

# CONTRIBUIÇÃO DA PRECIPITAÇÃO INTERFÁSICA À RESISTÊNCIA MECÂNICA EM TIRAS A QUENTE

Hans-Jürgen Kestenbach<sup>1</sup>  
Sandro da Silva Campos<sup>2</sup>

## Resumo

O papel da precipitação interfásica no endurecimento por precipitação de aços microligados continua sendo mal esclarecido. Sabe-se que deve ser importante, mas não até que ponto, uma vez que a precipitação interfásica aparece em alguns grãos ferríticos, em outros não. Nesse trabalho será apresentado um estudo “grão por grão” de três aços comerciais processados em linha industrial para tiras a quente, com o objetivo de determinar o número de grãos beneficiados pela precipitação interfásica e quantificar sua contribuição real à resistência mecânica do aço. Medidas de microdureza e observações no microscópio eletrônico de transmissão foram utilizadas como métodos experimentais. Os resultados indicaram que a precipitação interfásica, a precipitação na austenita e a geração de discordâncias durante a transformação contribuem ao endurecimento de tiras a quente em níveis semelhantes, sendo as contribuições da precipitação interfásica e das discordâncias favorecidas por baixas temperaturas de transformação.

**Palavras-chave:** aços microligados, precipitação interfásica, endurecimento por precipitação

## Intherfase Precipitation Strengthening in Hot-Rolled Strip

### Abstract

The role of interphase precipitation as a strengthening mechanism in microalloyed steels is not well understood. It is known to be important, but there is a lack of quantitative information due to the fact that interphase precipitation occurs in some but not in other ferrite grains. This work presents a “grain by grain” investigation of three commercial hot strip steels, in an attempt to determine the number of ferrite grains strengthened by interphase precipitation, and thus to quantify the real effect of this precipitation mode on yield strength. Microhardness measurements and transmission electron microscopy observations were employed as the most important experimental techniques. The results indicate that rather similar contributions may be expected to come from interphase precipitation, precipitation in austenite and dislocation strengthening, and that lower transformation temperatures provide the key to larger effects of both interphase precipitation and dislocation strengthening.

**Key-words:** microalloyed steels, interphase precipitation, precipitation strengthening.

### INTRODUÇÃO

O endurecimento por precipitação de carbonitreto é um dos mecanismos mais importantes para aumentar a resistência mecânica em aços microligados. Estudos recentes indicaram que, em aços comerciais, esse endurecimento pode ser provocado por duas populações distintas de carbonitreto [1-3]: os que nascem na austenita durante a deformação a quente e os que se formam na interface  $\gamma/\alpha$  durante a transformação (precipitação interfásica). Embora apresente um potencial de endurecimento maior devido a partículas mais finas, o verdadeiro papel da precipitação interfásica não é bem conhecido,

uma vez que ela aparece em alguns dos grãos ferríticos apenas, e em outros não [2].

Em estudo anterior, medidas de microdureza grão por grão foram iniciadas para obter dados estatísticos sobre a ocorrência da precipitação interfásica [4]. A expectativa, obviamente, era de que os grãos com precipitação interfásica apresentariam uma dureza maior que os outros. Foram investigados três aços comerciais, todos laminados numa mesma linha industrial para tiras a quente. Para ajudar na interpretação dos dados, foi incluído um aço com baixo limite de escoamento que, conforme resultados anteriores, deveria apresentar endurecimento por precipitação apenas pelos carbonitreto formados na austenita [1,2]. Além disso, tratamentos térmicos de normalização foram agora acrescentados numa tentativa de anular (ou pelo menos reduzir) o endurecimento pela precipitação interfásica através do coalescimento das suas partículas

<sup>1</sup>Professor titular, Departamento de Engenharia de Materiais, UFSCar, São Carlos

<sup>2</sup>Anteriormente bolsista de doutorado, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, UFSCar, São Carlos, SP

**Tabela 1.** Composição Química dos Aços Comerciais em Porcentagem de Peso

Aço	C	Mn	Si	P	S	Al	Nb	Ti	N
Nb	0,07	0,68	0,01	0,012	0,009	0,04	0,04	-	0,009
NbTi-1	0,12	1,20	0,33	0,023	0,008	0,05	0,06	0,05	0,008
NbTi-2	0,11	1,54	0,28	0,026	0,007	0,01	0,04	0,11	n. d.

mais finas durante a re-austenitização. Finalmente, observações detalhadas no microscópio eletrônico de transmissão foram realizadas para demonstrar que os resultados de microdureza podem ser interpretados como efeitos verdadeiros da precipitação interfásica.

## MATERIAIS E MÉTODOS

A Tabela 1 apresenta a composição química dos aços comerciais que receberam os nomes Nb ou NbTi conforme os elementos de microliga adicionados. Todos os aços foram processados na mesma linha industrial para tiras a quente, com espessuras finais variando entre 7mm e 10 mm. Amostras foram investigadas em duas condições: no estado recebido (bobinado), e após um tratamento de normalização a 900 °C por 30min. Limites de escoamento foram determinados como média de três ensaios de tração, enquanto valores de macrodureza foram levantados como média de dez medidas individuais de Vickers, utilizando uma carga de 20kg. Uma carga de 5g foi empregada para as medidas de microdureza.

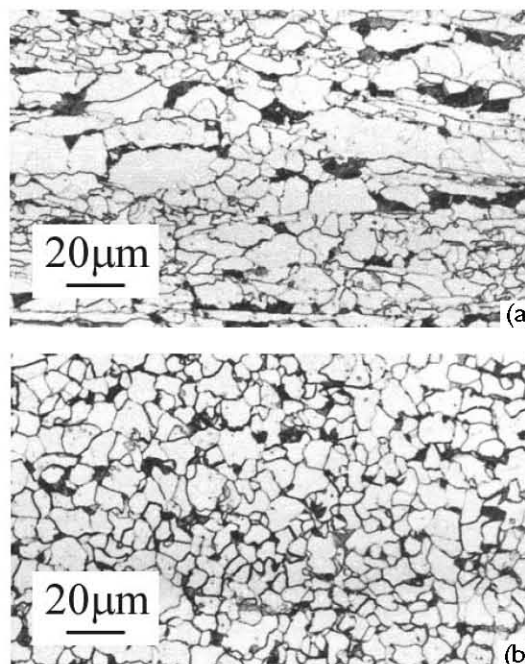
Os estudos microestruturais utilizaram microscopia ótica para determinar o tamanho de grão da ferrita e microscopia eletrônica de transmissão para investigar as contribuições dos carbonitretos e de discordâncias ao endurecimento. Nas amostras do aço NbTi-2, metalografia quantitativa foi utilizada para determinar tamanho e fração volumétrica de precipitados e a densidade de discordâncias. Nesses casos, a espessura local da amostra foi medida pelo número de franjas geradas em contornos de grão sob condições controladas de contraste [5].

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Microestrutura e Propriedades Mecânicas

Todos os aços apresentaram uma microestrutura de ferrita e perlita, com a Figura 1 mostrando um exemplo para o aço NbTi-1.

Propriedades mecânicas em aços de baixo teor de carbono são frequentemente avaliadas com referência a equações empíricas, desenvolvidas há muitos anos por Pickering e colabora-



**Figura 1.** Microestrutura ótica do aço NbTi-1. Após bobinado em (a), após normalização em (b). Aumentos de 270 X.

dores [6], e que consideram apenas os efeitos de endurecimento por solução sólida e do tamanho de grão. As diferenças entre valores calculados e os resultados experimentais, determinados através de ensaios de tração, podem então ser relacionadas com a presença de mecanismos adicionais de endurecimento, como por exemplo o endurecimento por precipitação.

A Tabela 2 apresenta as propriedades mecânicas para cada um dos três aços investigados, no estado bobinado e após a normalização, em forma dos limites de escoamento e da dureza Vickers, dos “limites de escoamento básicos” calculados pela equação de Pickering [6], e das contribuições globais dos “mecanismos adicio-

**Tabela 2.** Propriedades Mecânicas, Coeficientes de Meyer, Tamanho de Grão da Ferrita e Valores Calculados dos “Limites de Escoamento Básicos” ( $LE_{bas}$ ) e das “Contribuições Adicionais ao Endurecimento” ( $\Delta LE$ ).

Aço	Após Bobinamento						Após Normalização					
	LE [MPa]	$H_v$	m	d [ $\mu m$ ]	$LE_{bas}$ [MPa]	$\Delta LE$ [MPa]	LE [MPa]	$H_v$	m	d [ $\mu m$ ]	$LE_{bas}$ [MPa]	$\Delta LE$ [MPa]
Nb	310	126	2,12	10,0	251	59	312	127	2,12	10,0	251	61
NbTi-1	534	219	2,11	5,0	367	167	426	168	2,11	5,5	357	69
NbTi-2	603	243	2,12	4,2	396	207	462	188	2,12	4,5	386	76

nais de endurecimento”. Devem ser destacadas as principais diferenças entre o aço Nb, que mostrou baixa resistência mecânica (310 MPa) e a manteve após a normalização, e os aços NbTi que apresentaram alta resistência mecânica (534 e 603 MPa, respectivamente) mas perderam boa parte dela durante a normalização. Convém esclarecer que estas diferenças não se devem apenas aos elementos de microliga adicionados (Nb ou Nb+Ti), mas também à composição química básica dos aços (teores menores de C, Mn e Si no aço Nb, teores maiores de C, Mn e Si nos aços NbTi). Foram também incluídos na Tabela 2 os coeficientes de Meyer,  $m$ , que, conforme equação empírica de Cahoon *et al.* [7], permitem a conversão de dureza Vickers para limite de escoamento e vice-versa.

Os resultados das medidas de microdureza são mostrados na Figura 2, com cada gráfico representando a distribuição de dureza determinada a partir de 200 grãos individuais. Os seguintes aspectos devem ser destacados porque serão utilizados em seguida para identificar o endurecimento pela precipitação interfásica:

- Os grãos dos aços NbTi (meio e lado direito da figura) apresentaram dois níveis distintos de dureza no estado laminado, separados mais nitidamente no caso do aço NbTi-2;
- Para ambos os aços NbTi, o tratamento de normalização acabou com o segundo pico, o que significa que os grãos de maior dureza perderam a sua fonte de endurecimento adicional durante a normalização;
- Os grãos do aço Nb não apresentaram dois picos de dureza, e a sua dureza média não foi afetada pelo tratamento de normalização.
- No caso dos aços NbTi, não apenas os grãos de dureza, maior mas também os grãos de dureza menor perderam uma parte da sua dureza durante a normalização e

### Fontes de Endurecimento Adicional

As observações no microscópio eletrônico permitiram identificar a presença de carbonitretos finos e de discordâncias como prováveis fontes de endurecimento adicional. A Figura 3 apresenta exemplos não necessariamente típicos para cada aço no estado bobinado. Conforme a Figura 3(a), todos os aços mostraram distribuições semelhantes de carbonitretos formados na

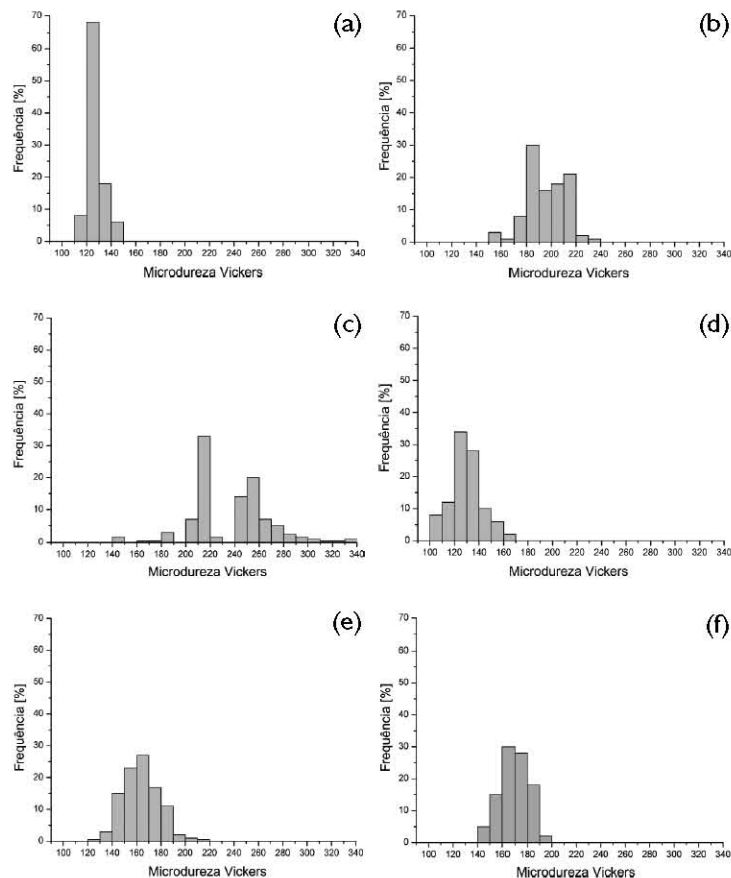


Figura 2. Distribuição da microdureza Vickers em 200 grãos individuais ferríticos. Aços bobinados em cima, aços normalizados em baixo. Na esquerda, aço Nb em (a) e (d). No meio, aço NbTi-1 em (b) e (e). Na direita, aço NbTi-2 em (c) e (f).

austenita. Já em relação à precipitação interfásica, Figura 3(b), poucos exemplos (dois em 20 grãos observados [2], portanto em apenas 10% dos grãos) foram encontrados nos aços Nb e NbTi-1, enquanto exemplos freqüentes (27 grãos em 51 observados [8], portanto em aproximadamente 50% dos grãos investigados) foram encontrados no aço NbTi-2. Além disso, a precipitação interfásica no aço Nb apresentava distribuições mais grosseiras semelhantes às distribuições formadas pelos carbonitretos na austenita [2], devido aos seus teores menores de C, Mn e Si que fizeram a transformação  $\gamma \rightarrow \alpha$  ocorrer em temperaturas maiores.

A temperatura de transformação  $\gamma \rightarrow \alpha$  também explica as diferenças observadas em relação à presença de discordâncias, mostradas na Figura 3(c). Geralmente, supõe-se que discordâncias apenas contribuem ao endurecimento quando a microestrutura ferrítica se apresenta de forma acicular. No entanto, discordâncias podem ser geradas em microestruturas de ferrita poligonal, devido à diferença entre os volumes específicos da austenita e da ferrita [9]. Como mostra a Figura 3(c), a densidade destas discordâncias foi bem maior nos aços NbTi, certamente devido a temperaturas de transformação mais baixas provocadas pelos teores maiores de C, Mn e Si.

Finalmente, os valores  $\Delta LE$  na Tabela 2 mostram a soma do

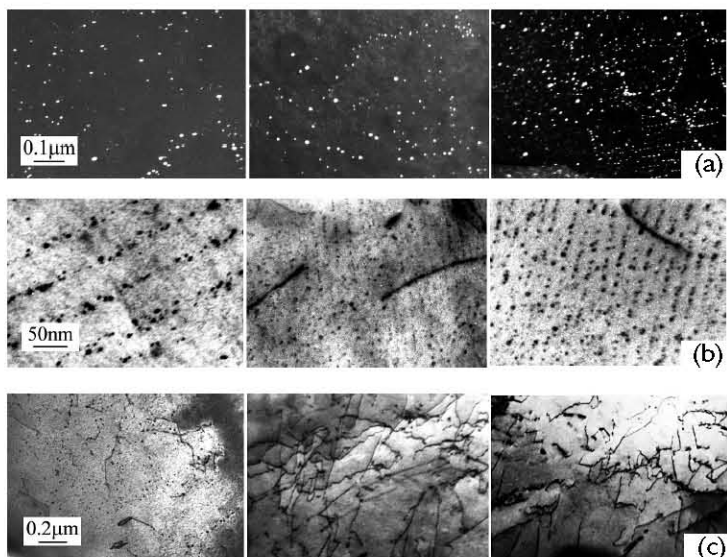


Figura 3. Precipitação de carbonitretos na austenita em (a), aumento 65.000X. Precipitação interfásica em (b), aumento 145.000X. Discordâncias introduzidas durante a transformação  $\gamma \rightarrow \alpha$  em (c), aumento 29.000X. Aço Nb, à esquerda, aço NbTi-1, no meio, aço NbTi-2 à direita.

endurecimento adicional (endurecimento por precipitação e por discordâncias) e os efeitos da normalização sobre ele. Notam-se mais uma vez, mas agora em termos quantitativos, as diferenças entre o aço Nb (endurecimento adicional pequeno que resiste à normalização) e os aços NbTi (endurecimento adicional maior que é reduzido durante a normalização).

### Interpretação Qualitativa das Medidas de Microdureza

Uma primeira avaliação qualitativa dos resultados de microdureza e, em particular, das diferenças do aço Nb em comparação aos aços NbTi, pode ser feita considerando-se os mecanismos adicionais de endurecimento identificados na seção 3.2 e quantificados na Tabela 2. Para tanto, supõe-se que o endurecimento adicional do aço Nb, no valor aproximado de 60 MPa, fosse provocado apenas pela precipitação de carbonitretos mais grosseiros, principalmente daqueles formados na austenita [2], uma vez que a densidade de discordâncias nesse material é baixa e a precipitação interfásica rara e, quando presente, também com distribuição grosseira. Esses carbonitretos, já formados em temperaturas mais elevadas, devem apresentar resistência maior contra o coalescimento durante o tratamento de normalização.

Nos aços NbTi, por outro lado, a presença de discordâncias e de precipitação interfásica mais fina pode ser responsabilizada pelo endurecimento adicional maior, atingindo a faixa de 200 MPa no caso do aço NbTi-2. Considerando-se o eventual coalescimento dos carbonitretos mais finos durante o re-aquecimento até 900 °C, e a “perda” de discordâncias devido ao resfriamento mais lento após a normalização (durante o processamento industrial, a tira a quente passa por cortina de água antes do bobinamento), pode ser justificada, pelo menos em princípio, a volta do endurecimento adicional aos níveis garantidos pela precipitação mais grosseira apenas. Os valores de aproximadamente 70 MPa apresentados na Tabela 2 para os aços NbTi normalizados certamente estariam de acordo com este raciocínio.

Uma conclusão importante pode ser deduzida a partir do comportamento diferenciado do aço Nb em comparação aos aços NbTi: uma maior resistência mecânica da tira a quente depende da temperatura de transformação  $\gamma \rightarrow \alpha$ , controlável através da composição química básica (teores de C, Mn e Si).

### Interpretação Quantitativa das Medidas de Microdureza

Para confirmar os argumentos apresentados na seção 3.3, metalografia quantitativa foi utilizada no caso do aço NbTi-2 para calcular as contribuições individuais dos carbonitretos e das discordâncias ao endurecimento através de equações empíricas. Maiores detalhes podem ser encontrados na íntegra do trabalho apresentado no 58º Congresso Anual da ABM no Rio de Janeiro, Julho de 2003.

Os resultados pertinentes destes cálculos (endurecimento de 112 MPa pela precipitação interfásica e de 64 MPa pelas discordâncias na amostra bobinada, e a perda da maior parte deste endurecimento na amostra normalizada)

Tabela 3. Comparação entre Microdureza e Contribuições ao Limite de Escoamento

Aço	Dados Experimentais				Dados Calculados			
	Microdureza	LE <sup>(a)</sup>	LE <sub>bas</sub> <sup>(b)</sup>	$\Delta LE_{disc}$	$\Delta LE_{ppt}$ [MPa]	LE <sub>total</sub>		
NbTi-2	Pico	H <sub>V</sub>	[MPa]	[MPa]	[MPa]	em $\gamma$	$\gamma \rightarrow \alpha$	[MPa]
Bobinado	1º	215	534	396	64	92	-	552
	2º	255	632	396	64	92	112	665
Normalizado	único	170	422	386	-	35 + 51 = 86 <sup>(c)</sup>		472

(a) Conversão de dureza para LE

(b) Ver Tabela 2

(c) Contribuição de todos os carbonitretos, pois a precipitação interfásica se misturou com a precipitação na austenita.

foram confrontados com os dados de microdureza na Tabela 3. Nesse caso, devido ao pico único de microdureza no caso da amostra normalizada, foi aplicada na Tabela 3 uma regra de mistura para o endurecimento por precipitação, onde metade dos grãos contribuíram apenas com carbonitretos originalmente formados na austenita (70 MPa após a normalização), enquanto na outra metade dos grãos reinava a precipitação geral (102 MPa após a normalização).

A concordância entre as medidas de microdureza, convertidas em limites de escoamento LE na terceira coluna, e os valores calculados  $LE_{total}$  apresentados na última coluna da Tabela 3 pode ser considerada excelente. Na amostra bobinada, as diferenças entre os dados

experimentais e os dados calculados ficaram em apenas 3% para o primeiro e 5% para o segundo pico de microdureza. No caso da amostra normalizada, a diferença atingiu um valor de 12% que, no entanto, pode ser considerado bem razoável tendo em vista a dificuldade de gerar medidas estatisticamente significativas no microscópio eletrônico de transmissão.

Pela primeira vez, portanto, foi quantificado o endurecimento por precipitação interfásica num aço microligado comercial, com contribuições médias locais acima de 100 MPa (nos grãos que apresentaram este modo de precipitação). Baseando-se numa regra de mistura e lembrando que a precipitação interfásica no aço NbTi-2 foi encontrada em aproximadamente 50% dos grãos investigados, a contribuição total dela teria alcançado um valor em torno de 55 MPa, numa faixa comparável ao endurecimento por discordâncias mas num nível menor que o endurecimento por precipitação na austenita.

## CONCLUSÕES

Foi investigado o efeito de endurecimento que a precipitação interfásica pode exercer em aços microligados comerciais, com processamento industrial para tiras a quente. O trabalho levou às seguintes conclusões:

- A contribuição média local da precipitação interfásica (nos grãos que foram beneficiados) atingiu valores acima de 100 MPa num aço de 0,04%Nb e 0,11% Ti;
- A contribuição real da precipitação interfásica à resistência total do aço pode ser monitorada por medidas de microdureza realizadas “grão por grão” na microestrutura ferrítica;
- Em comparação a outros mecanismos de endurecimento, a precipitação interfásica mostrou um efeito global semelhante ao endurecimento por discordâncias, mas menor que o endurecimento por precipitação de carbonitretos formados na austenita e
- Um tratamento térmico de normalização acaba com o endurecimento adicional da precipitação interfásica em tiras a quente.

## Agradecimentos

Este trabalho contou com o apoio da Fapesp em forma de auxílio à pesquisa (Processo 99/11101-30). Os autores também agradecem bolsas de pesquisa do CNPq (HJK) e da Fapesp (SSC). Amostras dos aços comerciais foram gentilmente fornecidas pela Cosipa.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ITMAN, A.; CARDOSO, K.R.; KESTENBACH, H.-J. Quantitative study of carbonitride precipitation in niobium and titanium microalloyed hot strip steel. **Materials Science and Technology**, London, v.13, n.1, p.49-56, Jan. 1997.
- CAMPOS, S.S.; MORALES, E.V.; KESTENBACH, H.-J. On strengthening mechanisms in commercial Nb-Ti hot strip steels. **Metallurgical and Materials Transactions**, New York, v.32A, n.5, p.1245-1248, May 2001.
- GALLEGO, J.; KESTENBACH, H.-J. On dispersion hardening of microalloyed hot strip steels by carbonitride precipitation in austenite. **Scripta Materialia**, New York, v.44, n.5, p.791-796, Mar. 2001.
- CAMPOS, S.S.; MORALES, E.V.; KESTENBACH, H.-J. Precipitação interfásica em aços microligados comerciais com diferentes teores de elementos microligantes. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 56., 2001, Belo Horizonte, MG. **Anais...** São Paulo: ABM, 2001. 1 CD-ROM, p.370-379.



- KESTENBACH, H.-J.; BOTTA FILHO, W.J. **Microscopia eletrônica: transmissão e varredura**. São Paulo: ABM, 1994. p.80.
- PICKERING, F.B. **Physical metallurgy and the design of steels**. London: Applied Science Publisher, 1978. p.63.
- CAHOON, J.R.; BROUGHTON, W.H.; KUTZAK, A.R. The determination of yield strength from hardness measurements. **Metallurgical Transactions**, New York, v.2, n.7, p.1979-1983, Jul. 1971.
- CAMPOS, S.S. **Precipitação fina de carbonitretos em aço microligado comercial com processamento industrial para tiras a quente**. 2003. 103 p. Tese (Doutorado – Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, 2003.
- HONEYCOMBE, R.W.K. Ferrite. **Metal Science**, London, v.14, n.6, p.201-214, Jun. 1980.