

ESTUDO COMPARATIVO DE MÉTODOS DE AVALIAÇÃO DA RECRISTALIZAÇÃO PARA O AÇO INOXIDÁVEL FERRÍTICO AISI 430E

Alessandra Cunha Ferreira ¹
Dâmia Carina Dias do Carmo ¹
Diana María Pérez Escobar ²
Dagoberto Brandão Santos ³

Resumo

Os aços inoxidáveis ferríticos estabilizados requerem um bom desempenho nas operações de estampagem. Portanto, é necessário o conhecimento da formação de sua textura, que depende da laminação a quente, a frio e recozimento. Este trabalho avalia a evolução microestrutural do aço inox ferrítico AISI 430 estabilizado com nióbio laminado a frio com redução de 80% seguido de recozimentos isócronos em temperaturas de 400°C a 1000°C. A quantificação da recristalização foi feita através da fração recozida em função da temperatura, obtida pela curva de microdureza Vickers. Foi usada microscopia eletrônica de varredura e difração de elétrons retroespalhados (Electron Back Scatter Diffraction - EBSD). Concluiu-se que para um encharque de 900s a recristalização se inicia a 700°C, e a 750°C o aço se encontra completamente recristalizado, alcançando um tamanho de grão de 8,5 μm .

Palavras-chave: Aço inoxidável ferrítico; Laminação a frio; Recristalização; Difração de elétrons.

INVESTIGATION ON THE ASSESSMENT OF THE ANEALING EVALUATION OF THE 430E FERRITIC STAINLESS STEEL

Abstract

Ferritic stainless steels may require good stamping properties. In order to achieve the best performance it is necessary to know its texture behavior during hot and cold processing. The present work, investigated the microstructural evolution of niobium-stabilized ferritic stainless annealed steel after 80% thickness reduction. Samples were taken from work hardened condition and isochronous annealed at the temperature range of 400°C to 1000°C. The recrystallized volume fraction has been reported as the softened fraction measured by Vickers microhardness in each temperature. Data analysis was also supported electron backscatter diffraction (EBSD). Results show that the crystallization begins at 700°C for a soaking time of 900s. At about 750°C the steel is fully recrystallized and having grain size of 8,5 μm .

Keywords: Ferritic stainless steel; Cold rolling; Recrystallization; EBSD.

I INTRODUÇÃO

Aços inoxidáveis ferríticos são aplicados em diferentes setores como indústrias de açúcar e álcool, usinas de energia, soldas, escapamentos de automóveis, construção civil, eletrodomésticos e utensílios para cozinha [1-6]. A adição de Nb e Ti é basicamente destinada a estabilizar os intersticiais (C e N) e evitar a precipitação de carbeto de cromo durante a soldagem e evitar a corrosão por sensitização [1,2]. Quando comparados aos aços inoxidáveis austeníticos, os aços ferríticos

apresentam maior limite de escoamento, baixo coeficiente de encruamento e menor ductilidade [1]. Assim, os aços inoxidáveis ferríticos são menos adequados que os austeníticos em aplicações de conformação a frio, pois os carbonitretos de nióbio afetam o processo de recuperação e recristalização do aço [1,5,7,8]. A presença de partículas grosseiras de tamanho médio superior a 1 μm favorece a nucleação durante a recristalização [1], ou seja, após o início da recristalização, os mecanismos

¹Graduandas em Engenharia Metalúrgica, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil. E-mail: alessandra.metalurgia@gmail.com; damiacarina@hotmail.com

²Pós-doutora, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil. E-mail: diana.perezescobar@gmail.com

³Professor Associado IV, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG, Belo Horizonte, MG, Brasil. E-mail: dsantos@demet.ufmg.br

de rearranjo de deslocamentos são facilitados, formando regiões livres de defeitos associadas a contornos de alto ângulo com alta mobilidade e capaz de migrar rapidamente sobre a matriz encruada ou recuperada [2,9,10]. O equivalente a 10% da energia despendida na laminação a frio é armazenado no material na forma de defeitos cristalinos [2,9,10]. Esses defeitos localizam-se próximo a essas partículas, o que aumenta o potencial de recristalização local. Regiões que possuem grande quantidade de defeitos cristalinos são as regiões de heterogeneidade de deformação (bandas de cisalhamento e de deformação), que são favoráveis à ocorrência de nucleação [7,8,11]. A formação de textura pronunciada ocorre devido às condições de processamento do material, tais como laminação e recozimento [1,2,5-8]. O comportamento mecânico de materiais policristalinos é afetado consideravelmente pela sua textura [5,9,10].

A medição da textura por EBSD, é reportada na literatura como uma técnica eficiente [12]. Por sua vez, o fenômeno da recristalização é quantificado por curvas do tipo sigmoideal, representando a fração recristalizada versus o tempo. A temperatura de recristalização pode variar, ou seja, a recristalização tende a ocorrer mais rapidamente a temperaturas mais altas e demorar mais a temperaturas mais baixas [10].

Neste trabalho foram avaliadas as condições de recristalização do aço inox ferrítico 430 estabilizado ao nióbio após laminação a frio e recozimentos isócronos. A metodologia inovadora utilizada neste trabalho consiste em comparar as técnicas convencionais de medição de dureza e fração recristalizada ao longo do processo com a técnica de análise via difração de elétrons retroespalhados, EBSD. O referido aço inox teve sua microestrutura caracterizada pelo ensaio de microdureza Vickers e pela técnica de EBSD, partindo-se da condição de recozido após laminação a quente.

2 METODOLOGIA

Foi utilizada uma tira com 4,32 mm de espessura de aço inoxidável ferrítico AISI 430, estabilizado com nióbio, com a seguinte composição química: 0,02%C, 0,20%Mn, 0,03%P, 0,32%Nb, 16,07% Cr, 0,18% Ni, 0,002% Al, 0,004% Ti, 0,0005% S e 0,024%N. A laminação a quente foi realizada em temperaturas entre 800 e 1000°C, com posterior recozimento. O material recozido foi então submetido a laminação a frio até uma redução de 80% da espessura em laminador de laboratório instrumentado com células de cargas de compressão e interface analógica/digital. Pequenas tiras foram retiradas com 1,0 cm de largura para os recozimentos isócronos de 900 s em um forno tipo mufla, na faixa de 400°C a 1000°C e resfriadas ao ar. As micrografias foram obtidas por microscopia óptica e de varredura (MEV).

Foram feitos ensaios de microdureza Vickers com carga de 0,98 N e tempo de penetração de 10 s. As amostras para microscopia eletrônica foram polidas com pasta de diamante até 0,25 μm e posteriormente com sílica coloidal de 0,04 μm para eliminação da camada de deformação. O processamento das imagens obtidas por EBSD foi feito por meio do software OIM, versão 6.1.3. Assim, obteve-se a fração de grãos recristalizados por meio do software Image-Pro Plus, versão 6.0.

3 RESULTADOS

3.1 Metalografia

A Figura 1 ilustra a microestrutura da amostra laminada a quente e recozida. Percebe-se claramente os grãos poligonais na amostra e o alinhamento dos carbonitretos de Nb (partículas claras na Figura 1b).

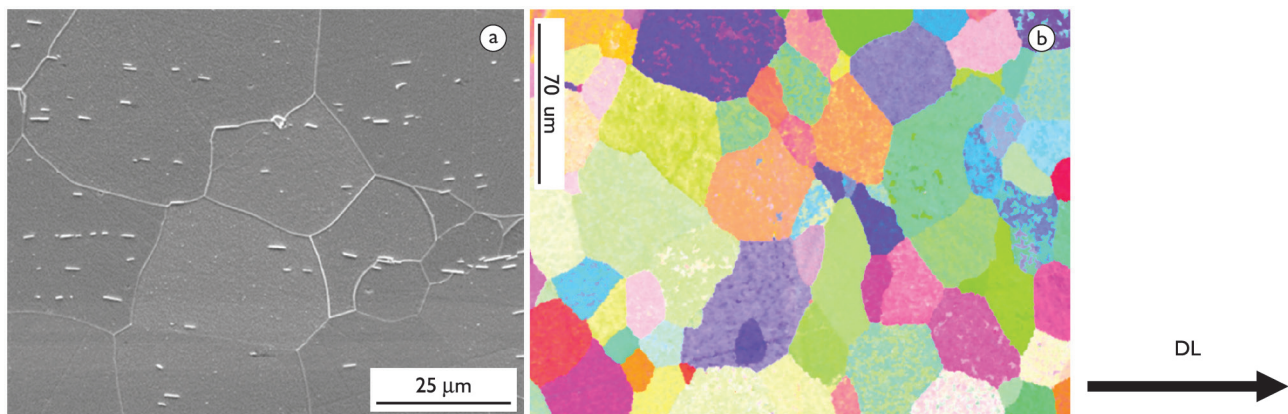


Figura 1. Microestrutura da amostra (a) laminada a quente e recozida (MEV). (b) Mapas de orientação obtidos via EBSD com a direção de laminação (DL) na horizontal.

A Figura 2 mostra a microestrutura das amostras laminadas a frio com 80% de redução e após recozimentos a 700°C, 750°C, 900°C e 1.000°C, respectivamente, durante 900 s. Observa-se a nucleação e o crescimento do grão ferrítico conforme a temperatura aumenta de 700°C, Figura 2a até 900°C, Figura 2d.

3.2 Fração de Amaciamento Após Recozimentos Isócronos

O gráfico da Figura 3 mostra uma clara redução da microdureza Vickers por volta de 700°C. Nota-se uma diminuição de dureza a partir de 650°C e de forma acentuada a partir de 700°C. Por sua vez, a partir de 800°C não são observadas grandes mudanças, isto é, o processo de recristalização está completo. Estas observações estão compatíveis com as micrografias mostradas na Figura 2.

Mesmo ocorrendo o crescimento de grão a partir de 800°C, como ilustra as Figuras 2b a 2d, não ocorreu a queda de dureza, conforme mostra a Figura 3. Embora os resultados não permitam afirmar, o leve aumento de dureza até 600°C é explicado pela precipitação do carbonitreto de Nb [13].

A partir dos valores obtidos para microdureza, é possível obter a fração amaciada em cada temperatura segundo a Equação 1:

$$A = \frac{H_e - H_x}{H_e - H_r} \quad (1)$$

Onde H_e é a dureza do material encruado, H_r dureza do material recristalizado e H_x dureza do aço na condição em questão. Os dados aparecem na Figura 4. A fração total de amaciamento é obtida para a temperatura de 800°C em consonância com outros autores [5,7,8].

3.3 Cinética de Recristalização

Para estudo da cinética de recristalização foram selecionadas as amostras recozidas em temperaturas de 600°C, 650°C, 700°C, 750°C e 850°C analisadas por meio do difratômetro EBSD. Conforme era esperado pelos resultados de microdureza, os tons de cinza representam a fração recristalizada, Figura 5, e as transformações ocorrem a temperaturas acima de 700°C.

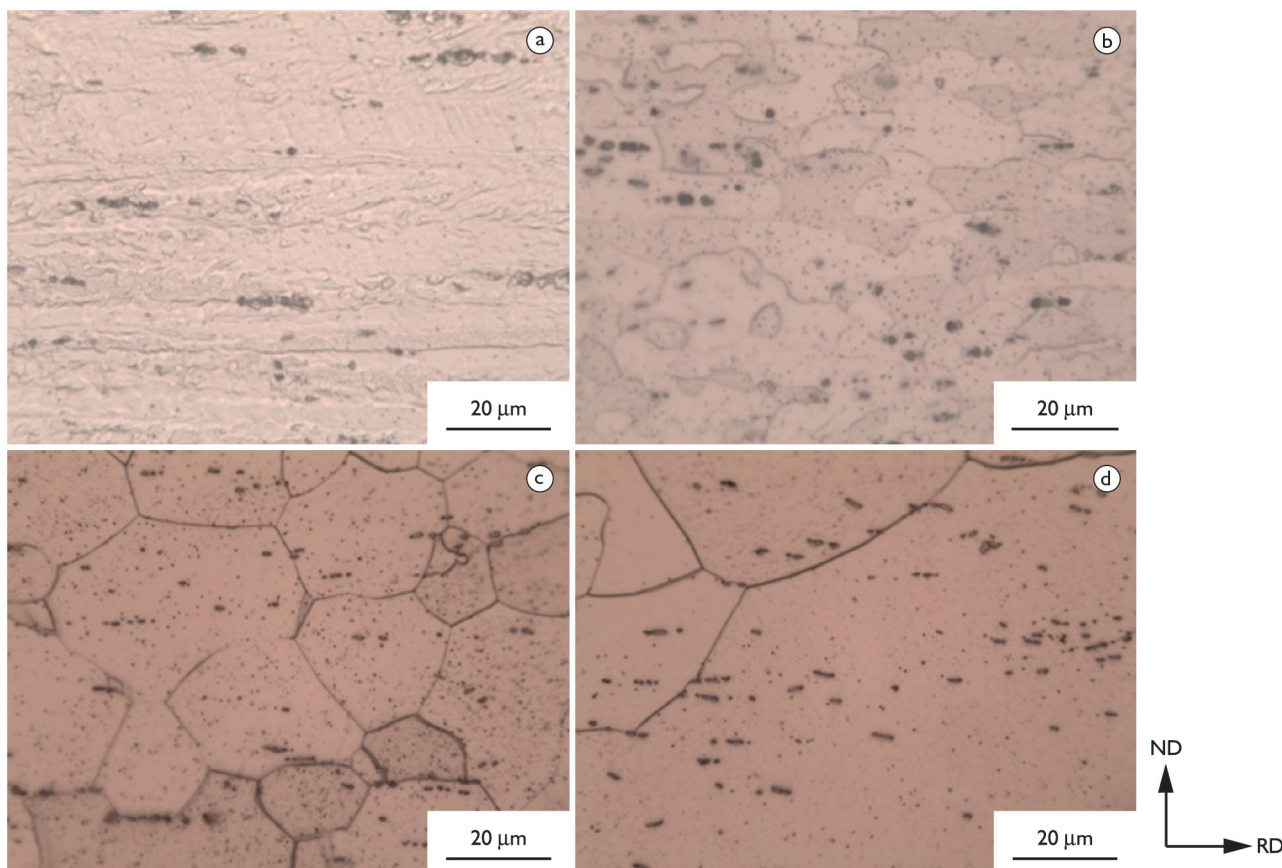


Figura 2. Microestrutura das amostras após recozimento a (a) 700°C, (b) 750°C, (c) 900°C e (d) 1000°C durante 900 s. Ataque: Reativo de Vilella.

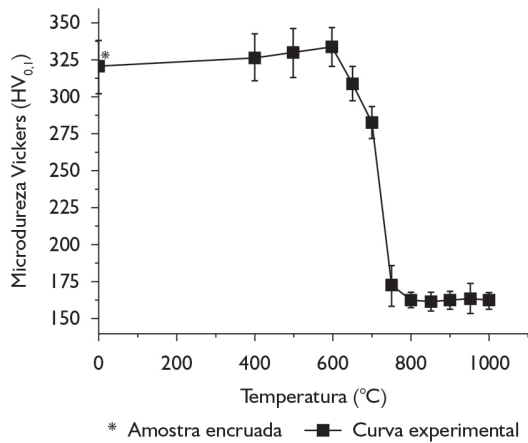


Figura 3. Microdureza Vickers em função da temperatura de recozimento.

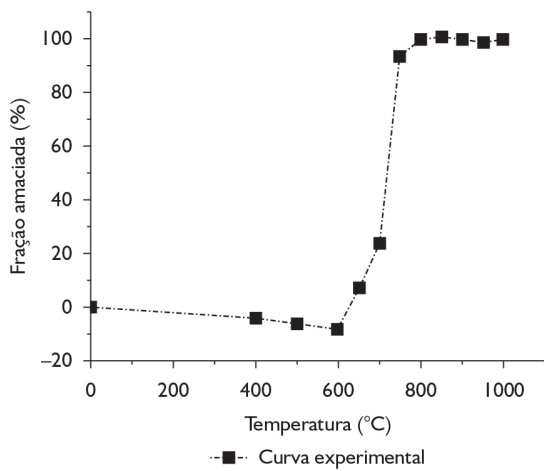


Figura 4. Fração amaciada em função da temperatura de recozimento.

3.3.1 Cálculo da fração recristalizada utilizando análise de imagens

A Figura 6 mostra a evolução do processo de recristalização. As áreas em azul representam as regiões recristalizadas e as áreas em vermelho as regiões encruadas. Diferentemente do procedimento adotado por Costa [8], tomou-se o cuidado de não considerar os contornos de grãos como regiões encruadas. Metodologia semelhante também foi adotada por Black e Higginson [14]. Os resultados da fração recristalizada em função da temperatura estão traçados na Figura 7.

Na Figura 7 também é possível estabelecer uma equivalência entre os métodos de microdureza e análise de imagem por computador, usados neste trabalho para acompanhar a evolução da recristalização em função da temperatura de recozimento. Foi medido o tamanho médio dos grãos para as amostras recozidas a partir da temperatura de 700°C (método de contagem de grãos manual, cerca de 150 grãos por amostra). Na Figura 8 tem-se aproximadamente 8,5 μm a 750°C.

A Figura 9 ilustra as amostras laminadas a frio com 80% de redução e após serem recozidas a 700°C, 750°C e 850°C. Percebe-se um forte poder de nucleação das partículas de carbonitretos de Nb no processo de recristalização - início do processo, ou seja, na etapa de nucleação (Figura 9b região inferior - seta). Por sua vez os núcleos também são formados nas bandas de deformação e contornos de grãos (Figura 9b região superior - seta). Após a recristalização e crescimento de grão a 750°C e 850°C ainda existe interação dos carbonitretos de Nb e contornos de grãos (Figuras 9c e 9d)

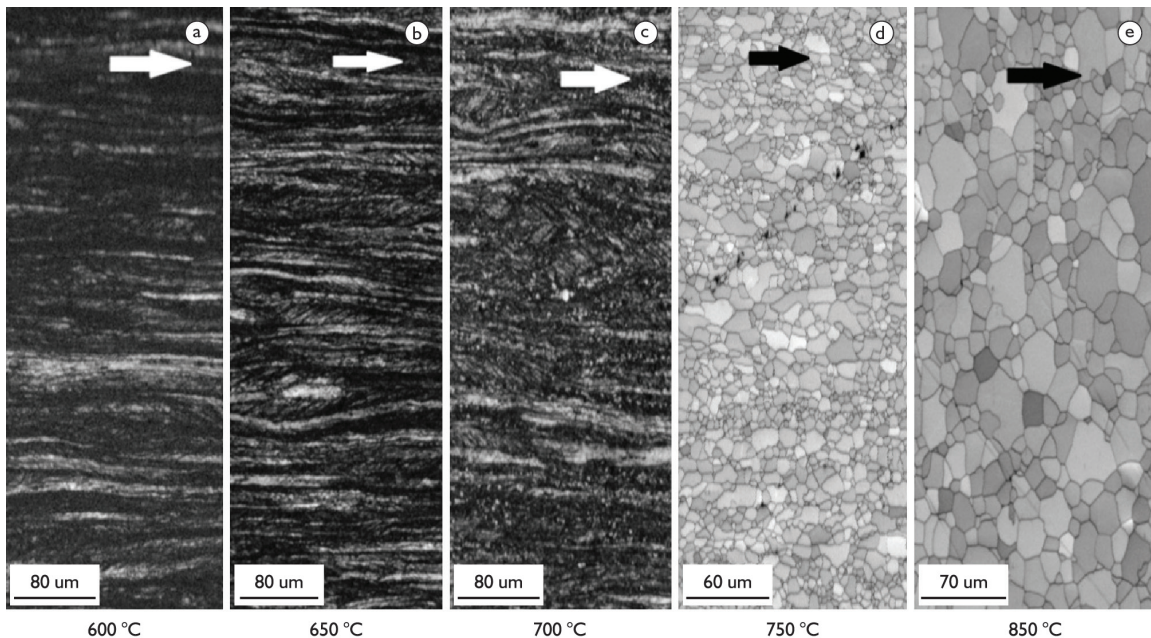


Figura 5. Imagens em tons de cinza obtida pela análise de imagem feita pelo software OIM. As setas indicam a direção de laminação, DL.

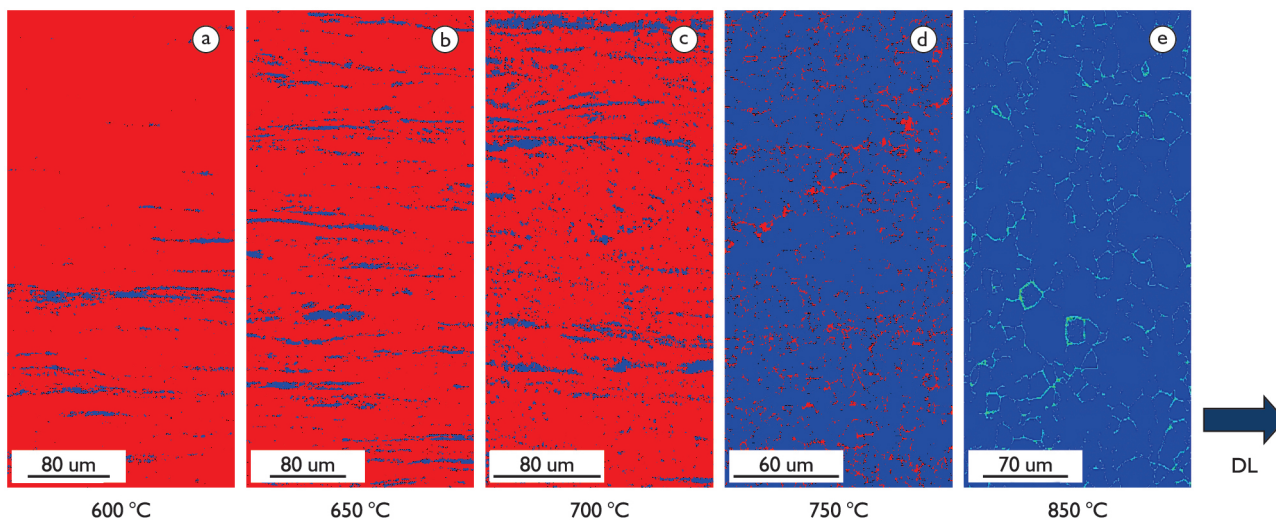


Figura 6. Imagens analisadas pelo programa para obtenção da fração recristalizada com ampliação de 1000x.

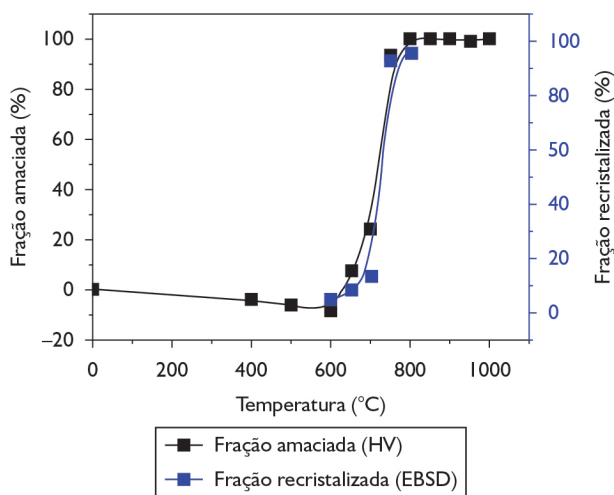


Figura 7. Fração recristalizada em função da temperatura de recozimento.

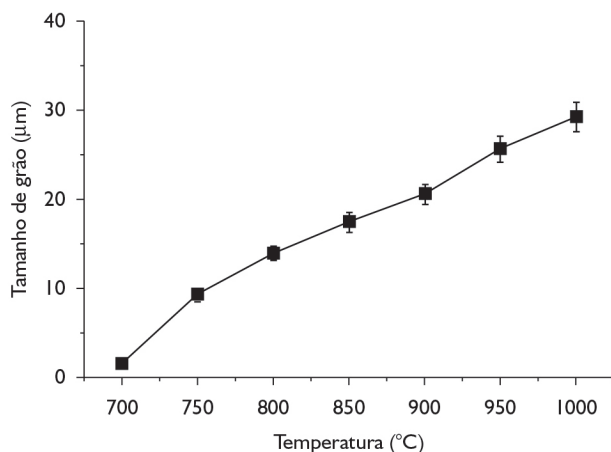


Figura 8. Tamanho médio de grão para as amostras recozidas a partir de 700°C por 900s.

4 DISCUSSÃO

A análise da Figura 1 revela uma microestrutura recristalizada com grãos poligonais e carbonitretos de Nb alinhados segundo o eixo da laminação a frio. É possível observar a nucleação e o crescimento do grão ferrítico conforme a temperatura aumenta de 700°C, Figura 2a até 900°C, Figura 2d.

A análise das Figuras 3 e 4 evidencia que a amostra começa perder dureza de forma acentuada e, portanto, a recristalizar-se por volta de 650°C. Nesta etapa está também incluído o efeito da recuperação entre as temperaturas de 700°C e 750°C há uma redução acentuada da microdureza, e também da fração recristalizada. A partir de 750°C o processo de redução de dureza é pouco expressivo, Figura 3. Esse comportamento estável, significa que a recristalização total da amostra recozida por 900s, acontece a partir de 800°C, de uma forma semelhante ao que é reportado por Siqueira et al. [2]. Abaixo de 600°C (Figura 4) é possível observar um amaciamento negativo o qual não existe, mas pode ser explicado devido à presença do carboneto de Nb que aumenta a dureza do material.

A presença de heterogeneidades de deformação, tais como bandas de deformação [2,6] são mais bem evidenciadas nas amostras cujo recozimento é inferior a temperatura de 750°C, como na Figura 9b.

Na Figura 9b, a micrografia da amostra de 700°C ilustra o processo de nucleação dos grãos. A nucleação ocorre preferencialmente nas regiões de maior energia, bandas de deformação, contornos de grão e em precipitados como os carbonitretos de Nb. Esses podem ser observados na Figura 9b. Alguma heterogeneidade com relação ao tamanho de grão é verificada nas micrografias da amostra recozida a 750°C (Figuras 2b e 5d).

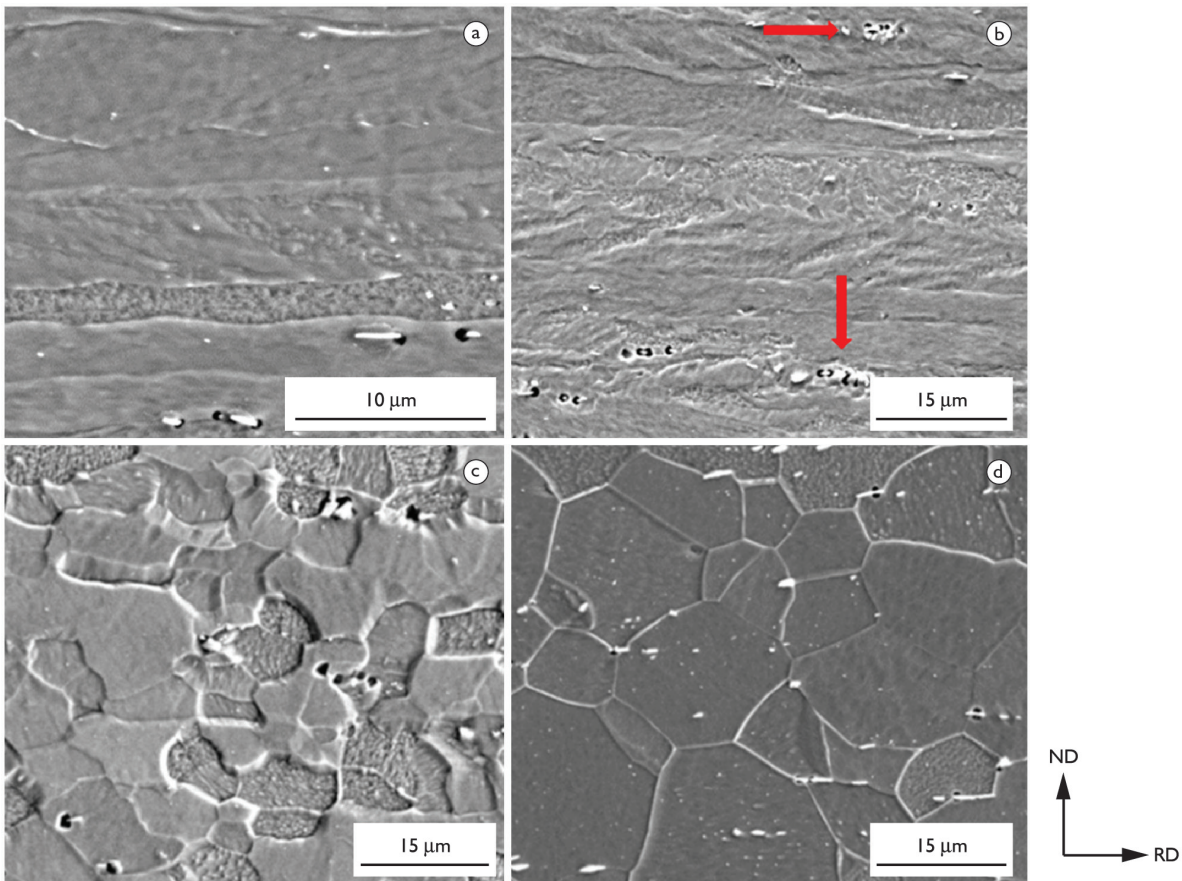


Figura 9. (a) Amostra laminada a frio com 80% de redução e recozida por 900 s, (b) 700°C, (c) 750°C e (d) 850°C. As partículas claras são carbonitreto de Nb. Ataque: Reativo de Vilella.

Por meio de análise de imagem (Figura 6) foi possível traçar a curva de porcentagem recristalizada em função da temperatura. A curva de fração recristalizada (Figura 7) seguiu uma tendência sigmoidal, assim como a curva de fração recristalizada.

A Figura 8 mostra uma tendência de crescimento linear do tamanho de grão com a temperatura.

Nas micrografias das Figuras 9b a 9d), correspondentes às amostras recozidas a 700°C, 750°C e 850°C, se observa a nucleação junto às partículas de carbonitreto, bem como a forte interação destas com o contorno de grão da ferrita. Essas partículas Nb(CN) constituem sítios preferenciais para a nucleação, conforme já foi reportado em trabalho anterior [3]. A nucleação de novos grãos próximos a precipitados também foi reportado por Sinclair [7] em um aço inox ferrítico estabilizado com Ti, quando se observou precipitados de Ti(C,N) localizados nos contornos de grãos.

5 CONCLUSÕES

O presente trabalho avaliou as condições de recristalização do aço inox ferrítico 430 estabilizado com nióbio após laminação a frio e recozimentos isocronos. Foram comparadas as técnicas convencionais de medição de

dureza e fração recristalizada ao longo do processo com a técnica de análise via difração de elétrons retroespalhados, EBSD.

A metodologia convencional de obtenção da curva de fração recristalizada (medida pela microdureza) versus temperatura de recristalização aproximou-se razoavelmente daquela traçada pelo método de difração de elétrons retroespalhados. A recristalização do aço inoxidável AISI 430 estabilizado com Nb inicia-se a 650°C e é concluída por volta de 800°C.

Os resultados obtidos por microscopia eletrônica de varredura bem como por elétrons retroespalhados confirmaram que as bandas de cisalhamento, assim como os contornos de grão, são sítios preferenciais para a nucleação durante o processo de recristalização.

Foi comprovado que a nucleação é facilitada pela presença de partículas de carbonitreto de Nb.

Agradecimentos

Os autores agradecem a FAPEMIG, CNPq e CAPES pelas bolsas de iniciação científica e pós-doutorado disponibilizada aos alunos de graduação e pós-graduação. Também agradecem a empresa Aperam South America S.A. pelo fornecimento das amostras do aço inoxidável.

REFERÊNCIAS

- 1 Ferreira Filho A, Herrera C, Lima NB, Plaut RL, Padilha AF. Evolução da textura cristalográfica de chapas de aço inoxidável ferrítico do tipo AISI 430 durante laminação a frio, recozimento e estampagem. REM: Revista da Escola de Minas. 2008;61(2):151-158. <http://dx.doi.org/10.1590/S0370-44672008000200007>
- 2 Siqueira RP, Sandim HRZ, Oliveira TR, Raabe D. Composition and orientation effects on the final recrystallization texture of coarse-grained Nb-containing AISI 430 ferritic stainless steels. Materials Science and Engineering A. 2011;528(9):3513-3519. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.007>
- 3 Siqueira RP. Efeitos de orientação na recristalização do aço inoxidável ferrítico AISI 430 com grãos grosseiros e estabilizado ao nióbio [tese doutorado]. Lorena: Universidade de São Paulo; 2010.
- 4 Sim GM, Ahn JC, Hong SC, Lee KJ, Lee KS. Effect of Nb precipitate coarsening on the high temperature strength in Nb containing ferritic stainless steels. Materials Science and Engineering A. 2005;396(1-2):159-165. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2005.01.030>
- 5 Haitao Y, Hongyun B, Xin L, Zhou X. Effect of two-step cold rolling and annealing on texture, grain boundary character distribution and r-value of Nb + Ti stabilized ferritic stainless steel. Materials Characterization. 2009;60(1):65-68. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchar.2008.05.006>
- 6 Haitao Y, Hongyun B, Xin L, Zhou X. Microstructure, texture and grain boundaries character distribution evolution of ferritic stainless steel during rolling process. Journal of Materials Processing Technology. 2009;209(5):2627-2631. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.06.012>
- 7 Sinclair CW, Mithieux JD, Schmitt JH, Bréchet Y. Recrystallization of Stabilized Ferritic Stainless Steel Sheet. Metallurgical and Materials Transactions A. 2005;36(11):3205-3215. <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-005-0091-6>
- 8 Costa ALN. Formação da textura de recristalização dos aços inoxidáveis ferríticos AISI 430A e 430E [dissertação mestrado]. Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia; 2006.
- 9 Padilha AF, Siciliano JRF. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. 3. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais; 2005.
- 10 Abbachian R, Abbachian L, Reed-Hill RE. Physical metallurgy principles. Stanford: Cengage Learning; 2009.
- 11 Raabe D. On the influence of the chromium content on the evolution of rolling textures in ferritic stainless steels. Journal of Materials Science. 1996;31(14):3839-3845. <http://dx.doi.org/10.1007/BF00352800>
- 12 Humphreys FJ. Grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction. Journal of Materials Science. 2001;36(16):3833-3854. <http://dx.doi.org/10.1023/A:1017973432592>
- 13 Deschamps A, Danoix F, Geuser FDE, Epicier T, Leitner H, Pérez M. Low temperature precipitation kinetics of niobium nitride platelets in Fe. Materials Letters 2011;65(14):2265-2268. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matlet.2011.03.110>
- 14 Black MP, Higginson RL. An investigation into the use of electron back scattered diffraction to measure recrystallised fraction. Scripta Materialia. 1999;41(2):125-129. [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6462\(99\)00051-2](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6462(99)00051-2)

Recebido em: 09 Abr. 2014

Aceito em: 01 Ago. 2014