

VARIAÇÃO MICROESTRUTURAL DE UM AÇO MICROLIGADO AO NIÓBIO  
DURANTE RECOZIMENTO ISOTÉRMICO A 630°C

Oswaldo Luís Guglielmi Branchini<sup>(2)</sup>

Antonio Augusto Gorni<sup>(3)</sup>

RESUMO

O trabalho desenvolvido mostra a evolução do tamanho de grão ferrítico e da dureza de um aço contendo 0,04%Nb, laminado a quente e submetido a tratamento isotérmico a 630°C por tempos crescentes até 10 horas.

1- INTRODUÇÃO

Os aços microligados ao nióbio, do tipo baixa liga e alta resistência são utilizados nas indústrias automobilística, naval, petrolífera e etc...

O material em estudo é um aço contendo 0,04%Nb que é utilizado na indústria automobilística para estampagem.

A adição de Nb promove a precipitação de carbonitretos de nióbio durante a etapa de laminação a quente fazendo com que o material tenha alta resistência mecânica e boas propriedades de estampabilidade.

- 
- 1- Contribuição a ser apresentada no Seminário de Laminação da Associação Brasileira de Metais, Rio de Janeiro, Novembro de 1989
  - 2- Engenheiro de Desenvolvimento da Cia. Siderúrgica Paulista.
  - 3- Engenheiro de Pesquisa da Cia. Siderúrgica Paulista.

Os carbonitretos de nióbio atuarão na recristalização e no crescimento de grãos ferríticos, de forma a cancelar ou a retardar, dependendo de seu tamanho, forma e distribuição.

## 2- INTRODUÇÃO TEÓRICA

### 2.1- Crescimento de Grão Ferrítico

O processo de recristalização primária é geralmente considerado completo quando os contornos de grãos recristalizados varrerem toda a superfície do material, não restando nenhuma região deformada.

A migração de um contorno de grão recristalizado sobre uma estrutura já recristalizada será definida como crescimento de grão ou crescimento normal de grão.

Durante a fase de crescimento de grão ocorre um aumento do diâmetro médio do grão, sem ocorrer grandes modificações na forma de distribuição do tamanho de grão do material; fato que não ocorre no crescimento anormal de grão, pois resulta em dois tamanhos de grãos muito diferentes entre si (diferença de 10 vezes ou mais)<sup>(1-4)</sup>. O crescimento de grão recristalizado ocorre por migração de contorno de grão sobre um outro grão já recristalizado. Como o processo é espontâneo ocorre diminuição de energia livre por unidade de volume sendo esta proporcional a energia específica de interface e inversamente proporcional ao raio de curvatura.

O contorno curvo se movimentará no sentido de seu centro de curvatura, de forma a aumentar o tamanho do grão em que

o raio de curvatura não estiver em seu núcleo. Este fato não impede que um contorno curvo se mova de forma a aumentar o tamanho de um grão, e ao mesmo tempo outro contorno curvo esteja se movimentando de forma a diminuir o tamanho do mesmo grão.

Em uma análise planar os grãos com menos de seis lados tenderão a desaparecer e os grãos com mais de seis lados tenderão a crescer, figura 1 (1-5).

O resultado da etapa de crescimento de grãos será uma diminuição do número total de grãos, um aumento no número médio de lados dos grãos e um aumento do tamanho médio dos grãos sem modificação na forma de distribuição do tamanho de grão.

#### 2.1.1- Influência de Pequenas Partículas

Pequenas partículas finamente dispersas atrasam o crescimento de grão, pois uma partícula presente no contorno de grão diminui a área do contorno de grão. A movimentação de um contorno através de uma matriz com partículas esféricas está sujeita a uma força de ancoramento a qual faz decrescer a variação de energia livre de movimentação dos contornos. A diminuição por unidade de volume é proporcional a fração volumétrica da partícula e inversamente proporcional ao seu diâmetro. Outro fator importante é o espaçamento médio das partículas.

A combinação dos três fatores pode resultar em uma força de ancoramento dos contornos de grãos alta. (1-2,4)

Quando um precipitado nucleia, ele cresce tão rápido quanto o soluto possa se difundir a ele da matriz ao redor. Durante este período a fração volumétrica do precipitado cresce e o

solute contido na matriz decresce.

Uma estrutura contendo uma precipitação fina tem grande quantidade de interface precipitado/matriz por unidade de volume. Esta área de interface representa uma energia livre de superfície. Com o decorrer do tempo de tratamento esta área de interface decresce, pois ocorre a difusão do soluto das partículas menores para as maiores. As partículas menores são totalmente dissolvidas e o tamanho médio das partículas aumenta.

Partículas com alta energia total têm maior solubilidade na matriz, e as partículas menores que têm maior energia livre total tenderão a se dissolver e reprecipitarem nos precipitados maiores, que são mais estáveis. Desta forma, partículas menores que o tamanho médio tenderão a desaparecer e as partículas maiores que o tamanho médio tenderão a crescer.

O crescimento dos precipitados finos é responsável pelo decréscimo na resistência do material superenvelhecido. (4)

## 2.2- Precipitação de Carbonitretos de Nióbio

O nióbio adicionado ao aço provoca atraso na recristalização da austenita durante laminação a quente devido a precipitação de carbonitretos de nióbio, os quais ancoram os contornos de grão austeníticos.

Este efeito do nióbio faz com que o material tenha um alto endurecimento, tanto por precipitação como por refino de grão. (6-14)

Nióbio ainda em solução sólida na ferrita (6-9) após laminação e a fina e dispersa precipitação de carbonitretos de

nióbio já na fase ferrítica terão grande influência em uma possível recristalização ferrítica, bem como no crescimento dos grãos ferríticos. (6-13)

A precipitação de carbonitretos de nióbio na ferrita pode ser feita com coerência parcial com a matriz, ocorrendo uma fina dispersão, aumentando a dureza e a resistência mecânica deste tipo de material. (10-11, 15-16)

Esta precipitação fina provoca atraso no crescimento de grão recristalizado pois pode ancorar os contornos de grãos e contornos de subgrãos, fazendo com que a taxa de recristalização diminua.

A efetiva estabilização dos contornos de grãos pelos precipitados finos será tanto maior quanto menor for o tamanho dos precipitados e mais lenta sua taxa de coalescimento, desde que esteja menor que a taxa de crescimento de grão. (11-13, 17)

A temperatura de bobinamento na operação de laminação de tiras quente tem grande influência nos tamanhos e dispersão dos precipitados, pois quanto maior for a temperatura de acabamento e menor a temperatura de bobinamento maior será a tendência de se manter o nióbio em solução sólida na ferrita e este se precipitaria de forma de carbonetos finos e dispersos na ferrita, em um subsequente tratamento de crescimento de grãos. (6-8, 10-11)

A força-motriz para o crescimento de grão recristalizado quando submetido a presença de partículas finas foi representada por Zener<sup>(13)</sup> como:

$$F = 2TV/R - 3TVf/2r \quad (1)$$

onde:

T - energia de contorno de grão recristalizado;

V - volume molar;

R - raio de grão recristalizado;

f - fração volumétrica dos precipitados; e

r - raio médio dos precipitados.

Como já relatado no item 2.1.1, a força-motriz para crescimento de grão diminui com o decréscimo do tamanho dos precipitados, do aumento da fração volumétrica e do tamanho do grão recristalizado.

O crescimento dos precipitados faz com que o efeito de ancoramento diminua, começando a liberar os contornos de grão ferríticos e deste modo um decréscimo na dureza do material pode ser verificado. (4,9-11,14-16)

### 3- MATERIAL E MÉTODO EXPERIMENTAL

#### 3.1- Material

O material escolhido foi um aço microligado ao nióbio utilizado para estampagem contendo 0,04%Nb; 0,07%C; 0,65%Mn.

#### 3.2- Coleta de amostras

As amostras foram coletadas após laminação de tiras a quente da Cia. Siderúrgica Paulista - COSIPA.

Retirou-se uma amostra do material com as seguintes dimensões: 1100 x 300 x 3,35mm.

Estas amostras foram cortadas em amostra menores com 50 x 300 x 3,35mm, com este corte sendo paralelo a direcção de laminação.

A partir destas amostras foram preparadas as amostras para sofrerem o tratamento térmico para crescimento de grão, tendo: 50 x 15 x 3,35mm.

### 3.3- Tratamento térmico das amostras envelhecidas

As amostras do material laminado a quente foram envelhecidas em forno de banho de sal na temperatura de 630°C com os seguintes tempos de tratamento: 60, 90, 120, 150, 180, 240, 300, 450, e 600 minutos. A composição do banho de sal utilizado foi de 35% de nitrito de sódio e 65% de nitrato de potássio, em peso.

Após completarem o tempo de tratamento as amostras eram resfriadas em água.

### 3.4- Metalografia quantitativa

As amostras foram cortadas, embutidas em baquelite e passaram pelos processos de lixamento em lixas com grana 180, 240, 360, 400, e 600 e polimento em pasta de diamante de 6, 3 e 1 micrometro.

As amostras foram atacada com nital a 5% e picral a 3% com os tempos variando entre 40 e 90 segundos.

Em algumas amostras fez-se o ataque metalográfico com uma mistura de nital e picral 1:5.

Em todas as amostras determinou-se o tamanho de grão ferrítico e a respectiva dureza.

Para a determinação do tamanho de grão utilizou-se como linha teste um círculo com perímetro de 251327 micrometros. Em cada campo analisado havia no mínimo 30 interceptos.

A microdureza Vickers foi realizada com a aplicação de uma carga de 500g.

Todas as medidas foram realizadas até se atingir um erro da média inferior a 5% com um intervalo de confiança de 95% de precisão. (18-19)

Para maior facilidade no processamento dos dados e análise estatística foi desenvolvido um programa na linguagem basic para microcomputadores compatíveis com a linha APPLE ou IBM/PC.

#### 4- RESULTADOS E DISCUSSÃO

A tabela I mostra os resultados obtidos indicando o valor médio, desvio padrão e o número de medidas para cada grandeza estudada.

A figura 2 mostra a evolução do tamanho de grão com o aumento do tempo de envelhecimento.

O tamanho de grão permanece praticamente constante, ao redor de 4,5 micrometros, até um tempo de 2,5 horas, confirmando-se que os carbonitretos de nióbio são fortes ancoradouros de contornos de grão. A partir de então começa a evolução do tamanho de grão até um máximo de 5,9 micrometros para o tempo de



dez horas.

MATERIAL	TAMANHO DE GRAO ( m )			DUREZA VICKERS		
	Média	n	D.P.	Média	n	D.P.
LTO	4,36	15	0,12	175	40	7
QE60	4,48	15	0,22	180	10	6
QE90	4,46	15	0,26	187	10	4
QE120	4,39	15	0,27	183	10	3
QE150	4,30	15	0,54	192	10	8
QE180	4,42	20	0,12	195	10	6
QE240	4,58	15	0,17	190	10	5
QE300	5,13	10	0,27	194	10	5
QE450	5,67	10	0,28	189	10	5
QE600	5,89	10	0,20	183	10	7

Tab. I: Dados obtidos para tamanho de grão ferrítico e dureza Vickers para os diversos tempos de tratamento térmico.

O material proveniente do Laminador de Tiras a Quente terminou a laminação a 870°C, sendo bobinado a 570°C. Isto acarreta a utilização de chuveiros de resfriamento antes do bobinamento, levando a manter parte do nióbio em solução sólida na ferrita. Este nióbio precipita na ferrita, na forma de carbonitretos de nióbio finos durante o tratamento a 630°C, o que atrasa o

crescimento do grão.

A figura 2 mostra também o ajuste dos pontos experimentais com as equações empíricas que descrevem o crescimento de grão ao longo do tempo para tratamentos isotérmicos<sup>(20)</sup>:

$$D = 3,372 t^{0,248} \quad (2)$$

$r^2 = 0,97$       E.P.E. = 0,103      99% Confiança

$$D = 6,622 - 3,654 \times 0,845^t \quad (3)$$

$r^2 = 0,94$       E.P.E. = 0,094      97% Confiança

onde  $D$  é o tamanho de grão ferrítico, em micrometros, e  $t$  é o tempo de tratamento, em horas. O valor do expoente do tempo na equação (2) - 0,248 - foi menor do que o observado para metais puros - 0,5. Isto é justificado, uma vez que o aço aqui estudado não é um metal puro e seu crescimento de grão sofre forte efeito do retardamento proporcionado pela concentração e grau de dispersão dos carbonetos, bem como dos elementos de liga presentes em solução sólida no aço, o que se traduz matematicamente no abaixamento desse expoente na equação (2).

As fotos 1 e 2 mostram a microestrutura do material laminado a quente e QE240, respectivamente.

A evolução da microdureza Vickers ao longo do tratamento térmico, figura 3, revela um ligeiro aumento da dureza até cerca de 2,5 horas. A partir de então ela começa a declinar.

Esse aumento na dureza é justificado pelo nióbio ainda em solução sólida na ferrita, que se precipitaria na forma

de carbonetos finamente dispersos. Quando esses carbonetos começam a se redissolver e a se reprecipitar nos carbonetos maiores, diminuindo a força de ancoramento dos contornos de grão, como visto na equação (1) e liberando estes para o crescimento de grão ferrítico. Em consequência, a dureza começa a cair, devido a menor área de contornos de grão presente na microestrutura.

#### 5- CONCLUSÕES

-- Verificou-se o efeito da precipitação de carbonitreto de nióbio na restrição ao crescimento de grão ferrítico durante o recozimento isotérmico a 630°C.

-- Verificou-se um aumento na dureza do material devido à fina precipitação de carbonitretos de nióbio na ferrita durante o tratamento térmico.

-- A liberação dos contornos de grande ângulo para crescimento de grão e a queda na dureza após 2,5 horas sugerem o coalescimento dos precipitados finos de nióbio na ferrita.

#### 6- AGRADECIMENTOS

Os autores deste estudo agradecem a colaboração da estagiária técnica de metalurgia do Departamento de Engenharia Metalúrgica da EPUSP, Andrea Pires Groff, pelos trabalhos executados.

## 7- BIBLIOGRAFIA

1. COTTRILL, P. & MOULD, P.R. "Recrystallization and Grain Growth in Metals", Surrey University, London, 1976.
2. HAESSNER, F. "Recrystallization of Metallic Materials", Dr. Riederer Verlag GmbH, 1978.
3. BYRNE, J.G. "Recovery, Recrystallization and Grain Growth", The Macmillan Co., New York, 1965.
4. SHEWMON, P.G. "Transformations in Metals", McGraw-Hill Book Co., New York, 1965.
5. PORTER, D.A. & EASTERLING, K.E. "Phase Transformation in Metals and Alloys", Van Nostrand Reinhold Co., New York, 1981.
6. GILLANDRES, R. et al. "Some Observations on the Development of Deep Drawing Characteristics in Low Carbon Steels containing 0,07 to 0,27 wt% Niobium". British Steel Corp. Report, 1975, 39p.
7. LOTTER, V. et al. In: RECRYSTALLIZATION AND GRAIN GROWTH OF MULTIPHASE AND PARTICLE CONTAINING MATERIALS. Roskilde, Denmark, RISO National Laboratory, 1980. 377p.
8. GLOVER, G. et al. Metals Forum, 1(1):35-44, 1978.
9. IMAI, Y. et al. Transactions of the ISIJ, 9:335-342, 1967.
10. MESSIEN, P. et al. C.R.M. Metallurgical Reports, 49:3-21, 1976.
11. GLADMAN, T. et al. Journal of the Iron and Steel Institute, Maio 1971, 380-390.
12. HOOK, R.E. et al. Metallurgical Transactions A, 6A:1443-1451, 1975.
13. DAVIDSON, A.P. et al. Metal Science, Mar-Abr 1979, 170-178.
14. GRAY, J.M. et al. Journal of the Iron and Steel Institute, Agosto 1965, 812-818.
15. SATOH, S. et al. Transactions of the ISIJ, 26:737-744, 1986.
16. MOULD, P.L. et al. Metallurgical Transactions, 3:3121-3132, 1972.
17. GAVEN, J.A. et al. Scandinavian Journal of Metallurgy, 4:250-254, 1975.

18. PADILHA, A.F. & AMBROZIO FILHO, F. "Técnicas de Análise Microestrutural", Hemus Editora, São Paulo, 1985.
19. A.S.T.M. Norma ASTM E526-76, 1982.
20. GORELIK, S.S. "Recrystalization in Metals and Alloys". Mir Publishers, Moscou, 1981. 479 p.

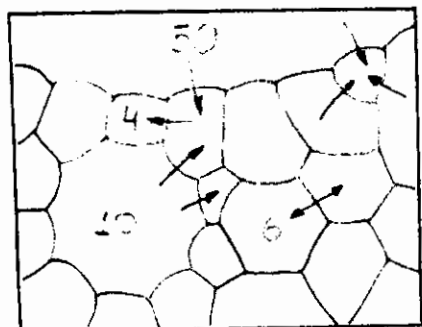


Figura 1: Modelo planar de crescimento de grão<sup>(4)</sup>.

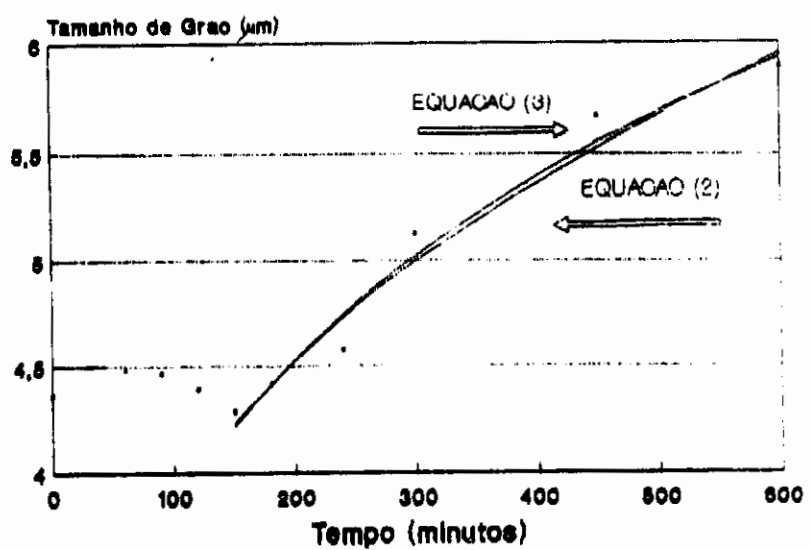


Figura 2: Evolução do tamanho de grão ferrítico durante o tratamento térmico a 630°C.

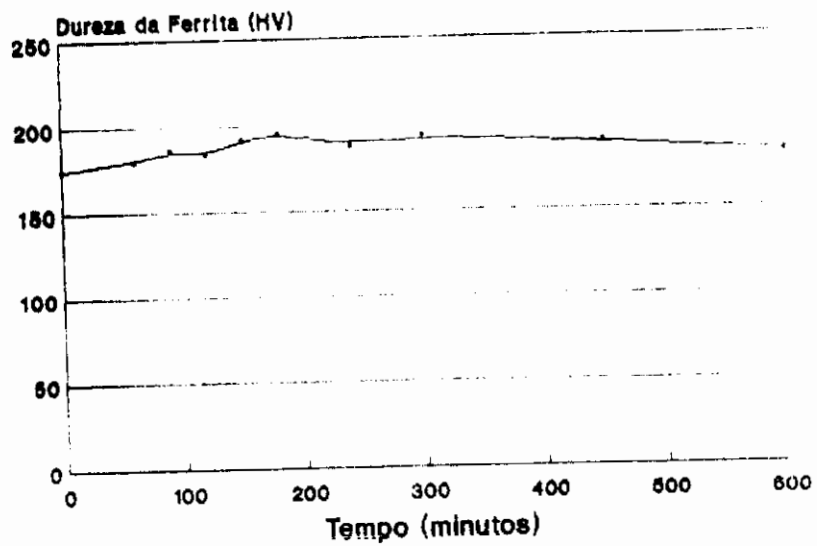


Figura 3: Evolução da dureza Vickers durante o tratamento térmico a 650°C.

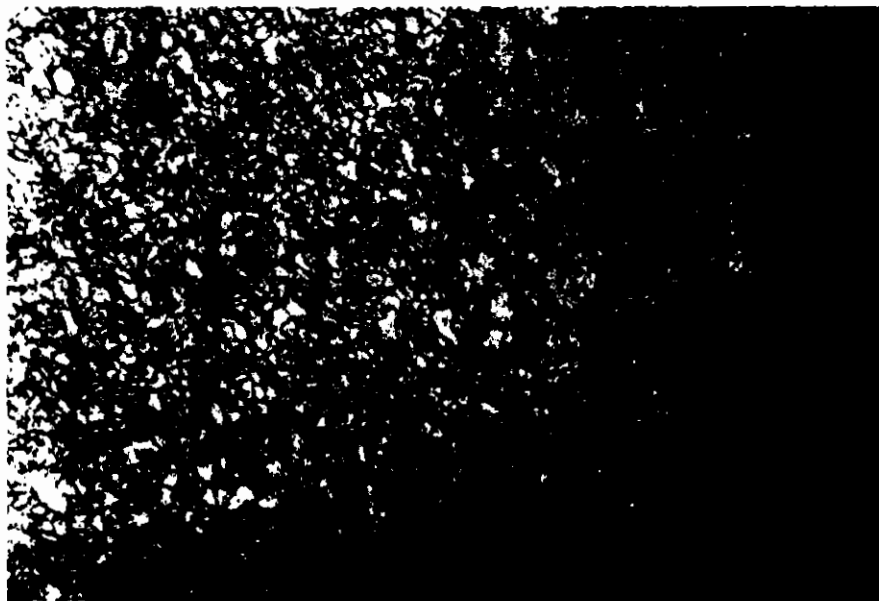


Foto 1: Microestrutura do material laminado a quente. Nital 5%.  
Aumento: 800 x.

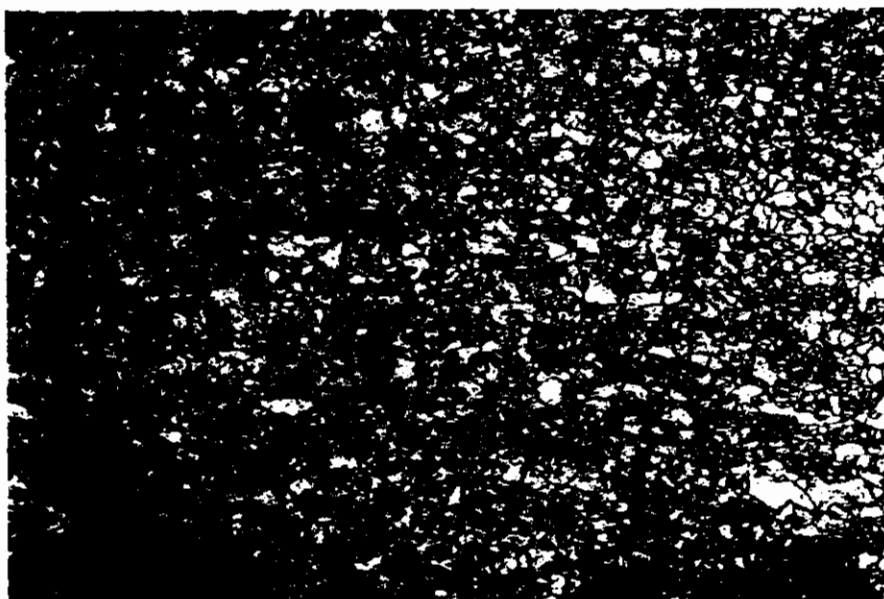


Foto 2: Microestrutura da amostra QE240. Nital 5%. Aumento:  
400 x.