

# TRATAMENTO TÉRMICO DE ENVELHECIMENTO EM AÇOS MICROLIGADOS APÓS LAMINAÇÃO INDUSTRIAL <sup>(1)</sup>

**Sandro da Silva Campos** <sup>(2)</sup>

**Paulo Roberto Mei** <sup>(3)</sup>

**Hans-Jürgen Kestenbach** <sup>(4)</sup>

## RESUMO

Ensaio mecânicos de dureza e análises por microscopia ótica e eletrônica de transmissão foram empregados para acompanhar o efeito de um tratamento térmico de envelhecimento sobre a resistência mecânica e microestrutura de um aço microligado comercial processado em regime de laminação para tiras a quente. Dessa forma, procurou-se avaliar qual o verdadeiro destino dos elementos de microliga (Nb e Ti) durante a etapa de bobinamento industrial. Os resultados de ensaios de “microdureza” e “minidureza” Vickers mostraram um endurecimento adicional do aço no envelhecimento, sugerindo que ainda existem elementos de microliga em solução sólida na ferrita após o bobinamento. Como este endurecimento ocorreu em nível baixo, ele foi atribuído ao crescimento de partículas nucleadas durante o processamento termomecânico (austenita e interface) e não à formação de novos núcleos na ferrita, confirmando os resultados de microscopia eletrônica de transmissão. Os ensaios de “macro dureza” mostraram que a presença de perlita é suficiente para aumentar a resistência mecânica mesmo em aços baixo carbono. Porém, este efeito se perdeu durante o envelhecimento devido à esferoidização.

**Palavras-Chaves:** endurecimento por precipitação – envelhecimento – laminação industrial.

---

<sup>(1)</sup> Trabalho a ser apresentado no 54º Congresso Anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais (ABM) - São Paulo - SP - Brasil - 25 a 26 de julho de 1999.

<sup>(2)</sup> Mestre em Engenharia de Materiais; Aluno de Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais junto ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos.

<sup>(3)</sup> Professor da Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Departamento de Materiais.

<sup>(4)</sup> Membro da ABM. Professor Titular do Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos. Ganhador do Prêmio “Charles Hatchett” 1998.

## 1 - Introdução

O mecanismo de endurecimento por precipitação devido a carbonitretos finos, a muitos anos, é reconhecido como um dos mais importantes para aumentar a resistência mecânica de aços microligados [1]. No passado, acreditava-se que um efeito de endurecimento significativo (~100 MPa no limite de escoamento) poderia ser proporcionado apenas por carbonitretos semicoerentes formados na ferrita supersaturada [2,3], e que este modo de precipitação seria particularmente efetivo no caso de aços processados em regime de laminação para tiras a quente, na qual a associação entre tempos curtos de laminação, temperaturas elevadas de acabamento e rápidas taxas de resfriamento após a laminação a quente faria com que uma maior quantidade de elementos microligantes permanecessem em solução na austenita para precipitarem na ferrita supersaturada durante o bobinamento e resfriamento lento da bobina [4].

Atualmente, existem divergências quanto à existência e eficiência deste modo de precipitação. Em estudos recentes, realizados em 3 aços microligados comerciais processados em regime de laminação para tiras a quente, embora tenha-se detectado endurecimentos por precipitação significativos, na faixa de 50 a 110 MPa, não foi encontrada no microscópio eletrônico de transmissão (MET) nenhuma partícula que poderia ter se formado na ferrita [5-8], sugerindo que a precipitação durante o bobinamento, na verdade, ocorre em cima de partículas já existentes (formadas na austenita e na interface), e não na forma de novos núcleos como se pensava no passado [5,9]. Em ambos os casos, porém, existe a possibilidade desta precipitação ser incompleta [5,10]. Assim sendo, os elementos de microliga que eventualmente tenham permanecido em solução sólida no fim do bobinamento deveriam precipitar na ferrita em um tratamento posterior de envelhecimento, ou como novos núcleos ou em cima das partículas formadas durante o processamento termomecânico. O primeiro caso geraria um endurecimento por precipitação adicional e significativo, em nível bem maior do que no segundo [11-13].

No presente trabalho, medidas de dureza e análises por microscopia ótica e eletrônica de transmissão foram utilizadas para acompanhar o efeito de um tratamento térmico de envelhecimento sobre a resistência mecânica e microestrutura de um aço microligado comercial processado em regime de laminação para tiras a quente e para avaliar, de maneira indireta, qual o verdadeiro destino dos elementos de microliga (Nb e Ti) durante a etapa de bobinamento industrial.

## 2 - Métodos Experimentais

O aço comercial investigado foi fornecido pela Cosipa na forma de chapa laminada com 400 X 400 mm<sup>2</sup> de área e 7 mm de espessura, extraída, após remoção das últimas voltas, da região mais externa de uma bobina produzida numa corrida industrial de laminação para tiras a quente. As tabelas I e II apresentam, respectivamente, sua composição química e principais parâmetros de processamento termomecânico.

**Tabela I** - Composição Química (% em peso).

C	Mn	Si	P	S	Al	Nb	Ti	N
0,12	1,21	0,33	0,02	0,008	0,05	0,06	0,05	0,008

**Tabela II** - Principais Parâmetros do Processamento Industrial.

T <sub>reaquecimento</sub>	T <sub>início acabamento</sub>	T <sub>final acabamento</sub>	Taxa de resfriamento	T <sub>bobinamento</sub>	Espessura final
1150 °C	1070 °C	870 °C	~10 °C/s	640-660 °C	7 mm

Foram recortadas, usinadas e encapsuladas em tubos de quartzo (pressão  $\sim 3,0 \times 10^{-8}$  atm para evitar descarbonetação), seis amostras do aço como recebido. Posteriormente, elas passaram por um tratamento isotérmico a 650 °C (temperatura nominal de bobinamento) por diferentes intervalos de tempo: 1, 2, 12, 30, 120 e 170 horas, com o objetivo de simular um tratamento térmico de envelhecimento. Medidas de dureza Vickers foram realizadas em todas elas, com cargas de 20 Kgf (“macro dureza”-10 medidas em cada amostra), 50 gf (“minidureza”-10 medidas em cada amostra) e 5 gf (“micro dureza”-20 medidas em cada amostra). Antes da realização dos ensaios, as amostras passaram por uma seqüência convencional de preparação metalográfica (lixamento mecânico manual, polimento e ataque em Nital 3 %), porém, com polimento duplo em solução de Sílica Coloidal e Alumina 0,3  $\mu$ m para reduzir o efeito da camada encruada gerada no lixamento. Fotografias da microestrutura, bem como das indentações Vickers, foram tiradas a partir de um microscópio ótico em aumentos 500 X e 1000 X. Técnicas convencionais de metalografia quantitativa (ASTM E112 e ASTM E562) foram empregadas para determinar o tamanho médio de grão e a fração volumétrica de perlita no aço bobinado. Microscopia eletrônica de transmissão foi empregada para observar e identificar a origem (nucleação na austenita, interface ou ferrita) dos carbonitretos presentes antes e após o tratamento de envelhecimento. Neste caso, todas as amostras foram preparadas na forma de filmes finos, com desbaste inicial alternando entre lixamento mecânico manual e ataque químico em solução de 10% de HF em H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, corte das amostras na forma de discos com 3 mm de diâmetro por punção e afinamento final em Tenupol (solução eletrolítica 5% de ácido perclórico em ácido acético glacial, resfriada a 5°C). Foi utilizado um microscópio eletrônico marca PHILIPS, modelo CM-120, com tensão de aceleração 120 KV.

### 3 - Resultados

A Figura 1 mostra os resultados dos ensaios de “macro dureza” Vickers. Através desta figura, pode-se observar claramente que não houve nenhum indício de endurecimento adicional, apenas uma diminuição contínua da dureza. Exames metalográficos, Figura 2, mostraram que o tamanho médio de grão ferrítico permaneceu praticamente constante conforme o tempo de tratamento térmico aumentou ( $d \sim 5,0 \mu$ m), mas a perlita passou por um processo de esferoidização. Este efeito deve ter provocado a queda contínua na curva, uma vez que na “macro dureza” o indentador Vickers sempre interceptou ilhas de perlita, Figura 3(a).

A Figura 4 apresenta as curvas de “micro dureza” (dureza com carga de 5 gf). Neste caso, o indentador não interceptou perlita, Figuras 3(b) e 3(c). Como a microestrutura do aço foi constituída por grãos poligonais heterogêneos, os ensaios foram realizados tanto no interior dos maiores grãos, Figura 4(a), que inclui apenas o efeito da ferrita, quanto nas regiões de granulação fina, Figura 4(b), que mostra o efeito da ferrita e dos contornos de grão. Embora ambas as curvas mostrem uma dispersão relativamente elevada nas medidas, ao contrário da “macro dureza”, elas parecem indicar algum tipo de endurecimento que ainda ocorre após o bobinamento.

Na tentativa de observar um comportamento intermediário entre as medidas de “macro” e “micro dureza”, foram realizados ensaios de “minidureza” (dureza com carga de 50 gf), Figura 5. Esta, por sua vez, evitou a perlita na superfície, mas em algumas medidas pode tê-la encontrado quando o penetrador “afundou” na amostra. Assim, espera-se como resultado líquido um efeito da perlita menor do que aquele observado na “macro dureza” e uma variação nas medidas menor do que na “micro dureza”, uma vez que o penetrador interceptou um número maior de grãos (grandes + pequenos + contornos), Figura 3(c). Neste caso, a evidência para continuação da precipitação é mais fraca, mas ainda persiste (Figura 5).

A Figura 6 mostra três exemplos de distribuições de carbonitretos encontrados no aço antes e após o tratamento de envelhecimento. No caso das Figuras 6(a) e 6(b), a origem das

partículas foi determinada por difração de elétrons [14] e trata-se de carbonitretos formados na austenita durante a laminação a quente. Em alguns grãos do aço bobinado (2 em 20 grãos analisados) também foi encontrada precipitação interfásica, Figura 6(c), e este modo de precipitação deve ter sido o responsável pelo elevado desvio padrão observado nas medidas de “micro” e “minidureza”. Contudo, em nenhum dos casos houve indício de uma precipitação nova na ferrita.

#### 4 - Discussão

Os resultados dos ensaios de “micro” e “minidureza” Vickers indicaram uma continuação da precipitação durante o envelhecimento, sugerindo que a precipitação durante a etapa de bobinamento industrial tenha sido incompleta. Esta precipitação incompleta pode ser interpretada como um problema cinético, pois falta na ferrita sítios adequados para a nucleação dos carbonitretos [5,9]. De fato, para que novas partículas nasçam na ferrita não basta que esta fase encontre-se supersaturada com elementos microligantes. É necessário também a presença de um substrato adequado no qual elas possam nuclear. Alguns autores argumentaram no passado que esta precipitação ocorre de maneira homogênea, em todos os grãos [15,16], mas exemplos convincentes foram apresentados apenas em aços temperados e envelhecidos, mostrando que a precipitação intragranular na ferrita, na verdade, ocorre de maneira heterogênea, com preferência para as discordâncias [17,18]. Ao contrário dos aços temperados, as microestruturas resultantes de processamentos para tiras a quente apresentam baixa densidade de discordâncias e uma grande quantidade de precipitados finos herdados da austenita durante a laminação a quente. Nestas condições, a densidade de sítios preferenciais oferecida pelas partículas preexistentes à precipitação heterogênea na ferrita seria bem maior do que a oferecida pelas discordâncias. Estas partículas serviriam de substrato e impediriam a formação de núcleos adicionais na ferrita durante o bobinamento, o que justificaria, em princípio, a ausência deste modo de precipitação no MET. De acordo com esta interpretação, parte dos elementos microligantes que permanecerem em solução após a transformação  $\gamma \rightarrow \alpha$  precipitariam então em cima das partículas preexistentes, enquanto a outra parte continuaria em solução sólida na ferrita [6,9]. Esta segunda parte seria a responsável pela continuação da precipitação durante o envelhecimento.

No presente caso, se esta precipitação tivesse sido nova, homogênea (em todos os grãos) e fina, de tal maneira que as partículas pudessem ter estado abaixo dos limites práticos de resolução do MET empregado, ela deveria gerar um efeito de endurecimento significativo, capaz de aparecer nas medidas de “macro dureza”. O fato que este endurecimento não apareceu (Figura 1) mostra que a continuação da precipitação com tendência de endurecimento, observada nas medidas de “micro” e “minidureza” (Figura 4), ocorreu numa escala modesta, pois gerou um efeito de endurecimento em nível menor do que a contribuição à resistência mecânica das ilhas de perlita (~ 25 MPa no limite de resistência para  $V_f$  de perlita no aço bobinado = 7 %), que se perdeu ao longo do tratamento térmico devido à esferoidização e provocou a queda contínua nas medidas de “macro dureza”.

De acordo com o modelo de endurecimento por precipitação de Orowan-Ashby [11,12], enquanto a distância entre as partículas de uma dada distribuição de precipitados permanecer praticamente constante, um eventual aumento no diâmetro das partículas aumentaria a probabilidade delas serem cortadas pelas discordâncias. Este efeito provocaria um endurecimento por precipitação adicional, porém, em nível bem menor do que o de uma eventual precipitação de novas partículas [13]. Como no presente caso o endurecimento observado foi baixo, pode-se concluir que a precipitação de carbonitretos durante o envelhecimento não ocorreu na forma de novos núcleos, mas sim em cima de partículas já existentes (formadas na austenita e na interface), fazendo-as crescer. Esta interpretação combina com a ausência de precipitação na ferrita no microscópio eletrônico de transmissão e com a ausência de endurecimento adicional nas medidas de “macro dureza”. O mesmo

comportamento deve ser esperado para a precipitação na ferrita durante a etapa de bobinamento industrial, uma vez que o substrato para a nucleação dos carbonitretos é o mesmo em ambos os casos.

Finalmente, as medidas de “macro dureza” mostram ainda que a perlita afeta a dureza mesmo em aços com baixos teores de carbono. Contudo, o efeito da perlita deve aparecer apenas no limite de resistência do aço, uma vez que a dureza mede resistência mecânica já após um certo grau de encruamento [19]. Isto está de acordo com previsões de equações empíricas nas quais indicam ausência do efeito da perlita no limite de escoamento mas presença do efeito no limite de resistência [20].

## **5 - Conclusões**

1 - Não foram encontrados indícios para uma precipitação fina adicional que deveria ocorrer na ferrita durante o bobinamento.

2 - Os dados de “micro” e “minidureza” Vickers indicaram que a precipitação de carbonitretos continuou durante o tratamento de envelhecimento, gerando um endurecimento por precipitação adicional e sugerindo que ainda existem elementos de microliga em solução na ferrita após o bobinamento.

3 - Este endurecimento, porém, ocorreu em nível baixo e foi atribuído ao crescimento de carbonitretos formados anteriormente durante o processamento termomecânico (austenita e interface).

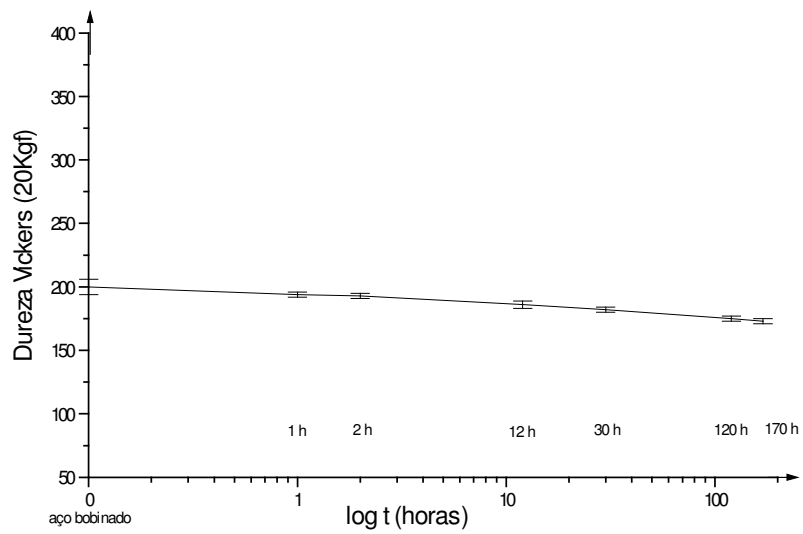
4 - A presença de ~ 7 % de perlita é suficiente para aumentar a dureza mesmo em aços de baixo teor de carbono. Porém, este efeito se perde com a esferoidização.

## **Agradecimentos**

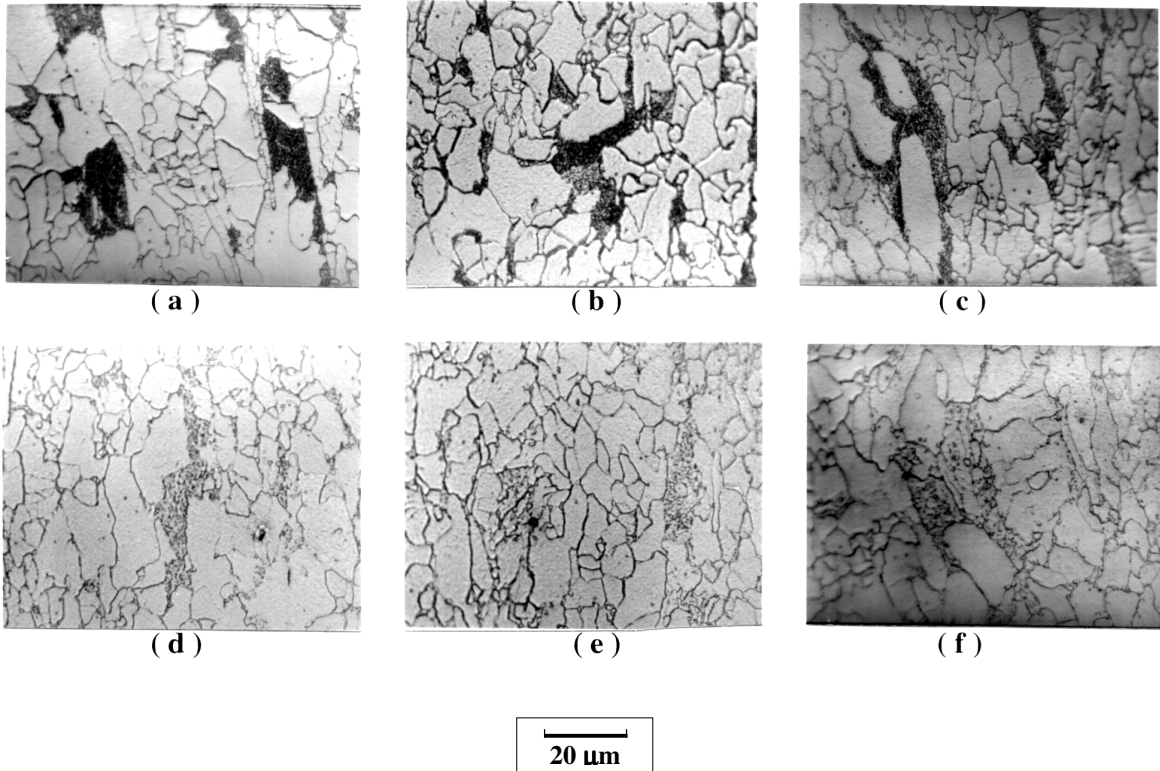
Ao Prof. Dr. Rubens Caram e a Ricardo Riso por propiciarem o uso de equipamentos e materiais necessários para encapsulamento das amostras; À COSIPA pelo fornecimento do aço comercial investigado; À FAPESP pelo financiamento do projeto e pela bolsa de pesquisa concedida a Sandro da Silva Campos (Processo nº 98/03916-4).

## Referências Bibliográficas

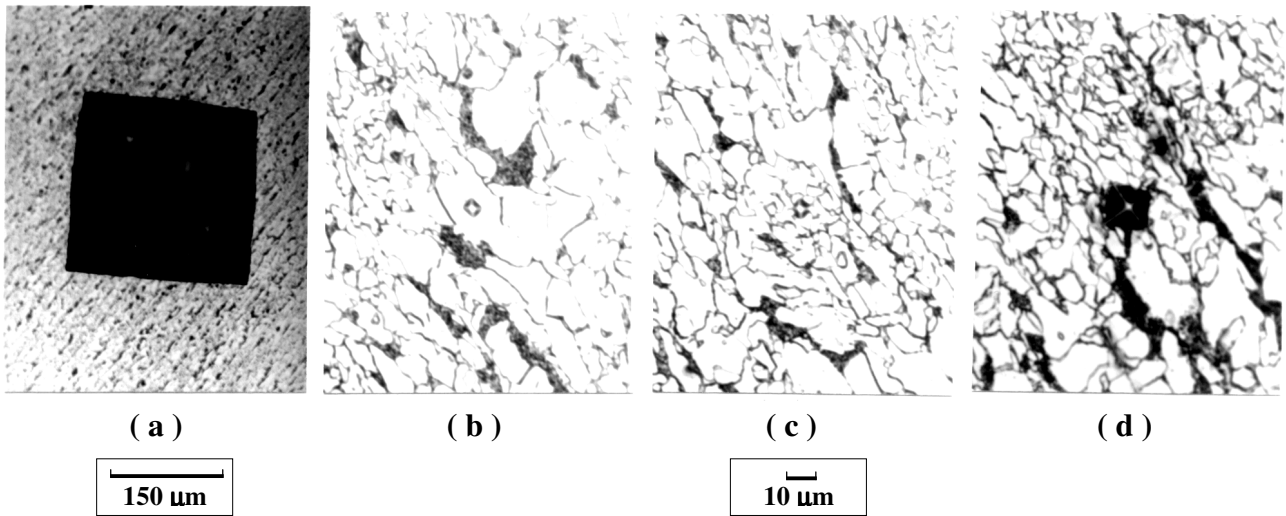
- [1] MORRISON, W. B. , *J. Iron Steel Inst.* , 201 , p.317 (1963).
- [2] MEYER, L. , STRASSBURGER, C. e SCHNEIDER, C. , em HSLA Steels: Metallurgy and Applications , American Society for Metals, Metals Park, Ohio, p.29 (1986).
- [3] DeARDO, A. J. , em 8th Process Technology Conference Proceedings , Iron and Steel Societ , Warrendale, Pa, p.67 (1988).
- [4] DeARDO, A. J., em THERMEC'97, T. Chandra e T. Sakai eds., Wollongong, Austrália, p.13 (1997).
- [5] ITMAN, A. , CARDOSO, K. R. e KESTENBACH, H.-J. , *Mater. Sci. Technol.*, 13 , p.49 (1997).
- [6] CAMPOS, S. S. , MORALES, E. V. e KESTENBACH, H.-J., comunicação submetida para publicação na revista *Metallurgical and Materials Transactions* (1999).
- [7] CAMPOS, S. S. , MORALES, E. V. e KESTENBACH, H.-J., Trabalho apresentado no 53º Congresso Anual da ABM, Belo Horizonte, MG (1998).
- [8] CAMPOS, S. S. e KESTENBACH, H.-J., Trabalho apresentado no 13º CBECIMAT, Curitiba, PR (1998).
- [9] KESTENBACH, H.-J. , *Mater. Sci. Technol.* , 13 , p.731 (1997).
- [10] MEYER,L., HEISTERKAMP,F. e MUESCHENBORN, W., em Microalloying 75, Union Carbide Corp., New York, p.153 (1977).
- [11] OROWAN, E., em Internal Stresses in Metals and Alloys, Institute of Metals, London, p.451 (1948).
- [12] ASHBY, M. F. , *Acta Metall.* , 14 , p.679 (1966).
- [13] GALLEGO, J. , MORALES, E. V. e KESTENBACH, J.-H. , Trabalho apresentado no 53º Congresso Anual da ABM, Belo Horizonte, MG (1998).
- [14] DAVENPORT, A. T. , BROSSARD, L. C. e MINER, R. E. , *Journal of Metals*, 27, p.21 (1975).
- [15] MANGONON JR., P. L. e HEITMANN, W. E. , em Microalloying 75 , Union Carbide Corp., New York , p.59 (1977).
- [16] HONEYCOMBE, R. W. K. , em HSLA Steels: Metallurgy and Applications , American Society for Metals , Metals Park, Ohio, p.243 (1986).
- [17] BOSANSKY, J. , PORTER, D. A. , ASTRÖM, H. e EASTERLING, K. E., *Scandinavian Journal of Metallurgy*, 6 , p.125 (1977).
- [18] KESTENBACH, H.-J. , em THERMEC'97, T. Chandra e T. Sakai eds., Wollongong, Austrália, 2 (1997).
- [19]
- [20] PICKERING, F. B. , Physical metallurgy and the design of steels , London, Applied Science Publishers, p.60-88, Materials Science Series (1978).



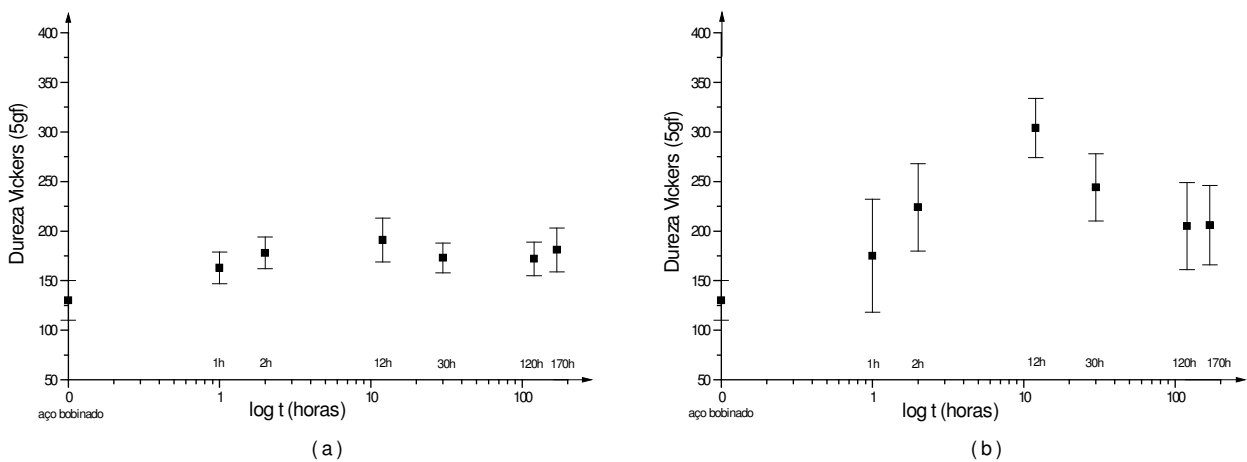
**Figura 1** – Curva mostrando a variação da “macro dureza” Vickers com o tempo de tratamento isotérmico a 650 °C (envelhecimento). Intervalo de confiança: 95 %.



**Figura 2** – Microestrutura do aço após envelhecimento por 1h em (a), 2h em (b), 12 h em (c), 30 h em (d), 120 h em (e) e 170 h em (f). Microscopia ótica, seção transversal. Aumento 550 X.

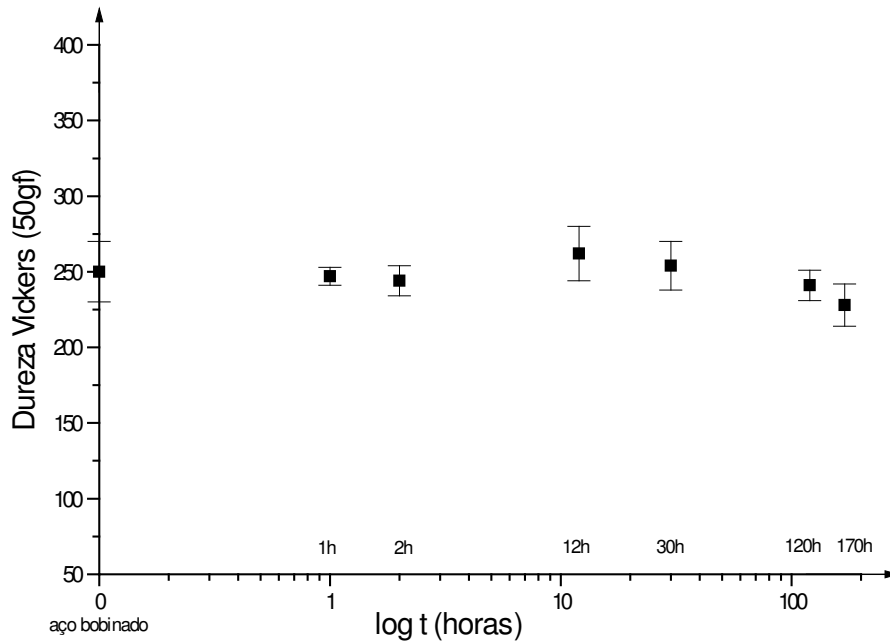


**Figura 3** – Indentador Vickers. Em (a) na “macro dureza”; Em (b) e (c) na “micro dureza”, aplicada em grãos grandes e pequenos da microestrutura, respectivamente; Em (d) na “minidureza”. Microscopia ótica, seção transversal. Aumentos 100 X em (a) e 400 X em (b), (c) e (d).

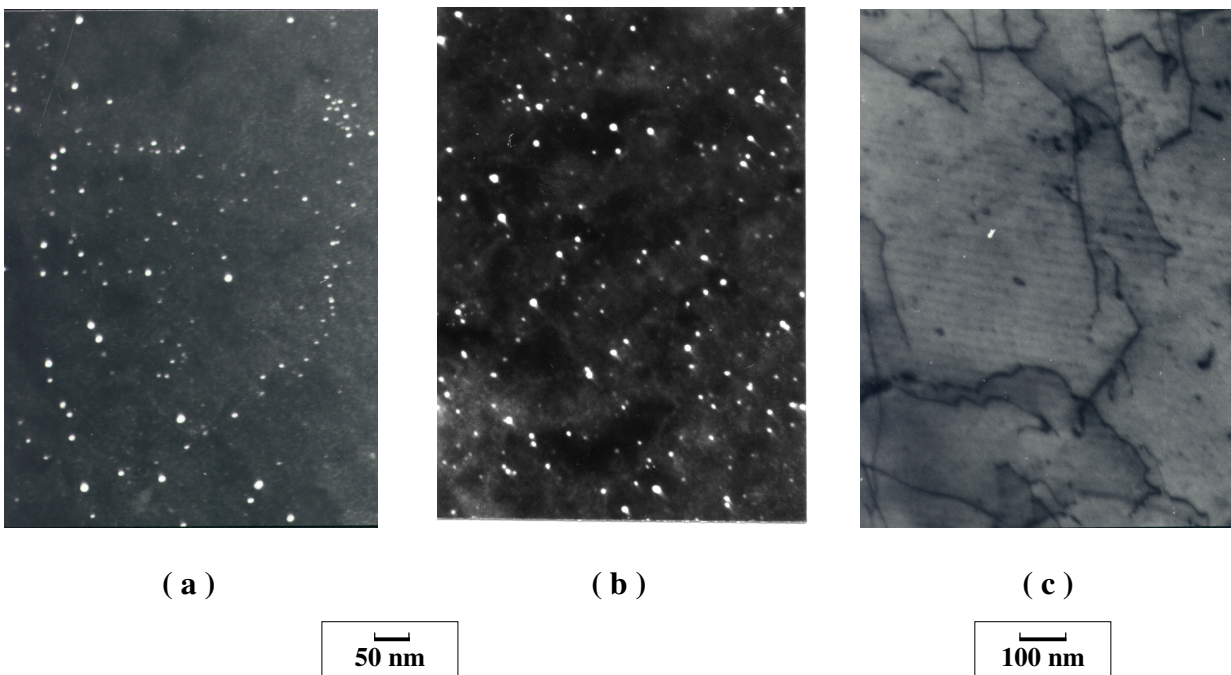


**Figura 4** – Variação da “micro dureza” Vickers com o tempo de tratamento isotérmico a 650 °C. Em (a) ensaios realizados no interior de grãos grandes e (b) com indentador Vickers interceptando grãos pequenos + contornos de grão. Intervalo de confiança: 95 %.





**Figura 5** – Variação da “minidureza” Vickers com o tempo de tratamento isotérmico a 650 °C (envelhecimento). Intervalo de confiança: 95 %.



**Figura 6** – Micrografias obtidas no microscópio eletrônico de transmissão. Em (a) carbonitretos formados na austenita, observados após bobinamento industrial; Em (b) carbonitretos formados na austenita, observados após tratamento térmico de envelhecimento por 120 h; Em (c) precipitação interfásica encontrada no aço bobinado. Campo escuro e aumento 94.000 X em (a) e (b); Campo claro e aumento 62.000 X em (c).