

ABSTRACT

The strain aging behavior of a patented eutectoid steel, subjected to a 97% reduction in area by drawing, was investigated. Only one aging stage has been identified, to which the kinetic law has the form of the Johnson-Mehl equation with a time exponent close to 1/2, suggesting a mechanism controlled by cementite decomposition. However, the value found for the activation energy is significantly lower than the values previously determined in similar studies, in which lower degrees of reduction in area were employed. This is probably associated to the high level of deformation used in this work.

47º Congresso Anual da ABM - 1992

Volume 1 - Metalurgia Física; Tratamentos
Térmicos e Temperabilidade; Aços; Nióbio;
Hidrogênio e Caracterização Microestrutural;
Ligas e Aços Inovadores.

"EFFECT OF GRAIN SIZE ON NIOBIUM IN SOLUTION ON AUSTENITIC
STEEL: A TRANSFORMATION KINETICS OF AUSTENITIC STEEL" (1)

Sergio Norifumi Doi (2)

Paulo Roberto Mei (3)

Hans Jürgen Hestebach (4)

RESUMO

Foi estudada o efeito do tamanho de grão e do teor de nióbio em solução sobre as curvas de transformação isotérmica de aço ferrítico. Observou-se um sensível retardamento no início de transformação austenítica perlitica com o aumento do tamanho de grão. O aço com nióbio mostrou além do efeito do tamanho de grão, também o efeito do nióbio em solução na austenita que retarda ainda mais o início de transformação.

ABSTRACT

The effect of austenite grain size and niobium content in solution were studied on isothermal transformation curves of eutectoid steel. It was observed a sensible delay in the start of austenite to pearlite transformation, according to the increase of grain size. The niobium steel has showed, besides the effect of increase on grain size, also the effect of niobium in solution, which has delayed a little more the beginning of transformation.

- (1) Trabalho a ser apresentado no 47º Congresso Anual da ABM.
(2) Membro da ABM, Engenheiro de Materiais, Mestre em Ciências e Doutor em Engenharia, Engenheiro de Pesquisa Sênior da Divisão de Pesquisa e Tecnologia-CDG/PA.
(3) Membro da ABM, Engenheiro Mecânico e Doutor em Engenharia Mecânica, Professor Adjunto, Doutor do Departamento de Engenharia de Materiais-FCC/UNICAMP.
(4) Membro da ABM, Dipl.-Ing., M.Sc. e Ph.D., Professor Titular no Departamento de Engenharia de Materiais-UFSCAR.

土井

1 INTRODUÇÃO

Há vários anos, pequenas quantidades de nióbio são sendo adicionadas em aços carbonos, com a finalidade de refinar o grão ferrítico nos produtos laminados a quente (1).

O refino de grão é provocado pelo efeito do nióbio de retardar a recristalização da austenita após deformação a quente, que pode se dar de duas maneiras, ou o nióbio em solução na austenita ou na forma de precipitados. Para se retardar a cinética de recristalização durante a laminação controlada, o nióbio deve estar em solução na austenita antes do início da deformação plástica (2, 3 e 4).

Mas a solubilidade do nióbio na austenita depende do teor de carbono do aço, e os aços com alto teor de carbono apresentam uma baixa solubilidade de nióbio na austenita. De acordo com as equações de Nordberg e Aronson (5), a solubilidade do nióbio na austenita de aços eutetóides (0,8% C) está limitada em aproximadamente 0,01% de Nb a 1200°C. Este problema da baixa solubilidade do nióbio em aços alto teor de carbono pode explicar o porquê da quantidade restrita de literatura sobre ação de nióbio nestes aços.

Em trabalhos recentes, uma quantidade de 0,01% de Nb em solução na austenita, mostrou ser suficiente para que se observasse um efeito retardador considerável sobre a recristalização dinâmica e estática em aços perliticos submetidos a ensaios de forjamento à quente (3). Também indicaram uma redução no tamanho médio das colônias perliticas (3, 4). Porém, foi observado que este refino da microestrutura perlitica exigiria deformação plástica em dois regimes diferentes de temperaturas, utilizadas normalmente na laminação

controlada (3, 4). Os primeiros passes de laminação são realizados a elevadas temperaturas (acima de 1100 °C), onde ocorre a recristalização após a deformação plástica, e esta recristalização se responsabilizaria pelo refino de grão austenítico. Esse efeito é particularmente importante no caso de aços perliticos que exigem temperaturas mais elevadas para o tratamento de solubilização. O efeito do nióbio sobre o refino de grão austenítico deveria surgir apenas durante os passes finais de laminação. Neste caso, a deformação plástica não removida por recristalização levaria ao refino da estrutura perlitica pelo aumento do número de sítios preferenciais, tais como contornos de grão, discordâncias, bandas de deformação, etc., para a nucleação da perlita (3, 4).

O objetivo deste trabalho é estudar o efeito do tamanho de grão e do teor de nióbio em solução na austenita sobre as curvas de transformação isotérmica de aços eutetóides. Pretende-se em particular quantificar isoladamente os efeitos acima mencionados sobre o início de transformação da austenita em perlita.

2 MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

Os dois lingotes experimentais, de aproximadamente 3 kg cada, foram preparados por fusão à vácuo em forno de indução. Foram obtidos lingotes com e sem adição de nióbio como elemento de microliga. Na tabela I estão indicadas as composições químicas dos aços utilizados.

Os lingotes originais com seção transversal de 70mm x 70mm e peso aproximado de 5 kg foram solubilizados a 1200°C

土井

durante 8 horas para homogeneização e reduzidos em forja de martelo para uma seção circular de aproximadamente 14mm.

Foram confeccionados corpos de prova cilíndricos de diâmetro igual a 10 mm por 20 mm de altura.

Tabela I - Composição química dos aços utilizados neste trabalho.

Porcentagem em peso										

C	Mn	Si	P	S	Al	Nb	N			

0,79	1,01	0,03	0,007	0,005	0,014	---	40			
0,78	1,00	0,03	0,012	0,005	0,014	0,02	35			

As amostras dos aços 0C e 0N foram austenitizadas às temperaturas de 800 a 1200°C em intervalos de 50°C e transformadas isotermicamente a 650°C. Os ciclos de tratamento foram monitorados através de 7 termopares do tipo K (Cromel-Alumel) com proteção de Inconel de espessura de 1,5mm esbitados no centro das amostras e acoplados a um registrador gráfico de 2 canais, da ECG. Foram registradas as temperaturas de austenitização, do banho isotérmico, e de transformação (início e final), em função do tempo.

As transformações foram interrompidas por tãpera em água, e as amostras foram seccionadas no sentido longitudinal dos cilindros, polidas e atacadas com Nital 2% e/ou solução aquosa saturada de ácido pícrico com agente molhante e algumas gotas de ácido clorídrico (ataque à 70°C) e observadas em

土井

microscópio ótico. A fração volumétrica da perlita foi medida pelo método de contagem de pontos e o tamanho de grão austenítico foi determinado segundo a Norma ASTM E-117-67 (6) procedimento de Interceptos Lineares e também pelo Método da Comparação de Números ASTM.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Através das medidas metalográficas foram construídas curvas de transformação representando a fração volumétrica da perlita transformada em função do tempo de permanência das amostras no banho de estanho a 650°C.

Efeito do tamanho de grão austenítico (T.G.A.)

Para se verificar o efeito do tamanho do grão austenítico sobre a velocidade de transformação isotérmica da austenita em perlita a 650°C, foram utilizadas amostras de aço 0C com austenita totalmente recristalizada de diferentes tamanhos de grãos. Estes tamanhos de grãos distintos da austenita foram obtidos dos seguintes tratamentos:

- austenitização a 650°C durante 20 minutos (diâmetro médio de 40 μ m);
- austenitização a 1200°C durante 30 minutos (diâmetro médio de 701 μ m).

A figura 1 mostra as curvas de fração volumétrica de perlita transformada (Vp) em função do tempo de transformação no banho isotérmico, das amostras dos aços 0C que foram submetidas aos tratamentos acima mencionados, cujos valores

estão na tabela II.

Fer-se a análise dos tempos de transformação sobre a fração transformada de 15% (t_{15}), devido ao início de transformação acusada pelas curvas de análise térmica correspondentes aos 15% de fração de perlita transformada.

Os valores do tempo de transformação para uma fração volumétrica de perlita transformada de 15% (VIP), em amostras com tamanhos de grãos austeníticos de 40, e 701 μ m foram de 50, e 175 segundos, respectivamente. Pode-se verificar um sensível retardamento do início de transformação austenita perlita, com o aumento do tamanho de grão de austenita.

A figura 2 mostra as micrografias das amostras parcialmente transformadas do aço BC. Comparando-se as figuras 2(a) e (b), pode-se verificar na figura 2(a) o efeito do tamanho de grão austenítico, isto é, quanto menor for o tamanho de grão austenítico maior será a quantidade de nódulos nucleados num determinado tempo. Portanto um menor tamanho de grão austenítico acelerou nitidamente a transformação para a perlita. Na figura 2(b) pode-se verificar que a perlita nucleou essencialmente nos contornos dos grãos da austenita e cresceu para o seu interior.

- Efeito do Níbio em Solução

A figura 3 mostra as curvas de fração volumétrica de perlita transformada (VIP) em função do tempo de transformação em banho isotérmico dos aços BC e BN (que foram austenitizados a 750 e 1700°C por 30 minutos), cujos valores estão na tabela III.

Para poder analisar melhor a influência do T.B.A. e do Nb em solução na austenita sobre a transformação da austenita em

土井

perlita, procurou-se correlacionar estes efeitos com os valores de t_{15} . Isto é, com o tempo de transformação para uma fração volumétrica de 15%.

Da figura 3 foram obtidos os valores de t_{15} e dos T.B.A. para os aços BC e BN, e apresentadas na tabela IV. Nesta tabela estão apresentados também os valores de Nb solúvel obtidos segundo a equação de Nordberg-Aronson (5).

Na figura 4 estão apresentadas as curvas de t_{15} versus T.B.A. para os aços BC e BN. A curva BC mostra basicamente o efeito do T.B.A. sobre o tempo de transformação t_{15} , onde pode-se notar que o t_{15} aumenta com o crescimento do grão austenítico, inicialmente um crescimento rápido na faixa de T.B.A. de 14 a 700 μ m, e acima de 700 μ m a variação de t_{15} é muito pequena com o crescimento do grão austenítico. A curva BN mostra além do efeito do tamanho de grão, também o efeito do níbio em solução, que retarda ainda mais o início de transformação da austenita em perlita.

Para se verificar somente o efeito do níbio em solução na austenita na fração de perlita formada, como mostra a figura 5, plotou-se Δt_{15} versus o teor de níbio solúvel na austenita, onde Δt_{15} é a diferença nos valores de t_{15} entre os aços BN e BC, obtidos da figura 4, para cada T.B.A.

$\Delta t_{15} = t_{15}(BN) - t_{15}(BC)$ para mesmo T.B.A. A solubilidade do níbio foi calculada segundo a equação de Nordberg-Aronson (5) utilizando-se a temperatura de austenitização, do aço BN correspondente a cada T.B.A. (cujos valores estão na tabela V). A figura 5 mostra uma variação no valor de Δt_{15} de 0 a 300 segundos para 0,001 a 0,012% de níbio em solução na austenita, respectivamente. Abaixo de 0,0013 de níbio em solução na austenita o aço com níbio (BN) começou a

se transformar mais rapidamente do que o aço sem nióbio(NC), devido ao seu menor T.G.A. (o 3 posuava quantidade de nióbio em solução na austenita). Portanto esta curva mostra nitidamente o efeito do nióbio em solução sobre o retardamento no tempo de início de transformação da austenita em perlita(?)

5. CONCLUSÕES

As conclusões sobre os efeitos do T.G.A. e do nióbio em solução sobre os aços 0,08 C, 1,05 Mn - com adição de nióbio (aço NC) e com adição de 0,00% Nb (aço BN), foram:

a) O período de incubação para a formação da perlita aumentou com o teor de nióbio em solução na austenita e com o aumento do T.G.A.

b) A taxa de nucleação aumentou com a redução do T.G.A. Na austenita recristalizada a perlita nucleou essencialmente nos contornos de grãos da austenita e cresceu para o seu interior.

c) O aço com nióbio apresentou uma taxa de nucleação de perlita maior do que o aço sem nióbio, para um estado austenítico semelhante, o que levou a um maior refino dos nódulos da perlita.

11
11

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) PICHORNI, F. B., The Spectrum of Microalloyed High Strength Low Alloy Steels, in US A Steels, Technology and Applications, Philadelphia, Pa., USA, 2 a Oct. 1983, p. 1.
- (2) HESTENBACH, H. J. e MARTINE, G. S., "Effect of Niobium on Austenite Recrystallization and Pearlite Colony Size in a Microalloyed Eutectoid Steel", Metall. Trans., USA, 1984, p. 1499.
- (3) HESTENBACH, H. J., DALANFIN, D. e VINDRAGEO, S. I., "Efeito da laminação a quente sobre as microestruturas austeníticas e Perliticas em Aços Eutetóides Ricolegados em Nióbio", Metalurgia ABR, vol. 42, 346, 1986, p. 625.
- (4) WILLIAMS, J. G., SIMPSON, J. D. e McDONALD, J. K., "Niobium in Rail Steels" in NIOBIUM 81, Proc. of Conference, San Francisco California, USA, 8-11 nov. 1981, p. 1019.
- (5) NORDBERG, H. e ANDERSON, D., "Solubility of Niobium Carbide in Austenite" J. Iron Steel Inst., 706, 1968, p. 1263.
- (6) Norma ASTM E-112 - 82, Método do Intercontos Lineares.
- (7) BOI, G. N., MEL, P. R. e HESTENBACH, H. J., X Seminário de Metalurgia Física e Tratamentos Térmicos, Rio de Janeiro, 4 e 5 de maio de 1987, p. 201.
- (8) MEL, P. R., "Efeito da Adição de Nb na Estrutura e Propriedades dos Aços com Médio e Alto Teor de Carbono". Tese de Doutorado, UNICAMP, Campinas, novembro de 1983, p. 204.

Tabela II - Valores da fração volumétrica de perlita (VIP) transformada em função do tempo de transformação a 450°C, de amostras do aço DC austenizadas a 950°C ou 1200°C durante 30 minutos.

Aço	T aust (°C)	T.G.A. (µm)	tempo A (s)	VIP (%)
DC	950	40	30	0,3 ± 0,5
			47	2,1 ± 1,6
			55	10,6 ± 3,9
			150	100
DC	1200	701	150	0,0 ± 4,0
			160	11,7 ± 3,0
			180	10,3 ± 4,9
			190	10,6 ± 0,0
			200	100,7 ± 4,5
		314	100	

Tabela III - Valores de fração volumétrica de perlita (VIP) transformada em função dos tempos de transformação a 450°C, dos aços DC e BN austenizados a 950°C ou 1200°C, durante 30 minutos.

Aço	T aust (°C)	T.G.A. (µm)	tempo A (s)	VIP (%)
DC	950	40	30	0,3 ± 0,5
			47	2,1 ± 1,6
			55	10,6 ± 3,9
			150	100
BN	950	70	30	0,9 ± 1,0
			47	13,4 ± 4,0
			55	136,1 ± 4,1
			150	100
DC	1200	701	160	11,7 ± 3,0
			180	10,3 ± 4,9
			190	10,6 ± 0,0
			200	100,7 ± 4,5
BN	1200	605	490	11,0 ± 7,7
			500	175,0 ± 11,0
			590	168,7 ± 7,0
			660	109,6 ± 4,0
		720	193,3 ± 2,4	

Tabela IV - Valores do tamanho de grão austenítico, dos tempos de início de transformação perlítica, tipo VIP (%) e da solubilidade do nêbulo, para diferentes temperaturas de austenizações.

Aço	T aust (°C)	t _{50%} (s)	T.G.A. (µm)	Nb sol (10 ⁻³ %)
DC	950	800	39	17,4
		900	50	76,5
		950	56	40,0
		1000	75	73,7
DC	1100	144	279,0	1
		1150	166	409,0
		1200	176	701,0
BN	950	800	30	14,1 ± 0,13
		900	44	14,9 ± 0,50
		950	49	70,0 ± 1,09
		1000	70	29,6 ± 1,90
		1100	160	176,0 ± 5,14
BN	1200	250	421,0	0,01
		473	665,0	17,10

Solubilidade do Nb

Para Nb total = 0,02%, C = 0,05% e 1200 °C, temos:

na equação de Nordberg (5) Nb = 0,01%

pelos gráficos de Nb (3) Nb = 0,013%

Para Nb total = 0,02%, C = 0,05% e 950°C, temos:

na equação de Nordberg (5) Nb = 0,001%

Tabela V - Valores de T.G.A., t_{50%} e nível solúvel em função da temperatura de austenização.

T aust (°C)	Nb sol (10 ⁻³ %)	T.G.A. (µm)	t _{50%} (s)
800	0,15	17,6	14,1
900	0,59	76,3	14,9
950	1,09	33,9	15,0
1000	1,90	73,3	31,1
1100	5,14	279,0	176,0
1150	0,01	421,0	421,0
1200	17,10	701,0	665,0

土井

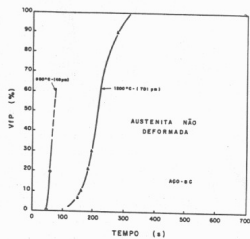


Figura 1 Curvas de fração volumétrica de perlita versus tempo de transformação a 650°C, do aço DC que foi austenizado a 950°C ou 1200°C durante 30 minutos.

土井

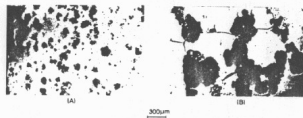


Figura 2 Micrografias mostrando a transformação do aço DC para perlita a 650°C, em amostras sem deformação.
 (a) austenizado a 950°C por 30 minutos, transformado por 35% (V_p=18,5%) ;
 (b) austenizado a 1200°C por 30 minutos, transformado por 190% (V_p=20,6%)

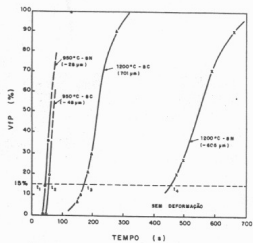


Figura 3 Curvas de fração volumétrica de perlita versus tempo de transformação a 650°C, dos aços EC e DN que foram austenitizados a 750 e 1200°C.

土井

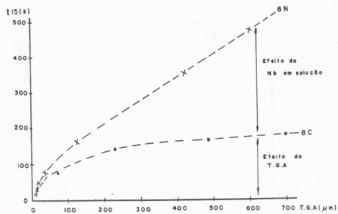


Figura 4 Curvas de \$t_{15}(s)\$ versus T.G.A. (\$\mu m\$) dos aços EC e DN.

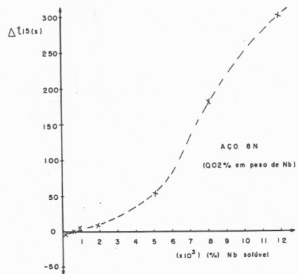


Figura 5 Curva $\Delta t_{15}(s)$ em função da quantidade de nióbio solúvel (% em peso)

$\Delta t_{15} = f_{15}(DN) = f_{15}(IC)$ para um mesmo T.C.A.