diferentes investigações foram realizadas a fim de determinar o comportamento mecânico bem como as mudanças associadas a textura e a microestrutura, usando-se intensivamente a técnica EBSD (Electron BackScattering Diffraction). O conhecimento adquirido com estas investigações podem em seguida ser úteis nas melhorias industriais dos aços inoxidáveis ferríticos estabilizados,

através de otimizações das composições químicas ou mudanças nas práticas de laminação a quente.

## 2 DESENVOLVIMENTO

### 2.1 Materiais e Procedimentos Experimentais

Os materiais investigados têm composições químicas similares a do aço inoxidável ferrítico ASTM 409, o mais empregado dos aços inox em sistemas de escapamento de veículos. Variou-se apenas a estabilização, como é mostrado na Tabela 1.

**Tabela 1.** Composição química dos aços investigados (% em peso).

Aço	Cr	C	N	Ti	Nb	$\Delta Nb$
11 Cr Ti	11,3	0,0070	0,0100	0,210	-	-
11 Cr TiNb	11,5	0,0094	0,0096	0,130	0,085	0,035
11 Cr Nb	11,6	0,0070	0,0078	-	0,350	0,245

O  $\Delta Nb$  (fração de nióbio em solução sólida) foi determinada usando as seguintes equações estequiométricas:

$$\Delta Nb = \%Nb - 0.7 \times 7.66 \times \%C \quad (\text{para o aço 11 Cr TiNb})$$

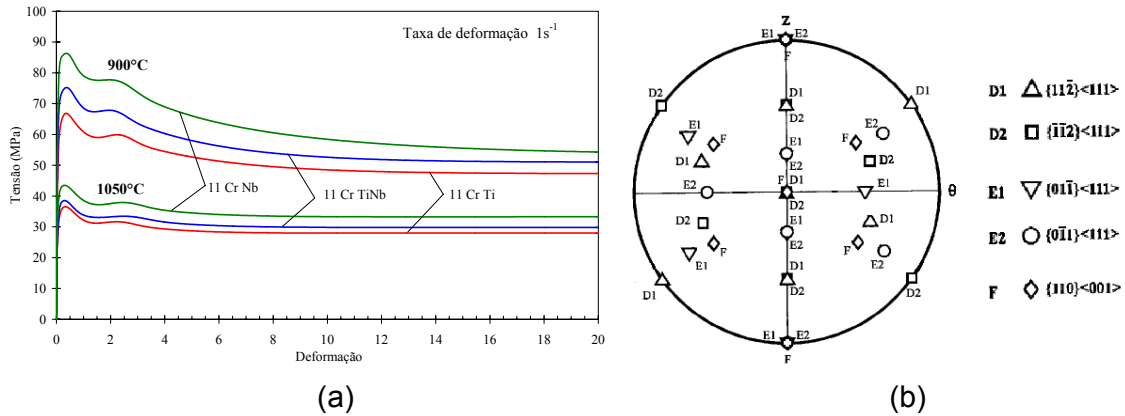
$$\Delta Nb = \%Nb - 7.74 \times \%C - 6.64 \times \%N \quad (\text{para o aço 11 Cr Nb})$$

Na equação para o aço 11 Cr TiNb, o fator 0,7 corresponde a fração de nióbio nos carbonetos de TiNb<sup>(3)</sup>.

Os aços 11 Cr Ti e 11 Cr TiNb foram recebidos na forma de esboços industriais de 16 mm de espessura, enquanto que o aço 11 Cr Nb foi elaborado em forno de indução a vácuo e em seguida laminado em laboratório sob as mesmas condições também para 16 mm. Os esboços foram então usinados para se obter corpos de prova de torção com 6 mm de diâmetro, comprimento 27 mm e eixo do corpo de prova paralelo a direção de laminação. Antes da realização dos ensaios, os corpos de prova foram tratados termicamente para se eliminar o encruamento residual. Todos os aços são totalmente ferríticos dentro das temperaturas ensaiadas e apresentavam um tamanho de grão inicial ao redor de 150  $\mu m$ . Os testes foram efetuados sob atmosfera de argônio para se evitar oxidação, com tempo de espera de 5 minutos antes do ensaio na temperatura objetivada, visando a estabilização da mesma. Para todas as condições de teste, a microestrutura e a textura foram investigadas por EBSD. As análises foram efetuadas próximo a superfície (0,95 R). O plano de observação das micrografias é  $\theta z$  e o eixo z é paralelo a direção vertical.

### 2.2 Efeito da Deformação sobre a Microestrutura e a Textura

Para se avaliar a evolução da microestrutura e da textura com a deformação, foram escolhidas as temperaturas de 900 e 1050°C e 1 s<sup>-1</sup> como taxa de deformação. As curvas tensão-deformação para os três aços são mostradas na Figura 1a. Todas as curvas tensão-deformação foram tratadas a partir dos dados de torque-número de voltas pelo método de Fields e Backofen.



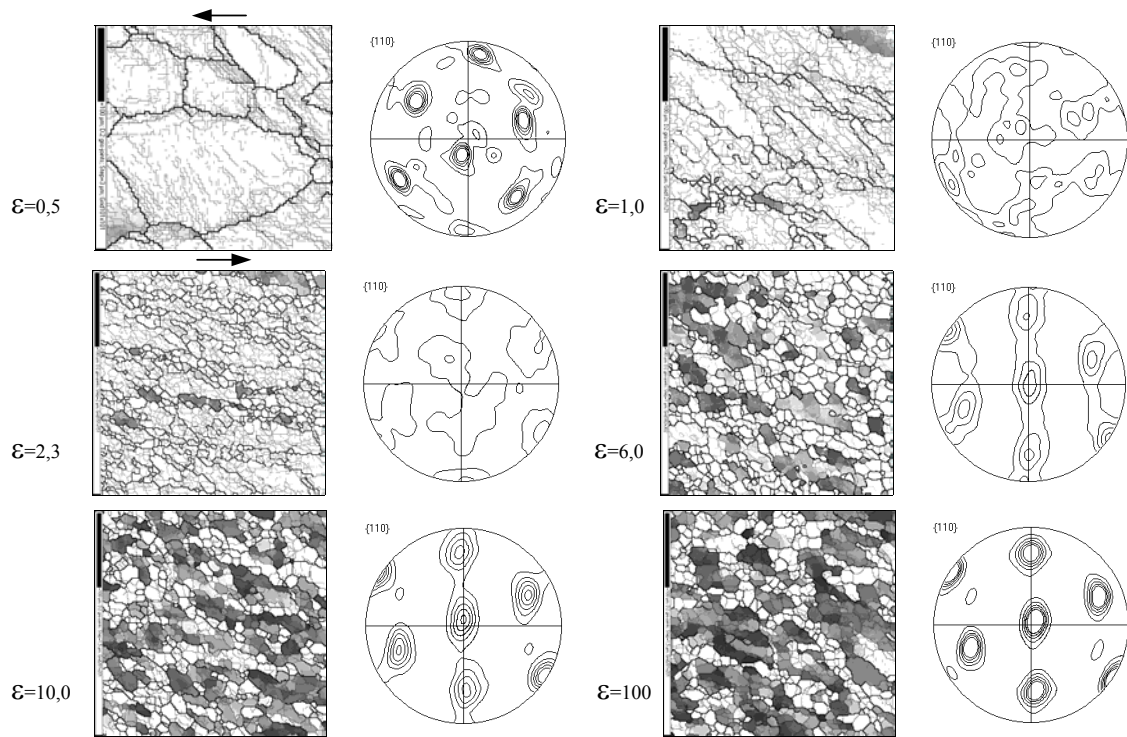
**Figura 1.** a) Curvas tensão-deformação para taxa de deformação constante  $1 \text{ s}^{-1}$  a 900 e 1050°C. b) Figura de pólo {110} mostrando as principais orientações ideais observadas no ferro  $\alpha$  após torção.

Nas duas temperaturas a curva de fluxo do aço 11 Cr Nb é a maior e a do aço 11 Cr Ti a menor. Em todas as condições, um patamar de tensão aparece logo após a tensão máxima, as vezes aumentando levemente a tensão. Após este transiente, a tensão começa novamente a cair e atinge um regime estacionário apenas em deformações muito elevadas.

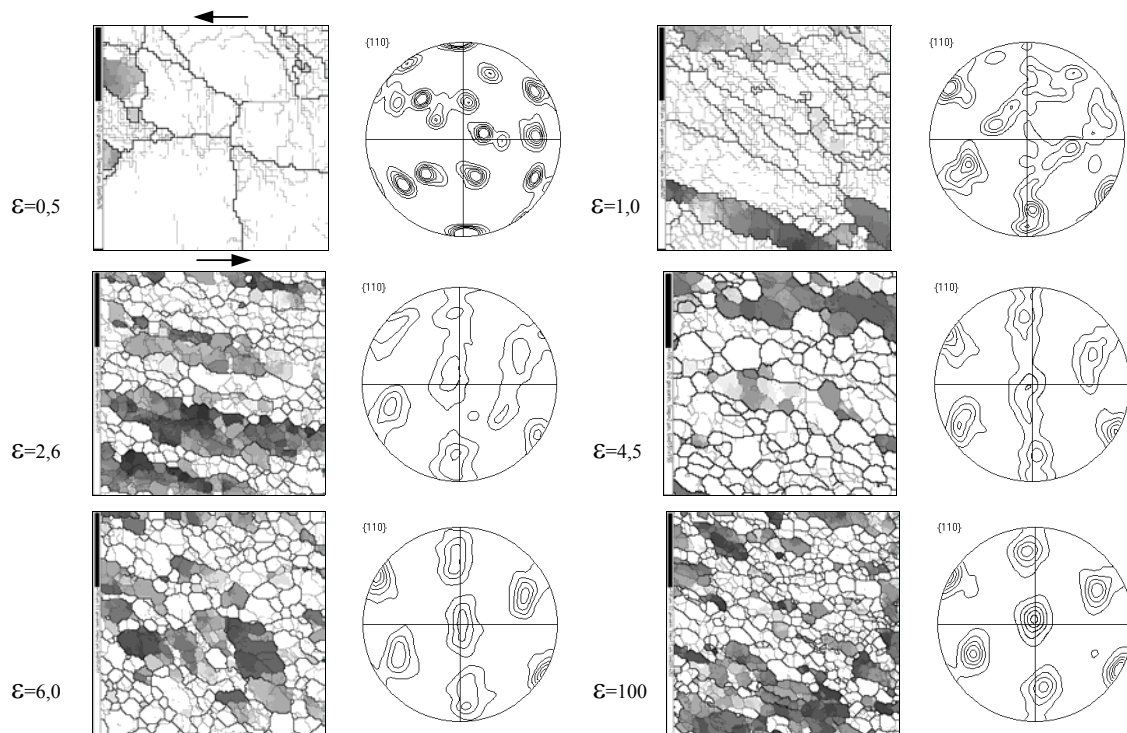
Para a análise dos resultados de textura, uma figura de pólo {110} com as orientações ideais normalmente encontradas para o ferro- $\alpha$  (estrutura cúbica de corpo centrado) após torção é mostrada na figura 1b<sup>(4)</sup>. O plano de cisalhamento é representado por {hkl} e a direção de cisalhamento por  $\langle uvw \rangle$ .

Para a melhor compreensão da evolução da textura e da microestrutura com a deformação, alguns testes foram interrompidos em diferentes deformações até o regime estacionário. As microestruturas típicas e as figuras de pólo obtidas por EBSD são mostradas nas Figuras 2 e 3 para os aços 11 CrTi e 11 CrNb.

No início da deformação, subcontornos são formados próximos aos contornos dos grãos originais. Eles são criados por discordâncias geometricamente necessárias para acomodar as diferentes deformações entre os grãos vizinhos com diferentes comportamentos mecânicos (diferentes orientações). Com o aumento da deformação, as desorientações dos subcontornos aumenta devido ao acúmulo de discordâncias associado a recuperação dinâmica. Uma rede de subgrãos aparece progressivamente e aos poucos vai invadindo o interior dos grãos originais (fenômeno de poligonização). Finalmente, alguns destes subcontornos atingem desorientações superiores a  $15^\circ$  e portanto se tornam contornos de grão. Após grandes deformações, a microestrutura resultante é composta de cristalitos (delimitados ao mesmo tempo por subcontornos e contornos de grão) e não se percebe mais vestígios da microestrutura original. Este comportamento é típico da recristalização dinâmica contínua.



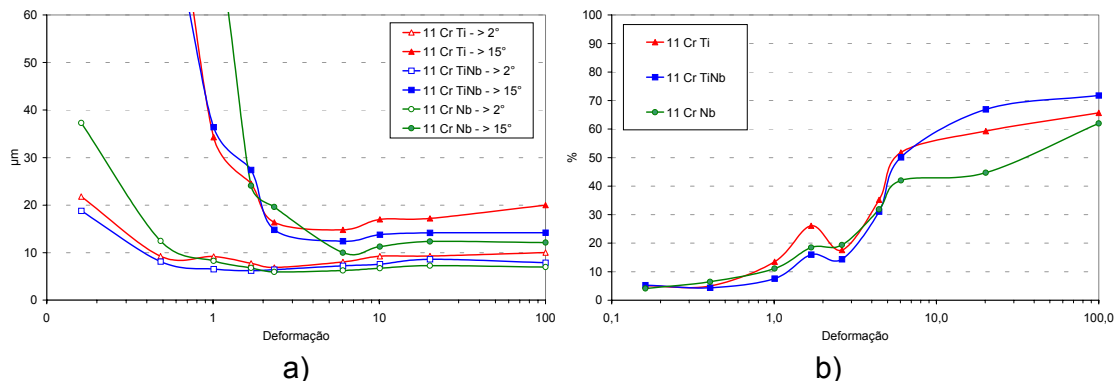
**Figura 2.** Microestruturas e figuras de pólo do aço 11 Cr Ti após torção a quente a 900°C, 1 s<sup>-1</sup> e diferentes deformações equivalentes. A orientação D2 é representada em tons de cinza e as demais em branco.



**Figura 3.** Microestruturas e figuras de pólo do aço 11 Cr Ti após torção a quente a 1050°C, 1 s<sup>-1</sup> e diferentes deformações equivalentes. A orientação D2 é representada em tons de cinza e as demais em branco.

Para temperaturas mais baixas, é também observada a recristalização dinâmica geométrica, fenômeno ligado a formação de novos grãos a partir do alongamento e posterior separação dos contornos de grão originais. Porém este fato é apenas observado para altas deformações e próximo aos pontos triplos dos grãos. Em altas temperaturas, a migração dos contornos de grão impede que os contornos de grão originais possam se tocar e formar novos grãos (pinch-off). Como consequência, este comportamento é observado principalmente para aços estabilizados ao nióbio, os quais apresentam menores migrações do contorno de grão.

A Figura 4a mostra a influência da deformação sobre o tamanho de grão e subgrão, onde o aço 11 Cr Nb apresenta os menores valores, o que também é observado para a condição a 1050°C. A Figura 4b mostra a evolução da intensidade da orientação D2  $\{1\bar{1}2\}\langle 111\rangle$ , a principal componente de textura, em função da deformação a 1050°C. Todas as outras orientações não apresentam valores superiores a 15%. Observa-se uma intensidade de D2 no regime estacionário ao redor de 60%, mas com menor velocidade de formação com a deformação para o aço 11 CrNb. A 900°C, a evolução da orientação D2 é similar para os três aços analisados, com intensidade também de 60% no regime estacionário.



**Figura 4.** a) Evolução da microestrutura com a deformação para torção a 900°C e  $1 \text{ s}^{-1}$ . b) Evolução da componente D2 com a deformação para torção a 1050°C e  $1 \text{ s}^{-1}$ .

Todos os aços estudados apresentaram excelente ductilidade nestas temperaturas, sendo que nenhum corpo de prova se rompeu durante os ensaios, mesmo para elevadas deformações.

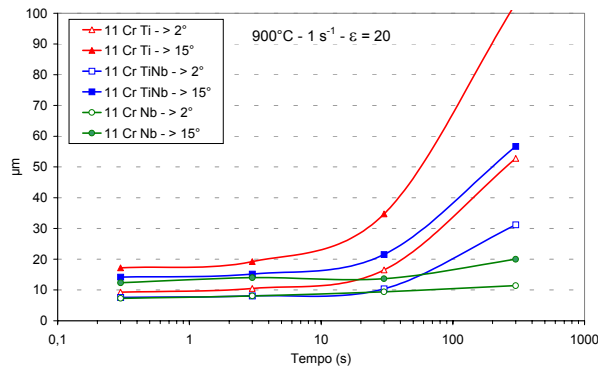
### 2.3 Ensaios de Torção com Tempos de Espera após Deformação a Quente

Uma série de ensaios com diferentes tempos de permanência (3, 30 e 300 segundos) após a deformação a quente foram realizados visando avaliar a estabilidade da textura e da microestrutura nas temperaturas de 900 e 1050°C,  $1 \text{ s}^{-1}$  e  $\varepsilon = 20$ . A Figura 5 mostra os resultados das medidas dos diâmetros médios dos grãos e subgrãos no ensaio a 900°C. A Figura 6 exemplifica a evolução das microestruturas e mostra também as figuras de pólo para o aço 11 Cr TiNb. Os ensaios mostram mais uma vez a forte influência do nióbio na redução ou mesmo bloqueio da migração dos contornos de grão.

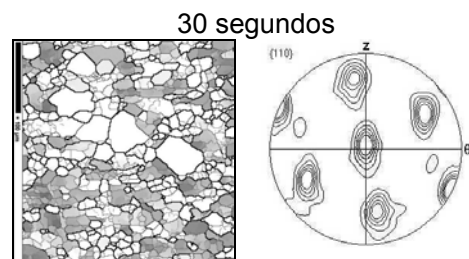
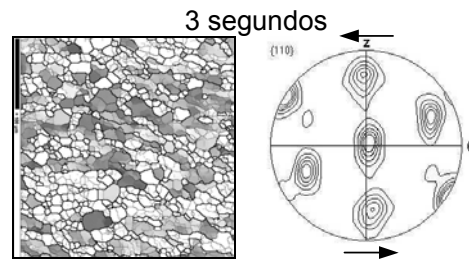
Para os ensaios realizados a 900°C, nenhuma mudança significativa da microestrutura acontece até 3 segundos após o fim da deformação. Após 30 segundos de espera, um crescimento pronunciado dos grãos é observado para o aço 11 Cr Ti e em menor grau para o aço 11 Cr TiNb. Após 300 segundos de



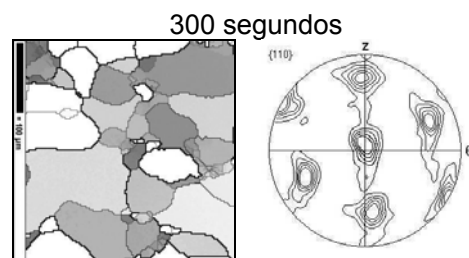
espera, apenas o aço 11 Cr Nb permanece isento de modificações na microestrutura. Para os ensaios realizados a 1050°C, todos os materiais exibem crescimento de grão após 30 segundos de espera, mas os tamanhos de grão continuam a respeitar o mesma ordem entre os três aços.



**Figura 5.** Diâmetro médio dos grãos e subgrãos após ensaios de torção a 900°C,  $1 \text{ s}^{-1}$  e  $\varepsilon = 20$ , com diferentes tempos de permanência na temperatura do teste após deformação.



**Figura 6.** Microestruturas e figuras de pólo do aço 11 Cr TiNb após torção a 900°C,  $1 \text{ s}^{-1}$  e  $\varepsilon = 20$  com diferentes tempos de permanência na temperatura do ensaio após deformação.



Para a textura, até 30 segundos de espera nenhuma mudança significativa acontece para todos os aços e ambas temperaturas. Somente após 300 segundos é que a textura começa a mudar, principalmente para o aço 11 Cr Ti, mas muito menos para os outros dois estabilizados ao Nb.

## 2.4 Discussão

Nas condições testadas aparece claramente o efeito mais forte do nióbio no comportamento dos materiais em comparação ao titânio, mesmo para valores intermediários de nióbio (aço 11 Cr TiNb). Até 1000°C o nióbio aumenta a resistência por meio do endurecimento por solução sólida e também pela redução ou bloqueio da migração dos contornos de grãos pelo efeito de Drag (dificuldade do arraste de impurezas pelo contorno de grão). Este comportamento é explicado pela menor solubilidade do nióbio na ferrita (ao redor de 10 vezes menos solúvel que o titânio). A ação do nióbio então reduz o crescimento de grão, aumenta a resistência e atrasa a recristalização dinâmica. O valor de  $\Delta \text{Nb}$  mais elevado para o aço 11 Cr Nb explica então este comportamento. Acima desta temperatura, a energia estocada por deformação é mais baixa (devido à alta taxa de recuperação) e o efeito de Zener Pinning (dificuldade do contorno de grão para se liberar de precipitados que impedem sua migração) pelos precipitados (NbCN, TiN ou TiC) é também observado<sup>(5, 6)</sup>. O mecanismo passa a ser então uma mistura entre endurecimento por solução sólida e efeitos de Drag e/ou Pinning. Este comportamento pode ser estendido

mesmo para os ensaios com tempo de permanência após deformação, onde o nióbio se mostra também bastante eficaz na redução ou mesmo bloqueio da migração dos contornos e subcontornos de grão.

A ocorrência de um patamar de tensão nas curvas tensão-deformação pode ser explicado através da evolução da textura e da microestrutura. Os resultados mostram uma forte presença de grãos e subgrãos fragmentados e com textura quase aleatória durante este transiente. Após este patamar, a componente D2 começa a ser mais proeminente que as outras orientações e, como consequência de seu baixo fator de Taylor, a tensão começa a diminuir até atingir um regime estacionário em deformações bem elevadas, quando a intensidade da componente D2 se estabiliza ao redor de 60% na maioria dos casos. Entretanto, após o patamar, os grãos e subgrãos com orientação D2 crescem e o tamanho de grão médio geral também aumenta.

As curvas tensão-deformação destes materiais são típicas do fenômeno de recristalização dinâmica contínua (CDRX). A análise microestrutural dá suporte a esta conclusão, uma vez que são observados “cristalitos” uniformemente distribuídos no regime estacionário. As presentes observações são similares àquelas previamente apresentadas por Montheillet para o alumínio e por Baczynski para o ferro- $\alpha$  e aços IF<sup>(2,7)</sup>.

As texturas de CDRX exibem uma forte intensidade da componente D2 ( $\{\bar{1}\bar{1}2\}\langle 111\rangle$ ) para todos os aços deformados no sentido de cisalhamento negativo. Esta orientação é considerada do tipo auto-simétrica com relação ao cisalhamento simples prescrito pelo ensaio de torção e a mesma já tinha sido observada em outros aços ferríticos<sup>(7)</sup>. De acordo com estes autores, as orientações D1/D2 possuem os mais baixos fatores de Taylor quando comparadas com as outras orientações também presentes (E1, E2 e F), mas isso somente não justificaria o comportamento observado. Um outro ponto então a ser considerado é a baixa rotação dos eixos cristalográficos destas componentes<sup>(8)</sup>. A formação da textura pode ser então atribuída ao mecanismo de crescimento dos grãos que possuam ao mesmo tempo baixa energia estocada (menor fator de Taylor) e baixa taxa de rotação dos eixos cristalográficos.

Comparando os diferentes aços, a mais fraca textura de D2 em mais altas temperaturas sugere que o nióbio diminui a taxa de migração dos contornos de grão e portanto, retarda a cinética da CDRX, mas uma alta quantidade de nióbio em solução sólida ( $\Delta\text{Nb}$ ) é necessária para que este comportamento aconteça.

### 3 CONCLUSÕES

A recristalização dinâmica contínua CDRX acontece em aços inoxidáveis ferríticos estabilizados. As microestruturas apresentam “cristalitos” (como novos grãos) uniformemente distribuídos e não se observam vestígios da microestrutura original após altas deformações. As curvas tensão-deformação apresentam uma tensão máxima seguida por um patamar intermediário onde a microestrutura está fragmentada e a textura aleatória. Após este patamar, a componente D2  $\{\bar{1}\bar{1}2\}\langle 111\rangle$  começa a ficar mais intensa e a tensão diminui até se atingir o regime estacionário em deformações bastante elevadas.

A textura típica de CDRX em torção para os aços inoxidáveis ferríticos estabilizados em deformações elevadas é a orientação D2  $\{\bar{1}\bar{1}2\}\langle 111\rangle$  para cisalhamento negativo, podendo sua formação ser atribuída ao mecanismo de crescimento dos



grãos que possuam ao mesmo tempo baixa energia estocada (menor fator de Taylor) e baixa taxa de rotação dos eixos cristalográficos.

O efeito do nióbio foi evidenciado como o principal fator para as maiores tensões e os menores tamanhos de grão, possuindo uma forte tendência a promover o endurecimento e retardar a recristalização dinâmica durante a torção a quente. Este efeito é justificado principalmente pelo endurecimento por solução sólida e pelo efeito de Drag (arraste de impurezas) sobre o crescimento de grão. Comparativamente aos aços estabilizados apenas ao titânio, a adição de nióbio é mais eficiente para promover o enfraquecimento da componente D2 em temperaturas mais elevadas.

### **Agradecimentos**

Os autores agradecem à CBMM – Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração pelo apoio e parceria na realização deste trabalho, particularmente aos senhores Pascoal Bordignon, Christian Klinkenberg, Klaus Hulka e Tadeu Carneiro.

### **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- 1 RAABE, D. & LUCKE, K. “The Role of Textures in Ferritic Stainless Steels”. *Internat. Symposium on Strip Casting, Hot and Cold Working of Stainless Steels*, Quebec, p. 221-235, 1993.
- 2 MONTHEILLET F. & JONAS J.J. “Dynamic Recrystallization”. *Encyclopedia of Applied Physics*, vol. 16, p. 205-225, 1996
- 3 FUJIMURA, H. & TSUGE, S. “Effect of C, Ti, Nb on Recrystallization Behaviour after Hot Deformation in 16% Ferritic Stainless Steels”. *Recrystallization and Related Phenomena*, p. 763-768, 1999.
- 4 MONTHEILLET F., COHEN M. and JONAS, J. J. “Axial Stresses and Texture Development during the Torsion Testing of Al, Cu and  $\alpha$ -Fe”. *Acta Metall.*, vol. 32, p. 2077-2089, 1984.
- 5 SUHIRO M. “An analysis of the solute drag effect of Nb on recrystallization of ultra low carbon steel”. *ISIJ Intern.*, vol. 38, n° 6, pp. 547-552, 1998
- 6 OLIVEIRA, T. R. & MONTHEILLET, F. “Estudo da Recristalização Dinâmica durante a Deformação a Quente dos Aços Inoxidáveis Ferríticos Estabilizados”. VII Seminário Brasileiro do Aço Inoxidável, Núcleo Inox, 2004, em CD-Rom.
- 7 BACZYNSKI, J & JONAS J. J. “ Torsion Textures Produced by Dynamic Recrystallization in  $\alpha$ -Iron and Two Interstitial – Free Steels”. *Metallurgical and Materials Transactions*, vol. 29A, p. 447-461, 1998.
- 8 CHENAOUI A., SIDOROFF F. & HIHI A. “The texture evolution of a planar polycrystal”, *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 48, pp. 2559-2584, 2000

# DYNAMIC RECRYSTALLIZATION DURING HOT DEFORMATION OF FERRITIC STAINLESS STEELS STABILIZED WITH NIOBIUM AND TITANIUM

Tarcisio Reis de Oliveira <sup>(1)</sup>  
Frank Montheillet <sup>(2)</sup>

## Abstract

The study was carried out to understand the mechanisms occurring during dynamic recrystallization of hot deformed 11% chromium stabilized ferritic stainless steels and to compare the behaviour induced by various types of stabilization. The tests were performed at 900 and 1050°C at various strains and with holding times after straining. For all test conditions, microstructures and textures were investigated by EBSD. As conclusion, niobium has a more pronounced influence on hardening than titanium during hot deformation, which was explained to be due to solid solution strengthening and also to the reduction or stopping of grain boundary migration by solute drag effect. It was observed that continuous dynamic recrystallization (CDRX) operates in all materials starting at the onset of straining. The D2 component,  $\{1\bar{1}2\}\langle 111\rangle$ , was found as the major texture component at the steady state for the torsion tests carried along the negative shear direction. It was likely to be formed by the combination of straining and growth of the grains exhibiting both low stored energy and low rotation rate of the crystallographic axes.

**Keywords:** Ferritic stainless steel; Dynamic recrystallization; Hot deformation; Stabilization; Niobium.

60° Annual Congress of Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, July 25-28 2005, Belo Horizonte, Brazil.

<sup>(1)</sup> Researcher, Acesita S. A. - Centro de Pesquisas – Praça 1º de maio, 9 – 35180-000 – Timóteo, MG, Brasil

<sup>(2)</sup> Professor, Ecole des Mines – CNRS UMR 5146 – 158, Cours Fauriel – 42100 – Saint Etienne, França