

RELAÇÃO DE HALL-PETCH EM AÇOS MICROLIGADOS PRODUZIDOS COMO TIRAS A QUENTE

G. R. Mecelis¹, C. L. F. de Assis¹, J. Gallego²,

¹INSTITUTO FEDERAL DE SÃO PAULO, CEP 15503-110, Votuporanga, SP,
eng.mecelis@gmail.com

²Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP

RESUMO

O refino de grão é considerado um eficiente mecanismo para incremento da resistência mecânica e da tenacidade. Há décadas a relação entre o limite de escoamento e o tamanho de grão ferrítico, mais conhecida como relação de Hall-Petch, tem sido usada para mostrar a interação microestrutura-propriedade mecânica dos materiais metálicos. O refino de grão é considerado um eficiente mecanismo para incremento da resistência mecânica e da tenacidade. No presente trabalho foram utilizados cinco aços microligados processados industrialmente como tiras a quente, nos quais se determinou a distribuição dos tamanhos de grão ferríticos nas diferentes seções da chapa laminada e a sua influência sobre o limite de escoamento determinado experimentalmente após ensaios de tração. Após o processamento industrial a precipitação de carbonitretos promoveu a formação de grãos ferríticos finos (2.8 – 4.1 μm) que resultaram em limites de escoamento entre 419 a 646 MPa. A análise estatística (ANOVA) confirmou que a maioria das diferenças encontradas na microestrutura e no comportamento mecânico eram significativas, tendo a relação de Hall-Petch mostrado bom ajuste com outros resultados experimentais apresentados na literatura.

Palavras-chave: aços microligados, tiras a quente, microestrutura, tamanho de grão ferrítico, Hall-Petch.

INTRODUÇÃO

Os aços microligados possuem tipicamente entre 0.07 a 0.12%p de Carbono, até 2%p de Manganês e pequenas adições de Nióbio, Titânio e Vanádio, normalmente até 0.1%p. Outros elementos também podem estar presentes na liga, tais como Molibdênio, Zircônio, Bóro, Alumínio e Nitrogênio, entre outros elementos mais raros. ⁽¹⁾ São produtos siderúrgicos muito importantes para a indústria, e seu desenvolvimento teve um grande avanço motivado pela necessidade de materiais que oferecessem boa soldabilidade, tenacidade e custo-benefício vantajoso.

Os elementos microligantes são usados principalmente para ocasionar o refinamento da microestrutura granular, e são também conhecidos pelo endurecimento por precipitação.

Pequenas adições de enxofre são também adicionadas às vezes para melhorar a usinabilidade. ⁽²⁾ O refino de grão é um dos métodos de aumento de resistência melhor estabelecidos nos aços, além de influenciar outras propriedades mecânicas, e pode ser alcançado através do processo de laminação controlada.

A laminação controlada pode ser dividida em 3 etapas, ocorrendo em início a deformação durante a temperatura de recristalização, quando o grão de austenita é refinado por recristalização estática repetida, obtendo um grão austenítico mais fino que resultará num grão ferrítico também mais fino. Na próxima etapa ocorre a deformação em temperatura de não recristalização, quando os grãos austeníticos são alongados e se forma estruturas de deformação nos grãos, aumentando a taxa de deformação no contorno dos grãos austeníticos e ocasionando a nucleação intra-granular da ferrita que é um dos aspectos mais importantes da laminação controlada. Por fim ocorre a deformação na região bifásica ($\gamma+\alpha$). Esse processo pode ser visto graficamente na Figura 1 abaixo. ⁽³⁾

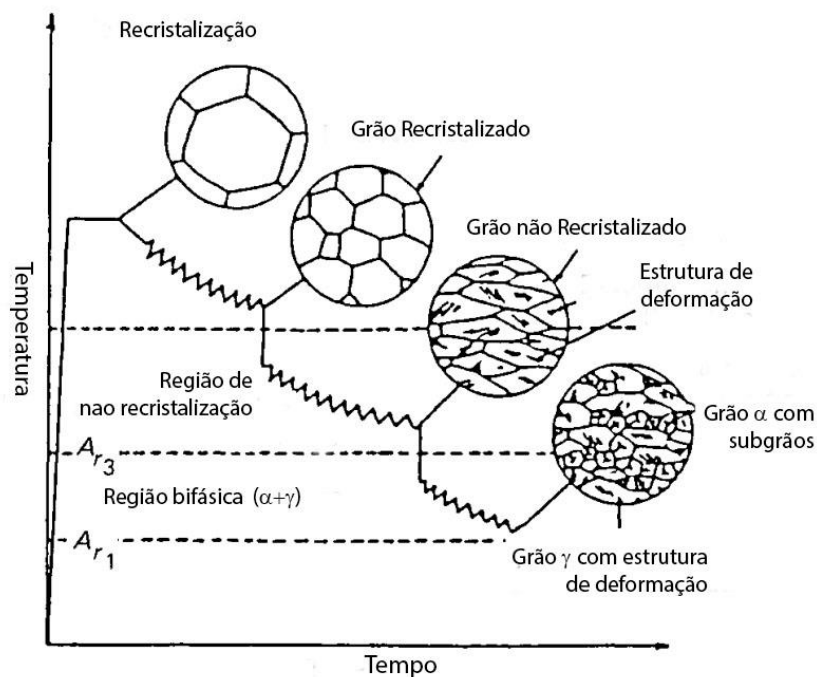


Figura 1 - Estágios da laminação controlada. ⁽³⁾

Hall e Petch foram os primeiros a descrever, em trabalhos independentes, uma relação direta entre o tamanho do grão ferrítico com a dureza e resistência mecânica dos materiais, chegando à relação (A). ^(3,4)

$$\sigma_y = \sigma_o + k_y d^{-1/2} \quad (A)$$

Onde σ_y é o limite de escoamento, σ_o é a resistência intrínseca, k_y é o coeficiente de resistência de contorno de grão e d é o tamanho de grão. Os parâmetros σ_o e k_y são constantes experimentais de um material, fazendo com que a relação entre tamanho de grão $d^{-1/2}$ e limite de escoamento seja linear, como pode ser visto na Figura 2 em que Morrison ⁽⁶⁾ exemplifica a relação existente para vários aços, sendo essa relação tem sido válida para tamanhos de grão superiores a $1\mu\text{m}$. ⁽⁷⁾

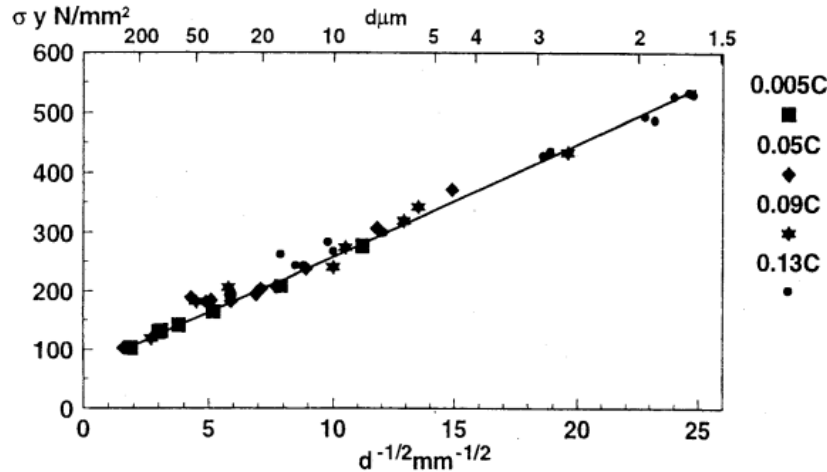


Figura 2 - Relação entre o limite de escoamento e o inverso da raiz quadrada do diâmetro do grão. ⁽⁶⁾

No presente trabalho a relação de Hall-Petch é investigada para uma série de aços microligados processados industrialmente, sendo observada uma boa correlação entre os resultados experimentais com o modelo em discussão.

MATERIAIS E MÉTODOS

Os aços microligados selecionados para este estudo são aços comerciais, fabricados por laminação em tiras a quente. Eles se diferenciam em 3 composições diferentes, sendo dois deles produzidos por processo distinto de fabricação. As informações sobre o processo realizado em sua fabricação são mantidas em segredo industrial pelo fabricante. Na Tabela 1 **Erro! Fonte de referência não encontrada.** abaixo são apresentados os aços microligados estudados e suas respectivas composições em porcentagem de peso.

Os aços USI-1 e USI-2 possuem a mesma composição, mas diferem quanto ao processo metalúrgico utilizado em sua produção. O mesmo ocorre com os aços COS-2 e COS-3.

Tabela 1 - Composição dos aços utilizados (%p).

Aço	C	Mn	Si	P	S	Al	Nb	Ti	V
USI-1	0,09	0,91	0,3	0,023	0,007	0,052	0,021	0,074	0,004
USI-2	0,09	0,91	0,3	0,023	0,007	0,052	0,021	0,074	0,004
USI-3	0,09	0,66	-	0,018	0,005	0,032	0,025	-	-
COS-2	0,11	1,54	0,28	0,026	0,007	0,013	0,041	0,105	0,008
COS-3	0,11	1,54	0,28	0,026	0,007	0,013	0,041	0,105	0,008

Cada material passou pelo ensaio de tração para verificação de seus limites de escoamento.

Foram tomadas amostras em orientação normal às secções das chapas laminadas, sendo assim tomadas três amostras de cada material analisado. As três secções adotadas para este estudo foram: Longitudinal, Normal e Transversal (L, N e T); como ilustrado na Figura 3 abaixo.

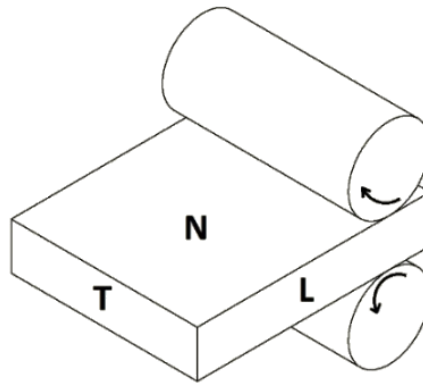


Figura 3 - Secções da chapa laminada adotadas para o estudo.

Cada amostra foi preparada embutida em baquelite para processo de análise metalográfica. Elas foram então lixadas utilizando uma sequência de lixas até grana de 1200. Em seguida foi dado polimento utilizando alumina de 1 μm . Para a revelação dos contornos da microestrutura foi realizado um ataque químico utilizando Nital 2%.

Após essa preparação, foram analisadas em microscópio óptico com câmera digital acoplada, utilizando aumentos maiores que 1000x, adquirindo imagens com resolução de 2560x1920 pixels. Diversas imagens foram tomadas de cada amostra, selecionando posteriormente as quatro melhores de cada série para utilização.

Cada imagem foi então tratada digitalmente para possibilitar sua análise em software. Para isso, inicialmente foram equilibrados os balanços de cor e contraste para melhorar sua visibilidade, e em seguida os contornos de grão foram evidenciados e reforçados para viabilizar a medição da área média de grão utilizando o software ImageJ. A seguir, através do próprio software ImageJ, foram executadas as ferramentas para aquisição do mapa das

áreas de cada grão, bem como os valores dessas áreas fornecidos em planilha pelo software. A Figura 4 abaixo ilustra esse preparo e aquisição do mapa de áreas passo a passo⁽⁸⁾.

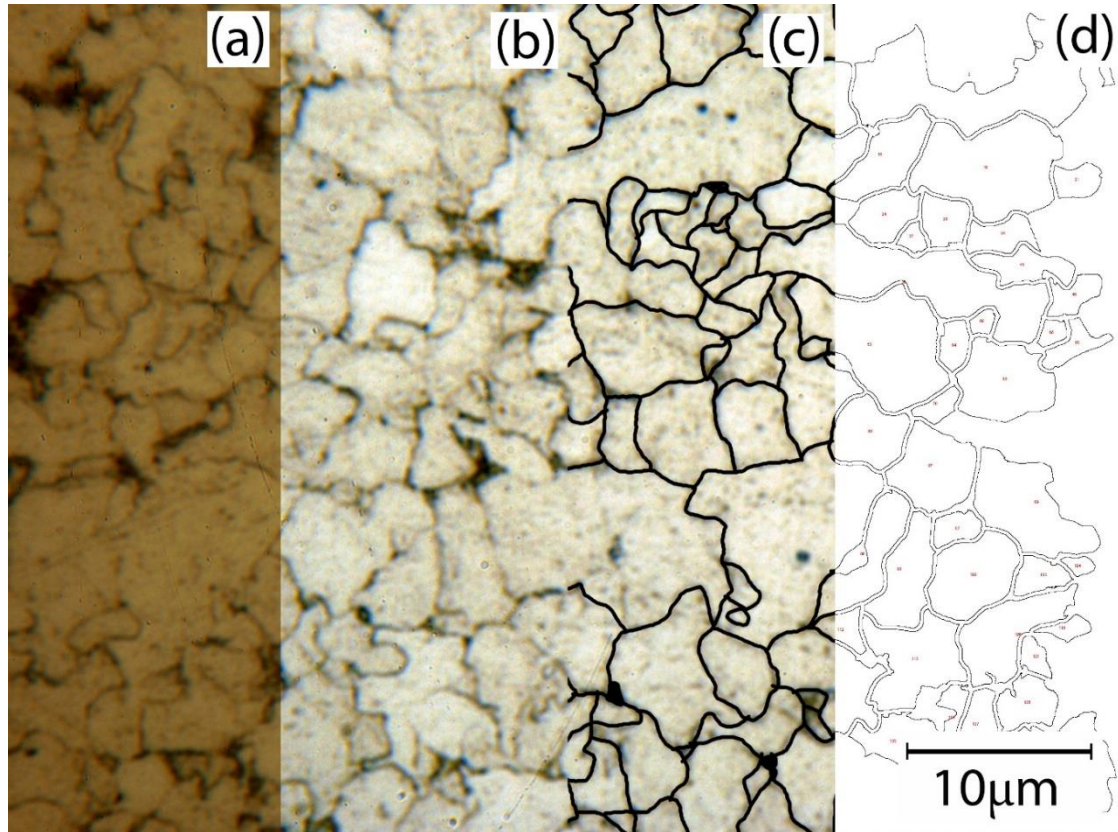


Figura 4 - Passos de tratamento das imagens. (a) Imagem original; (b) Imagem melhorada; (c) Contornos delineados; (d) Resultado de mapa de áreas no ImageJ.

Para obtenção dessas áreas foram analisadas regiões de material que continham, no mínimo, 380 grãos inteiros somados de várias imagens, desconsiderando aqueles parciais interceptados pela borda das micrografias, como é possível ver na figura 2(d).

Depois de obter os valores das áreas dos grãos, foi calculado o diâmetro equivalente de grão para cada área utilizando a equação (B) padrão para cálculo de área de círculos.

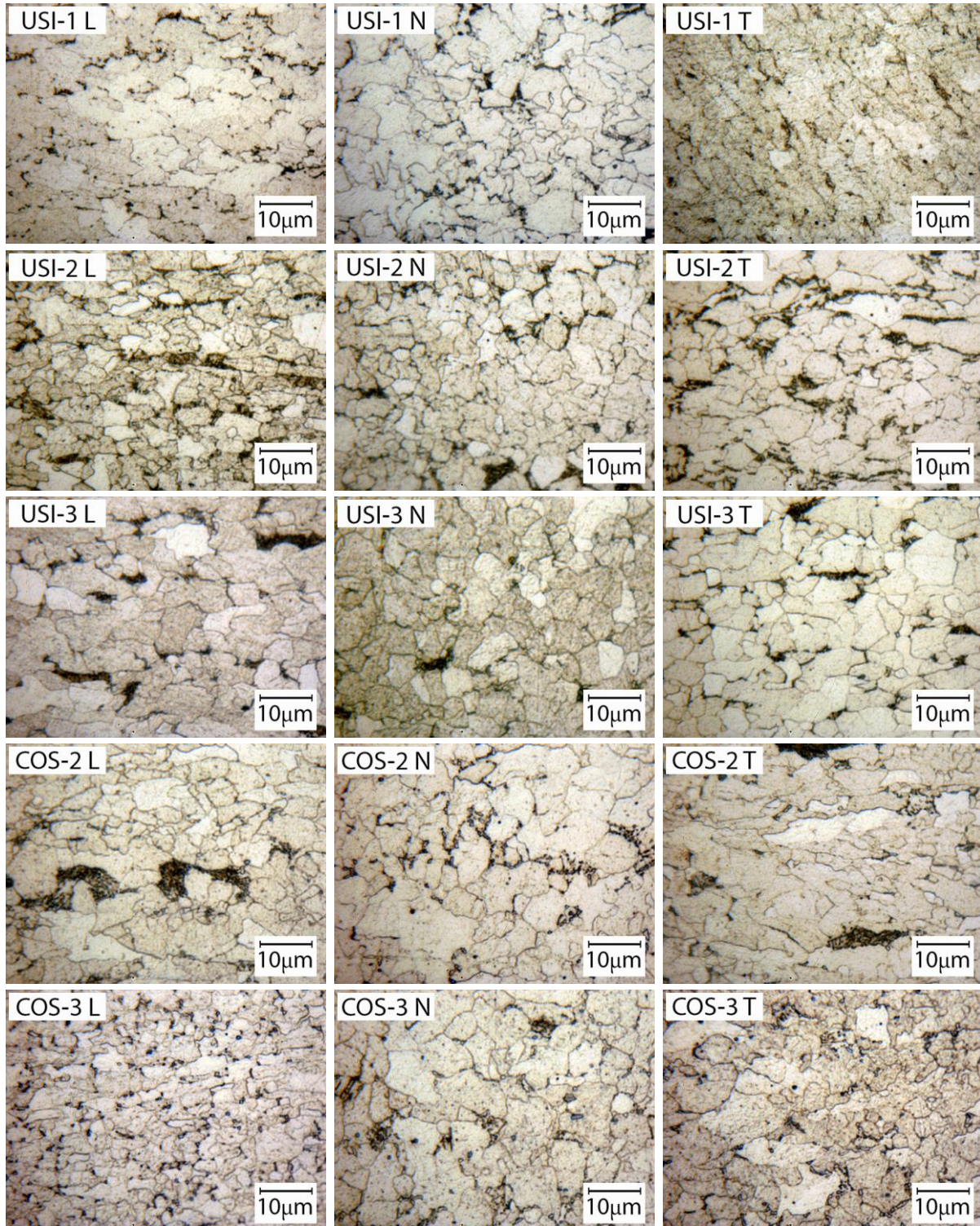
$$\phi_{eq} = \sqrt{\frac{4 \times A}{\pi}} \quad (B)$$

Uma vez obtidos os diâmetros equivalentes, estes foram trabalhados utilizando análise de variância (ANOVA) com nível de significância em 5%, obtendo assim as interações entre as secções das amostras e entre os diferentes aços empregados neste trabalho, bem como os diâmetros equivalentes médios de cada amostra.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tabela 2 são apresentadas as micrografias organizadas de forma que cada linha apresenta um material e cada coluna representa uma secção do material.

Tabela 2 - Micrografias das amostras estudadas.



As medidas de tamanho médio de grão obtidas para cada amostra estão apresentadas junto aos resultados de limite de escoamento de cada aço na Tabela 3 Tabela 3.

Tabela 3 - Tamanhos de grão, limite de escoamento.

MATERIAL	Tamanho médio de grão (μm)			Média	LE (Mpa)
	L	N	T		
USI1	4,09	3,40	3,20	3,54	646
USI2	3,43	3,57	3,77	3,59	583
USI3	4,17	3,94	4,16	4,08	419
COS2	3,22	3,47	3,43	3,37	638
COS3	2,81	3,52	3,04	3,11	512

Considerando os valores observados, os resultados dos aços analisados foram comparados com dados de outras fontes, apresentados na Tabela 4. Para a comparação foram extraídos dados diretamente de outros trabalhos⁽⁹⁻¹⁵⁾. Para padronizar os dados obtidos neste trabalho a fim de comparação, foi considerado o tamanho médio de grão de cada material a partir da média das médias de cada secção (L, N e T), como já apresentado na Tabela 3. Foi confirmada então que a relação de Hall-Petch para os materiais estudados encontra-se na abrangência normal para aços microligados, conforme demonstrado no gráfico da Figura 5.

Tabela 4 - Dados referentes ao gráfico da figura 3, obtidos dos materiais estudados e extraídos em bibliografias. ⁽⁹⁻¹⁵⁾

Origem	Lim. de Esc. (MPa)	Tam. de grão ($\phi[\mu\text{m}]$)
Mao, 2010	450	6,8
	730	3,3
Campos, 2001	534	5,0
	426	5,5
	310	10,0
	312	10,0
Charleux, 2001	550	3,0
Misra, 2005	798	5,0
Martins, 2013	600	3,8
	475	10,7
	455	10,5
	359	6,7
Show, 2010	421	7,4
	310	10,0
	419	4,9
Gallego, 2005	534	5,0
	603	4,2

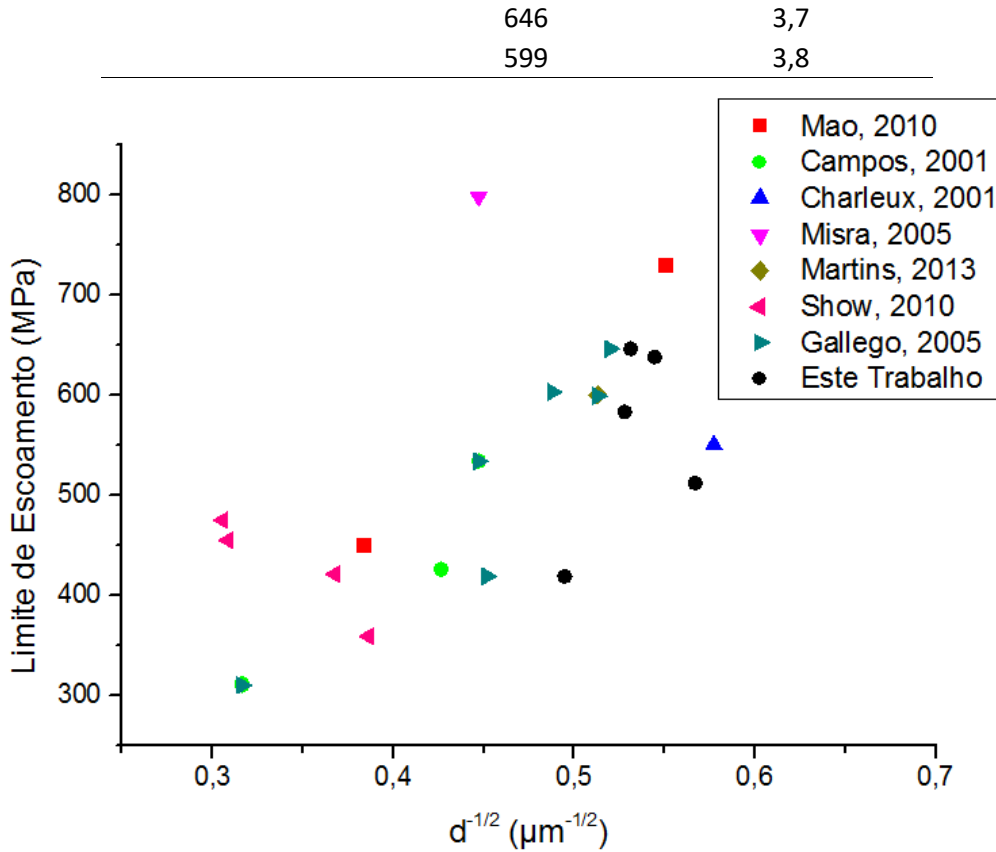


Figura 5 - Representação da relação de Hall-Petch para diversos materiais em comparação com os estudados. ⁽⁹⁻¹⁵⁾

Aplicando o recurso estatístico de análise de variância (ANOVA) sobre os tamanhos de grão, observou-se que para os cinco materiais estudados existe uma diferença estatisticamente significativa entre os tamanhos das direções N - L, mas as diferenças entre as direções L - T e N - T não são estatisticamente significativas, mostrando que a secção T é estatisticamente semelhante às regiões L e N. Contudo, as seções L e N apresentaram tamanhos de grão estatisticamente diferentes. Ao analisar a diferença de tamanho de grão entre os materiais, observou-se que os materiais COS-2, USI-1 e USI-2 são estatisticamente semelhantes. Por outro lado, os materiais COS-3 e USI-3 são estatisticamente diferentes entre si e também diferem dos outros 3 materiais. Considerando que os materiais USI-1 e USI-2 tem a mesma composição, diferindo no método de fabricação, nota-se que apesar de possuírem tamanhos de grão estatisticamente semelhantes, o processo de fabricação influencia o limite de escoamento através da inclusão de discordâncias e precipitação dos microligantes. Para o par de materiais COS-2 e COS-3 essa diferença no processo de fabricação influenciou também no tamanho de grão formado. Esse efeito torna evidente que, nos aços estudados, o tamanho de grão é estatisticamente influente, mas não é o único fator que interfere no limite de escoamento.

CONCLUSÕES

Neste trabalho foram estudados cinco aços industriais para analisar seu ajuste na relação de Hall-Petch. Os resultados indicam correlação entre o tamanho de grão ferrítico e o limite de escoamento dos aços microligados industriais com a relação de Hall-Petch. A análise via ANOVA revelou algumas variações estatísticas da microestrutura entre as diferentes secções das chapas laminadas que influenciaram o ajuste de Hall-Petch aos aços investigados. O próximo passo da pesquisa será relacionar os resultados obtidos neste trabalho com medições de microdureza em cada uma das secções dos aços estudados, visando identificar o grau de anisotropia das chapas laminadas.

BIBLIOGRAFIA

1. DEGARMO, E.P.; BLACK, J.T.; KOHSER, R.A., *Materials and Processes in Manufacturing* (9th ed.), Wiley, 2003.
2. BAKER, T.N., *Microalloyed Steels. Ironmaking & Steelmaking*, v.43, p.264-307, 2016.
3. TAMURA, I. et al. *Thermomechanical Processing of High Strength Low Alloy Steels*. 1ª. ed. London: Butterworths, 1988.
4. HALL, E.O., *The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results. Proceedings of the Physical Society. Section B, Volume 64, Number 9, 1951.*
5. PETCH, N.J., *The Cleavage Strength of Polycrystals. The Journal of the Iron and Steel Institute*, vol. 174, pp. 25–28, 1953.
6. MORRISON, B. W. *Overview of Microalloying in Steel. The Proceedings of the Vanitec Symposium, Guilin, 2000.*
7. KUNITAKE, T., *On the Yield Strength of Quenched and Tempered Structures of Low-Carbon, Low Alloy Steels. Transaction of the Iron and Steel Institute of Japan*, n.7, p.254-262, 1967.
8. Rasband, W.S., *ImageJ, U. S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA*, <http://imagej.nih.gov/ij/>, 1997-2016.
9. MAO, X. et. al., *Strengthening mechanisms of a new 700 MPa hot rolled Ti-microalloyed steel produced by compact strip production. Journal of Materials Processing Technology*, v.210, p.1660-1666, 2010.
10. CAMPOS, S.S., MORALES, E.V., KESTENBACH, H.J., *On Strengthening Mechanisms in Commercial Nb-Ti Hot Strip Steels. Metallurgical and Materials Transactions*, v.32A, p.1245-1248 ,2001.

11. CHARLEUX, M. et. al., Precipitation Behavior and Its Effect on Strengthening of a HSLA-Nb/Ti Steel. Metallurgical and Materials Transactions, v.32A, p.1635-1647, 2001.
12. MISRA, R.D.K. et. al., Microstructural evolution in a new 770 MPa hot rolled Nb–Ti microalloyed steel. Materials Science and Engineering, v.394A,p.339-352, 2005.
13. MARTINS, V.L.V., VASCONCELOS, F.P., GALLEGO, J. Correlação Limite de Escoamento-Microestrutura em Aço Microligado Nb-Ti-V. In: ABM, 2013, Belo Horizonte. Anais do 68º Congresso Internacional da Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração, 2013. v.CD-ROM. p.3496 - 3506.
14. SHOW, B.K. et. al., Effect of vanadium and titanium modification on the microstructure and mechanical properties of a microalloyed HSLA steel. Materials Science and Engineering, v.527A, p.1595-1604, 2010.
15. GALLEGO, J.; MORALES, E.V.; CAMPOS, S.S.; KESTENBACH, H.J., Efeitos da Composição Química e da Temperatura de Transformação sobre o Endurecimento por Precipitação Interfásica em Aços Microligados. Tecnologia em Metalurgia e Materiais, São Paulo, v. 2, n. 1, p. 50-57, 2005.

HALL-PETCH RELATION IN MICROALLOYED STEEL PRODUCED IN HOT STRIPS

ABSTRACT

The grain refining is considered to be an efficient mechanism for increasing the mechanical strength and toughness. For decades, the relationship between the yield strength and ferrite grain size, better known as the Hall-Petch relationship has been used to show the mechanical microstructure-property interaction of metallic materials. In this paper we used five micro-alloyed steels processed as hot strip in which it was determined the distribution of ferritic grain sizes in different sections of the rolled sheet and its influence on the determined flow limit experimentally after tensile tests. After the industrial processing carbonitride precipitation promoted the formation of fine ferritic grains (2.8 – 4.1 μm) which resulted in yield strengths of 419-646 MPa. Statistical analysis (ANOVA) confirmed that the majority of differences in microstructure and mechanical behavior were significant, with the Hall-Petch relationship shown good fit with other experimental results reported in the literature.

Keywords: micro-alloyed steels, hot strips, microstructure, ferrite grain size, Hall-Petch.