

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
**Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas**

**Tese de Doutorado**

**INFLUÊNCIA DE PARÂMETROS DE RECOZIMENTO  
CONTÍNUO SOBRE A EVOLUÇÃO  
MICROESTRUTURAL DE UM AÇO BIFÁSICO**

**Autor: Fernando de Souza Costa**  
**Orientador: Professor Ronaldo Antônio Neves Marques Barbosa**  
**Março/2012**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS**  
**Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas**

**Fernando de Souza Costa**

**INFLUÊNCIA DE PARÂMETROS DE RECOZIMENTO CONTÍNUO  
SOBRE A EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL DE UM AÇO  
BIFÁSICO**

**Tese de Doutorado Apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas  
da Universidade Federal de Minas Gerais**

**Área de concentração: Metalurgia Física**  
**Linha de pesquisa: Metalurgia Física**  
**Orientador: Professor Ronaldo Antônio Neves Marques Barbosa**

**Belo Horizonte**  
**Escola de Engenharia da UFMG**  
**2012**

Costa, Fernando de Souza

C837i      Influência de parâmetros de recozimento contínuo sobre a evolução microestrutural de um aço bifásico [monografia] /Fernando de Souza Costa. — 2012.  
228 f., enc.: il.

Orientador: Ronaldo A. N. M. Barbosa.

Tese (doutorado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia.

Bibliografia: f.221-228.

1. Metalurgia física - Teses. 2. Aço - Metalurgia - Teses. I. Barbosa, Ronaldo Antônio Neves Marques. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.

CDU: 669.017 (043)

*Portanto, meus amados irmãos, sede firmes e inabaláveis,  
sempre abundantes na obra do Senhor, sabendo que no Senhor  
o vosso trabalho não é vão.*

Apóstolo Paulo aos cristãos em Corinto

*À memória de minha mãe, Noemi de Souza Costa.  
Seu inestimável legado espiritual e moral tem me conduzido até aqui.*

*À minha esposa Giane, minha fiel e leal companheira.*

*Aos meus filhos Daniel e Miguel, minha maior realização.*

## **AGRADECIMENTOS**

À Usiminas pela oportunidade e por todo o suporte material e financeiro.

Ao Prof. Ronaldo Barbosa, pela orientação, apoio e incentivo a este trabalho.

Ao Túlio Magno Füzessy de Melo e ao Fábio Dian Murari, pela amizade, apoio, orientação e pelas discussões técnicas sempre oportunas.

Ao Hélber Luiz Oliveira Ribeiro, ao Carlos Salaroli de Araújo e ao João Luiz Barros Antunes, pela confiança e pelo apoio sem os quais este trabalho não seria possível.

Ao Ricardo Miranda Alé e ao Odair José dos Santos pelas proveitosas sugestões durante o exame da proposta de tese.

A Roberta de Oliveira Rocha e ao Rodrigo Madrona Dias pela obtenção do material empregado neste trabalho, na linha industrial.

A todos os colegas do Laboratório de Metalografia da Gerência Geral de Pesquisa e Desenvolvimento da Usiminas, em especial: José Geraldo Rodrigues, José Carlos Teixeira, Wilton Pereira Nunes, Marília Faria de Oliveira Caizer, Adson Silva Damiano e Gustavo Gonzaga Rodrigues, pela disponibilidade e pela presteza com que apoiaram a execução deste trabalho sempre que foram solicitados.

Aos demais colegas da Usiminas que direta ou indiretamente ofereceram suporte à realização deste trabalho, em especial: Ivan de Castro, Nicolau Apoen Castro, Marcus Vinícius Pereira Arruda, Júlio Cezar de Souza Zorzi.

# SUMÁRIO

	<b>Página</b>
<b>CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO</b> .....	1
<b>CAPÍTULO 2: OBJETIVOS</b> .....	3
<b>CAPÍTULO 3: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	4
3.1. Aços Dual Phase - Principais Características .....	4
3.2. Transformações de Estado Sólido durante o Recozimento Contínuo .....	12
3.2.1. A recristalização da ferrita.....	12
3.2.2. Formação da austenita .....	15
3.2.3. Formação da nova ferrita.....	34
<b>CAPÍTULO 4: METODOLOGIA EXPERIMENTAL</b> .....	41
4.1. Introdução .....	41
4.2. Material.....	41
4.3. Recursos Materiais.....	42
4.4. Monitoramento da Evolução Microestrutural.....	43
4.4.1. Recristalização da ferrita .....	43
4.4.2. Formação da austenita .....	46
4.4.3. Medição da partição de manganês.....	50
4.4.4. Evolução da microestrutura durante o resfriamento.....	52
<b>CAPÍTULO 5: RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	58
5.1. O Material em Condição de Equilíbrio Termodinâmico .....	58
5.2. O Material Como Laminado a Frio .....	62
5.3. Recristalização da Ferrita .....	64
5.3.1. Ensaios isotérmicos .....	64
5.3.2. Ensaios por aquecimento contínuo.....	72
5.3.3. Análises por EBSD.....	83
5.4. Formação da Austenita .....	90
5.4.1. Partição de manganês .....	91
5.4.2. Pontos alotrópicos e etapa de aquecimento .....	95
5.4.3. Etapa de encharque.....	121
5.5. Evolução da Microestrutura Durante o Resfriamento .....	152
5.5.1. Resfriamento lento.....	153

5.4.2. Resfriamento rápido .....	183
<b>CAPÍTULO 6: CONCLUSÕES .....</b>	<b>213</b>
<b>CAPÍTULO 7: CONTRIBUIÇÕES AO CONHECIMENTO.....</b>	<b>217</b>
<b>CAPÍTULO 8: RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS.....</b>	<b>219</b>
<b>CAPÍTULO 9: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>220</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>221</b>

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Página</b>
Figura 3.1 – Esquema do ciclo de recozimento contínuo empregado tipicamente na fabricação de aços <i>dual phase</i> ..	5
Figura 3.2 - Figura 3.2 - Influência da adição de molibdênio nos campos de estabilidade dos constituintes microestruturais em um aço com 0,08% de C e 2,0% de Mn. F-ferrita, P-perlita, B-bainita, M-martensita. (TOBIYAMA <i>et al.</i> , 2000).	8
Figura 3.3 - Curvas tensão <i>versus</i> deformação de aços <i>dual phase</i> , sendo três deles de granulação ultrafina (UFG) e um convencional (CG) (SON <i>et al.</i> , 2005).	10
Figura 3.4 – Aspecto típico da microestrutura de um aço DP600 após as laminações a quente (a) e a frio (b). (COSTA <i>et al.</i> , 2007).	12
Figura 3.5 - Recristalização da ferrita em ensaios isotérmicos a várias temperaturas em amostras de aço <i>dual phase</i> laminado a frio (YANG <i>et al.</i> , 1985)	13
Figura 3.6 – Representação esquemática das condições de LENP e de <i>para-equilibrium</i> , para os elementos C e Mn em uma de fase transformação $\alpha/\gamma$ . (VITEK <i>et al.</i> , 2003).	18
Figura 3.7 – Perfil de concentração de manganês nas fases ferrita ( $\alpha$ ) e martensita ( $\alpha'$ ), antes austenita, em um aço <i>dual phase</i> com 0,10%C-2,00%Mn-0,03%Al, após 200s a 780°C determinado por EDS em MET-FEG (MARUYAMA <i>et al.</i> , 2007)..	19
Figura 3.8 - Perfil de concentração de manganês nas fases ferrita e austenita em um aço <i>dual phase</i> com 0,06%C-1,50%Mn após 1h a 740°C determinado via STEM (SPEICH <i>et al.</i> , 1981).	21
Figura 3.9 – Fração de austenita formada durante o aquecimento contínuo, segundo previsões do Thermo-Calc ( <i>ortho-equilibrium</i> e <i>para-equilibrium</i> ) e medições experimentais. (MURARI <i>et al.</i> , 2010).	22
Figura 3.10 - (a) Representação esquemática da energia livre de Gibbs (G) em função da concentração de carbono na ferrita ( $\alpha$ ), na austenita ( $\gamma$ ) e na cementita ( $\theta$ ) a uma temperatura acima de $Ac_1$ . (b) Representação de uma parte do diagrama Fe-C. (SAVRAN <i>et al.</i> , 2007).	23
Figura 3.11 – Representação esquemática da microestrutura (a) e variação do teor de carbono através de cementita/austenita/ferrita (b) e ferrita/austenita/ferrita (c). F-ferrita; A-austenita; P-perlita. (SAVRAN <i>et al.</i> , 2007).	24

- Figura 3.12 – Curva dilatométrica da variação dimensional relativa,  $\Delta L/L_0$  em função da temperatura, obtida por aquecimento contínuo; derivada da variação dimensional com a temperatura,  $d(\Delta L/L_0)/dT$ . Posição correspondente às temperaturas críticas  $A_{c1}$ ,  $A_{c3}$  e  $A_{c0}$ . (SAN MARTÍN *et al.*, 2008)..... 32
- Figura 3.13 – Representação esquemática do uso da regra da alavanca para calcular a fração de austenita transformada em uma transformação  $\alpha/\gamma$ . (MELO *et al.*, 2008) ..... 33
- Figura 3.14 – Microestrutura das amostras após encharque de 830°C por 30 minutos e resfriadas com taxas de (a) 0,1°C/s até 680°C e (b) 5,6°C/s até 590°C. RF- ferrita pró-euteótide (*retained ferrite*); TF-ferrita transformada; M-martensita (austenita a 830°C) (JEONG *et al.*, 1988)..... 38
- Figura 4.1 – Esquema de ensaios realizados na *Gleeble* com o objetivo de monitorar a recristalização da ferrita durante o aquecimento do material. .... 44
- Figura 4.2 - Esquema dos ensaios isotérmicos com 75°C/s de taxa de aquecimento, realizados no dilatômetro, para monitorar a recristalização da ferrita..... 44
- Figura 4.3 – Esquema dos corpos de prova para ensaios na *Gleeble* e detalhe da seção destinada à metalografia. DL é direção de laminação, DT, direção transversal e DN, direção normal ao plano de laminação. As marcações em “x” indicam as posições dos termopares e a área hachurada, indicada pela seta, corresponde à seção selecionada para as análises metalográficas. .... 45
- Figura 4.4 – Esquema dos ensaios realizados no dilatômetro para o levantamento dos pontos alotrópicos e da fração de austenita..... 47
- Figura 4.5 – Esquema dos ensaios realizados no dilatômetro para avaliar a influência da taxa de aquecimento sobre a formação de austenita, ao longo de um patamar isotérmico de 10 minutos..... 48
- Figura 4.6 – Esquema de ensaios realizados na *Gleeble* para monitorar a formação da austenita durante as etapas de aquecimento e de encharque..... 49
- Figura 4.7 – Esquema de ensaios realizados no dilatômetro para monitorar a formação da austenita durante o encharque..... 50
- Figura 4.8 – Simulações de Monte Carlo para a geração de raios-X em uma amostra de Fe, por um feixe eletrônico acelerado por 15 kV..... 52
- Figura 4.9 – Esquema de ensaios realizados no dilatômetro para estimar as faixas de temperatura de formação da nova ferrita durante o resfriamento lento. .... 53
- Figura 4.10 – Esquema de ensaios realizados no dilatômetro para avaliar a influência da taxa de resfriamento sobre a formação da nova ferrita. .... 54

Figura 4.11 – Esquema de ensaios realizados na <i>Gleeble</i> , com o objetivo de avaliar a influência da temperatura de início de resfriamento rápido, após encharque a 780°C, sobre a microestrutura ao final do resfriamento a 300°C.....	55
Figura 4.12 – Esquema de ensaios realizados na <i>Gleeble</i> , com o objetivo de avaliar a influência da temperatura de encharque sobre a microestrutura ao final do resfriamento a 300°C.....	56
Figura 5.1 – Diagrama de fase calculado com o uso do programa <i>Thermo-Calc</i> referente ao aço em estudo, destacando os campos de estabilidade da ferrita e da austenita.....	58
Figura 5.2 – Diagrama de fase calculado com o uso do programa <i>Thermo-Calc</i> referente ao aço em estudo, destacando o campo de estabilidade da cementita.....	59
Figura 5.3 – Concentração de Mn na austenita (a) e na ferrita (b) em função da temperatura, calculada com o uso do programa <i>Thermo-Calc</i> , referente ao aço em estudo..	60
Figura 5.4 – Concentração de Mn na cementita em função da temperatura (a). Balanço de massa do Mn considerando as fases de interesse (b). Resultados obtidos com o uso do programa <i>Thermo-Calc</i> .....	61
Figura 5.5 – Aspecto da microestrutura na condição de como laminado a frio, conforme observado via microscopia óptica. Nital a 4%.....	62
Figura 5.6 – Aspecto da microestrutura na condição de como laminado a frio, conforme observado por microscopia eletrônica de varredura. Nital a 4%.....	63
Figura 5.7 – Evolução da microestrutura com o tempo durante ensaios isotérmicos a 650°C, conforme observado via microscopia óptica. Nital a 4%. As setas em (b) indicam alguns grãos de ferrita recristalizados.....	65
Figura 5.8 – Aspecto da microestrutura após 10s a 650°C, conforme observado via microscopia óptica. A região circulada indica uma área já de intensa recristalização. As setas indicam alguns grãos recristalizados ao longo da amostra. Ataque com nital a 4%.....	66
Figura 5.9 – Representação do esquema da aplicação da dupla linearização ao conjunto dos dados experimentais.....	68
Figura 5.10 – Representação do esquema de linearização da curva de variação dos valores de $b$ com o inverso da temperatura para determinar a energia da ativação para a recristalização da ferrita.....	69
Figura 5.11 – Evolução da recristalização da ferrita em ensaios isotérmicos nas temperaturas: 600°C (▼); 650°C (Δ); 680°C (●); 710°C (■).....	71

Figura 5.12 – Variação da dureza média do material (dureza Vickers com carga de 5,0kgf) em função da temperatura, durante o aquecimento contínuo do material. Média de 10 impressões... ..	72
Figura 5.13 – Valores médios da dureza da ferrita, e o intervalo com 95% de confiança, em função da temperatura, com base em 20 impressões com carga de 10gf.. ..	74
Figura 5.14 – Fração recristalizada de ferrita em função da temperatura, durante o aquecimento contínuo do material. Resultados obtidos por metalografia quantitativa.. ..	75
Figura 5.15 – Aspecto típico da microestrutura, conforme observado via microscopia óptica, durante o aquecimento contínuo com taxa de aquecimento de 3,8°C/s. Em (b) setas indicam alguns dos núcleos formados. Ataque com nital a 4%... ..	76
Figura 5.16 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 660°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. P – perlita; BSD – banda de ferrita severamente deformada; AMD – área moderadamente deformada.....	78
Figura 5.17 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 740°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. P – perlita em dissolução, FD – ferrita não-recristalizada.....	81
Figura 5.18 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 760°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%.. ..	82
Figura 5.19 – Análises de EBSD representativas da amostra na condição como laminado a frio. A – áreas severamente deformadas, B – regiões moderadamente deformadas.....	85
Figura 5.20 – Análises de EBSD representativas da amostra após 10s a 650°C.....	86
Figura 5.21 – Análises de EBSD representativas da amostra após 30s a 650°C. As marcações destacam a ocorrência de recristalização.....	87
Figura 5.22 – Análises de EBSD representativas da amostra após 300s a 650°C.....	88
Figura 5.23 – (a) Aspecto típico da microestrutura, constituída de ferrita (F) e perlita (P), da amostra na condição como laminado a frio, conforme observado via MEV após ataque com nital a 4%; (b) <i>linescan</i> quantitativo de manganês levantado por EDS.....	92
Figura 5.24 – (a) Aspecto típico da microestrutura, constituída de ferrita (F) e 2ª fase (austenita a 780°C), da amostra no final do encharque a 780°C conforme observado via MEV após ataque com nital a 4%; (b) <i>linescan</i> quantitativo de manganês levantado por EDS.....	93

- Figura 5.25 – Variação dimensional do corpo de prova (a) e sua derivada (b) em ensaio dilatométrico, por aquecimento contínuo com taxa de  $3,8^{\circ}\text{C/s}$ . A seta preta indica o fim da transformação da perlita em austenita. A vermelha, um quase patamar na expansão da austenita para o interior da ferrita... 97
- Figura 5.26 – Variação dimensional do corpo de prova (a) e sua derivada (b) em ensaio dilatométrico, por aquecimento contínuo com taxa de  $10^{\circ}\text{C/s}$ . A seta preta indica o fim da transformação da perlita em austenita. A vermelha, um quase patamar na expansão da austenita para o interior da ferrita... 98
- Figura 5.27 – Variação dimensional do corpo de prova (a) e sua derivada (b) em ensaio dilatométrico, por aquecimento contínuo com taxa de  $100^{\circ}\text{C/s}$ . A seta preta indica o fim da transformação da perlita em austenita. A vermelha, um quase patamar na expansão da austenita para o interior da ferrita... 99
- Figura 5.28 – Fração de austenita formada, determinada mediante o uso da regra da alavanca, em função da temperatura para as três taxas de aquecimento empregadas... 100
- Figura 5.29 – Fração de austenita, determinada mediante o uso da regra da alavanca, formada durante o aquecimento e o patamar de 10 minutos a  $780^{\circ}\text{C}$ , para as três taxas de aquecimento empregadas... 103
- Figura 5.30 – Efeito da taxa de pré-aquecimento na fração de austenita formada em função do tempo, durante o patamar isotérmico de 10 minutos a  $780^{\circ}\text{C}$  (a). Detalhe dos primeiros 24s do patamar (b)... 104
- Figura 5.31 – Derivada da variação de comprimento do corpo de prova durante os primeiros 100s do patamar de 10 minutos a  $780^{\circ}\text{C}$  (a). Detalhe dos primeiros 24s do patamar (b)... 105
- Figura 5.32 – Aspecto da microestrutura do produto como laminado a frio (a) e a  $780^{\circ}\text{C}$ , após pré-aquecimento com  $3,8^{\circ}\text{C/s}$  (b). Microscopia óptica. Nital 4%. As setas indicam 2ª fase em contornos de grão da ferrita... 109
- Figura 5.33 – Aspecto da microestrutura do produto a  $780^{\circ}\text{C}$  após pré-aquecimento com  $10^{\circ}\text{C/s}$  (a) e com  $100^{\circ}\text{C/s}$  (b). Microscopia óptica. Nital 4%. As setas indicam 2ª fase em contornos de grão da ferrita... 110
- Figura 5.34 – Aspecto da microestrutura do produto a  $780^{\circ}\text{C}$  após pré-aquecimento com  $10^{\circ}\text{C/s}$ . MEV após Nital 4%. As setas indicam 2ª fase em contornos de grão da ferrita. FR - ferrita recristalizada, M - martensita... 111

Figura 5.35 – Microestrutura do produto a 780°C após pré-aquecimento com 100°C/s. MEV após Nital 4%. FR – ferrita recristalizada, M – martensita. O círculo destaca partículas de 2ª fase em contornos de grão da ferrita... ..	112
Figura 5.36 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 730°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M-martensita (austenita a 730°C); P-perlita; F-ferrita. As setas indicam os locais de formação da austenita.....	115
Figura 5.37 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 780°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%... ..	118
Figura 5.38 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 800°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%... ..	119
Figura 5.39 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 820°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%... ..	120
Figura 5.40 – Evolução da microestrutura com o tempo durante o encharque a 740°C, conforme observado via microscopia óptica, após ataque com nital a 4%... ..	122
Figura 5.41 – Evolução da microestrutura com o tempo ao longo do encharque a 760°C, conforme observado via microscopia óptica, após ataque com nital a 4%... ..	124
Figura 5.42 – Evolução da microestrutura com o tempo ao longo do encharque a 780°C, conforme observado via microscopia óptica, após ataque com nital a 4%... ..	126
Figura 5.43 – Evolução da microestrutura com o tempo ao longo do encharque a 800°C, conforme observado via microscopia óptica, após ataque com nital a 4%... ..	128
Figura 5.44 – Evolução da microestrutura com o tempo ao longo do encharque a 820°C, conforme observado via microscopia óptica, após ataque com nital a 4%... ..	131
Figura 5.45 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no início do encharque a 740°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M-martensita; PE-perlita esferoidizada (em estágio final de dissolução).....	132
Figura 5.46 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no fim do encharque a 740°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M-martensita; F-ferrita.....	133
Figura 5.47 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no início do encharque a 760°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M-martensita; F-ferrita.....	134

- Figura 5.48 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no fim do encharque a 760°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. Ataque com nital a 4%. M-martensita; F-ferrita... 135
- Figura 5.49 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no início do encharque a 780°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M-martensita; F-ferrita... 136
- Figura 5.50 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no fim do encharque a 780°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M-martensita; F-ferrita; B-bainita... 137
- Figura 5.51 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no início do encharque a 800°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M-martensita; F-ferrita; B-bainita; AR-austenita retida... 138
- Figura 5.52 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no final do encharque a 800°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M-martensita; F-ferrita; B-bainita; AR-austenita retida... 139
- Figura 5.53 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no início do encharque a 820°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. F-ferrita; B-bainita; as setas indicam ferrita bainítica... 140
- Figura 5.54 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no final do encharque a 820°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. B-bainita; as setas indicam ferrita bainítica; os círculos destacam algumas partículas de ferrita não-transformada... 141
- Figura 5.55 – Valores médios da dureza da 2ª fase, e o intervalo com 95% de confiança, em função do tempo, tendo como referência o início do encharque a 740°C, para as temperaturas de encharque de 740°C (♦), 780°C (■) e 820°C (▲)... 144
- Figura 5.56 – Fração de austenita formada ao longo do aquecimento e durante o encharque a 740°C(a) e 760°C(b), determinada em ensaios no dilatômetro mediante o uso da regra da alavanca... 146
- Figura 5.57 – Fração de austenita formada ao longo do aquecimento e durante o encharque a 780°C(a) e 800°C(b), determinada em ensaios no dilatômetro mediante o uso da regra da alavanca... 147
- Figura 5.58 – Fração de austenita formada durante o aquecimento e encharque a 820°C, determinada em ensaios no dilatômetro... 148
- Figura 5.59 – Fração de austenita no início e no fim de cada uma das temperaturas de encharque empregadas, medida por metalografia (MO) e no dilatômetro (dil), em comparação com valores calculados com o uso do *Thermo-Calc*... 148

- Figura 5.60 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $3,6^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $740^{\circ}\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). A seta indica o início de formação da nova ferrita..... 154
- Figura 5.61 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $3,6^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $760^{\circ}\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita..... 155
- Figura 5.62 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $3,6^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $780^{\circ}\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita..... 156
- Figura 5.63 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $3,6^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $800^{\circ}\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita..... 157
- Figura 5.64 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $3,6^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $820^{\circ}\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita..... 158
- Figura 5.65 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $3,6^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $855^{\circ}\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita..... 159
- Figura 5.66 – Valores médios e o erro das temperaturas de início e fim de formação da nova ferrita em função da temperatura de encharque estimados com base em sete medições..... 160
- Figura 5.67 – (a) Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $0,1^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $780^{\circ}\text{C}$ . A seta indica o fim de formação da nova ferrita. (b) Derivada da variação dimensional do CP. Linhas verticais delimitam as regiões de formação da ferrita e da perlita..... 163
- Figura 5.68 – (a) Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $1,0^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $780^{\circ}\text{C}$ . A seta indica o fim de formação da nova ferrita. (b) Derivada da variação dimensional do CP. A Linha vertical delimita as regiões de formação da ferrita e da perlita..... 164
- Figura 5.69 – (a) Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $2,0^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $780^{\circ}\text{C}$ . A seta indica o fim de formação da nova ferrita. (b) Derivada da variação dimensional do

CP. A Linha vertical delimita as regiões de formação da ferrita e da perlita.....	165
Figura 5.70 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de 5,0°C/s, após o encharque a 780°C (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita.....	166
Figura 5.71 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de 10°C/s, após o encharque a 780°C (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). A seta indica o fim de formação da nova ferrita... ..	167
Figura 5.72 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de 30°C/s, após o encharque a 780°C (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). A seta indica o fim de formação da nova ferrita... ..	168
Figura 5.73 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de 50°C/s, após o encharque a 780°C (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). A seta indica o fim de formação da nova ferrita... ..	169
Figura 5.74 – Diagrama de transformação por resfriamento contínuo após o encharque na temperatura intercrítica de 780°C, destacando o campo de formação da nova ferrita e da perlita... ..	170
Figura 5.75 – Aspecto típico da microestrutura no final do encharque a 780°C, conforme observado via microscopia óptica. Ataque com picral por 35s, seguido de nital a 2% por 6s. O círculo destaca alguns grãos pequenos de ferrita localizados no interior de bandas de 2ª fase... ..	173
Figura 5.76 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de 0,1°C/s. Nital 4%. P-perlita... ..	174
Figura 5.77 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de 1,0°C/s. Nital 4%. F-ferrita, P-perlita, M-martensita... ..	175
Figura 5.78 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de 2,0°C/s. Nital 4%. F-ferrita, P-perlita, M-martensita, A-austenita.....	176
Figura 5.79 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de 5,0°C/s. Nital 4%. F-ferrita, P-perlita, M-martensita, A-austenita.....	177
Figura 5.80 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de 10,0°C/s. Nital 4%. F-ferrita, M-martensita, A-austenita.....	178
Figura 5.81 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de 30,0°C/s. Nital 4%. F-ferrita, B-bainita, M-martensita, A-austenita.....	179

- Figura 5.82 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de 50,0°C/s. Nital 4%. F-ferrita, B-bainita, M-martensita, A-austenita..... 180
- Figura 5.83 – Esquema proposto para justificar a influência exercida pela taxa de resfriamento sobre a evolução microestrutural durante o resfriamento de estruturas parcialmente austenitizadas.  $\alpha$ -ferrita;  $\gamma$ -austenita; P-perlita;  $\alpha'$ -martensita ou bainita. Os círculos vermelhos e as setas azuis destacam pequenas ilhas de ferrita, presentes no interior da austenita em temperaturas intercríticas, cujas interfaces podem se movimentar para baixas taxas de resfriamento, mas perdem mobilidade na medida em a taxa de resfriamento aumenta..... 182
- Figura 5.84 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 700°C. F-ferrita, B-bainita, M-martensita, MA-martensita/austenita... ..... 184
- Figura 5.85 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 700°C. F-ferrita, M-martensita, MA-martensita/austenita... ..... 185
- Figura 5.86 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 675°C. F-ferrita, B-bainita, M-martensita, MA-martensita/austenita... ..... 186
- Figura 5.87 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 675°C. F-ferrita, M-martensita, MA-martensita/austenita... ..... 187
- Figura 5.88 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 650°C. F-ferrita, B-bainita, M-martensita, MA-martensita/austenita... ..... 188
- Figura 5.89 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 650°C. F-ferrita, M-martensita, MA-martensita/austenita... ..... 189
- Figura 5.90 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 625°C. F-ferrita, B-bainita, M-martensita, MA-martensita/austenita.. ..... 190
- Figura 5.91 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 625°C. F-ferrita, M-martensita, MA-martensita/austenita... ..... 191
- Figura 5.92 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 600°C. F-ferrita, B-bainita, M-martensita, MA-martensita/austenita... ..... 192
- Figura 5.93 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 600°C. F-ferrita, M-martensita, MA-martensita/austenita... ..... 193
- Figura 5.94 – Difractograma levantado para a amostra processada com TE de 780°C e TIR de 650°C (código interno: OA0691-C3). Os picos de ferrita e de austenita estão identificados com os respectivos símbolos... ..... 194
- Figura 5.95 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 650°C. 1A a 4A (MA-martensita/austenita); 1M a 4M (martensita); 1F e 2F (matriz ferrítica).. ..... 195

Figura 5.96 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 740°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica. Nital 4%... ..	198
Figura 5.97 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 740°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica (a) e MEV (b). As setas indicam a distribuição do 2º constituinte nos contornos de grão da ferrita... ..	199
Figura 5.98 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 760°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica. Nital 4%... ..	200
Figura 5.99 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 760°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica (a) e MEV (b).....	201
Figura 5.100 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 800°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica. Nital 4%... ..	202
Figura 5.101 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 800°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica (a) e MEV (b).....	203
Figura 5.102 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 820°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica. Nital 4%... ..	204
Figura 5.103 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 820°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica (a) e MEV (b). O círculo indica partículas do 2º constituinte no interior de grão da ferrita.....	205
Figura 5.104 – Comprimento do intercepto em função da temperatura de início de resfriamento rápido, após encharque a 780°C. Medições do tamanho de grão da ferrita segundo a norma ASTM E112-10... ..	208
Figura 5.105 – Comprimento do intercepto em função da temperatura de encharque, com a temperatura de resfriamento rápido fixada em 650°C. Medições do tamanho de grão da ferrita segundo a norma ASTM E112-10... ..	209

## LISTA DE TABELAS

	<b>Página</b>
Tabela III.1 - Propriedades mecânicas em tração para os aços do tipo <i>dual phase</i> laminado a frio especificadas pela <i>General Motors (GM Worldwide Engineering Standard GMW3399M-ST-S DRAFT F.1, April 2006)</i> ..	7
Tabela IV.1 – Composição química do material..	42
Tabela V.1 – Fração média de ferrita recristalizada nos ensaios isotérmicos, o desvio padrão das medidas (s) e o erro para um intervalo de confiança de 95% segundo a distribuição <i>t</i> de <i>Student</i> para 20 medições ( $t_{20;0,025}$ )..	67
Tabela V.2 – Valores de <i>b</i> e de <i>k</i> e o coeficiente de correlação ( $R^2$ ) para as quatro temperaturas empregadas..	68
Tabela V.3 – Valores médio, máximo e mínimo de dureza Vickers da ferrita durante o aquecimento do material, com base em 20 impressões com carga de 10gf. Desvio padrão e erro com intervalo de confiança de 95%...	73
Tabela V.4 – Teor médio de manganês no material com o laminado a frio (LF) e no final do encharque a 780°C (FE-780), em medições por MEV-EDS e MEV-WDS, o desvio padrão (s) e o erro estimado a partir da distribuição <i>t</i> de <i>Student</i> para 10 medições com intervalo de confiança de 95%.....	95
Tabela V.5 – Valores das temperaturas $Ac_1$ , $Ac_3$ e $Ac_0$ , para cada uma das taxas de aquecimento empregadas e previsão segundo <i>Thermo-Calc</i> .....	101
Tabela V.6 – Fração de austenita formada durante o patamar isotérmico, determinada mediante o uso da regra da alavanca..	107
Tabela V.7 – Valores médio, máximo e mínimo da dureza Vickers do 2° constituinte, após o congelamento da microestrutura em diferentes tempos ao longo do encharque a 740, 780 e 820°C, com base em 20 impressões com carga de 10 gf. Desvio padrão (s) e erro para o intervalo de 95% de confiança levantado a partir da distribuição <i>t</i> de <i>Student</i> .....	143
Tabela V.8 – Fração percentual média de ferrita intercrítica e em amostras processadas por resfriamento contínuo após o encharque a 780°C, com diferentes taxas. Medições feitas por análise de imagens. A fração percentual de nova ferrita foi determinada por diferença entre o valor após cada taxa de resfriamento e a intercrítica..	171
Tabela V.9 – Fração percentual média de ferrita e de austenita no final do encharque a 780°C e dos constituintes microestruturais nas amostras processadas com temperatura de encharque de 780°C e diferentes valores de temperatura de início de resfriamento rápido. A fração percentual de nova ferrita foi determinada por diferença entre seu valor após cada	

condição de resfriamento rápido e na temperatura intercrítica. F-ferrita; A-autenita; M-martensita; NF-nova ferrita.....	195
Tabela V.10 – Teor de manganês em algumas partículas e na matriz da amostra processada TE de 780°C e TIR de 650°C. Análises foram feitas por MEV/EDS com tensão de 15kV.....	196
Tabela V.11 – Fração percentual média de ferrita no final do encharque em cada uma das temperaturas e de ferrita e de nova ferrita no final do resfriamento. As frações de ferrita foram medidas por análise de imagens e as de nova ferrita, por diferença..	206
Tabela V.12 – Resultados da medição do tamanho de grãos ferrítico em função da temperatura de encharque e da temperatura de início de resfriamento rápido. Distância média entre interceptos ( $l_{MED}$ ), o número total de interceptos medidos, o desvio padrão (s) e a acuracia percentual relativa (%RA).....	208

## LISTA DE NOTAÇÕES

$Ac_1$  = *arrêt chauffant*1 (temperatura de início de formação da austenita no aquecimento)

$Ac_3$  = *arrêt chauffant*3 (temperatura de fim de formação da austenita no aquecimento)

$AL_T$  = alongamento total

CAPL = *continuous annealing process line*

CCT = *continuous-cooling transformation*

CGL = *continuous galvanizing line*

CP = corpo de prova

DL = direção de laminação

DL = direção normal

DP = *dual phase*

DL = direção transversal

EBSA = *electron backscattered diffraction*

EDS = *energy dispersive spectrometry*

GA = *galvannealed steel*

GI = *galvanized steel*

HSLA = *high strength low alloy*

IFHSS = *interstitial free high strength steel*

JMAK = *Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov*

LE = limite de escoamento

LR = limite de resistência

MEV = microscópio eletrônico de varredura

MEV-FEG = microscópio eletrônico de varredura com *field emission gun*

MET = microscópio eletrônico de transmissão

MET-FEG = microscópio eletrônico de transmissão com *field emission gun*

MO = microscopia óptica

$n$  = expoente de encruamento

$n_{10-20\%}$  = expoente de encruamento medido no intervalo entre 10% e 20% de deformação

ND = *normal direction*

$Q$  = energia de ativação

$Q_{rex}$  = energia de ativação para recristalização

%RA = *percent relative accuracy*

RE = razão elástica

RD = *rolling direction*

STEM = *scanning transmission electron microscope*

TRIP = *transformation induced plasticity*

TTR = tempo-temperatura-recristalização

ULSAB = *ultra light steel auto body*

UFG = *ultrafine grained*

WDS = *wavelength dispersive spectrometry*

## RESUMO

A evolução microestrutural durante o ciclo de recozimento intercrítico de um aço bifásico C-Mn foi estudada, com ênfase na recristalização da ferrita e na formação da austenita, durante as etapas de aquecimento e de encharque, e na formação da nova ferrita, que ocorre durante o resfriamento. Mediante o uso de simulador termomecânico *Gleeble* modelo 3500 e do dilatômetro Bähr modelo Dil 805, foram feitas diversas simulações das etapas de aquecimento, de encharque e de resfriamento de um ciclo de recozimento intercrítico. A influência da etapa de superenvelhecimento, todavia, não foi estudada. Foi investigada, também, a partição de manganês por meio dos recursos de MEV/EDS e WDS. A partir de ensaios isotérmicos realizados nas temperaturas de 600, 650, 680 e 710°C, foi levantado o valor da energia de ativação associada à recristalização da ferrita em  $310 \pm 22$  kJ/mol. A cinética do processo de recristalização foi ajustada matematicamente ao modelo de JAMK. O emprego de diferentes taxas de aquecimento, nos valores de 3,8°C/s, 10°C/s e 100°C/s, não afetou significativamente as temperaturas  $Ac_1$  e  $Ac_0$ .  $Ac_3$ , por outro lado, aumentou sistematicamente com a taxa de aquecimento. O aumento da taxa de aquecimento também incrementou o bandeamento da microestrutura, em virtude da predominância dos mecanismos de crescimento da austenita sobre os de nucleação. Foi observada a influência da temperatura de encharque sobre a disposição das partículas de 2º constituinte ao longo da microestrutura. Com 740°C de temperatura de encharque, a distribuição ocorreu ao longo dos contornos de grão da ferrita. Com o aumento da temperatura, todavia, ocorreu um progressivo incremento desta distribuição também no interior dos grãos da ferrita. Foi observada também uma queda no tamanho de grão da ferrita quando o encharque foi realizado nas temperaturas de 800°C e de 820°C, que são temperaturas próximas ao campo austenítico. Estes dois efeitos foram explicados à luz do expressivo volume de nova ferrita formado durante o resfriamento, de mais de 50% para estas duas temperaturas de encharque. Além disso, os resultados obtidos neste estudo dão base à suposição de que, além da formação epitaxial por meio da movimentação das interfaces  $\alpha/\gamma$ , que é o mecanismo mais aceito atualmente para a formação da nova ferrita, tenha ocorrido também a nucleação e o crescimento de novos grãos ferríticos para estas duas

temperaturas, sendo esse o mecanismo responsável pela redução no tamanho de grão da ferrita.

**Palavras-chave:** Aço bifásico, Aço dual phase, Recozimento contínuo, Nova ferrita,  
Ferrita epitaxial

## ABSTRACT

The microstructural changes during the intercritical annealing cycle of a dual phase C-Mn steel was studied, with emphasis on the ferrite recrystallization, the austenite formation, during the stages of heating and soaking, and “new ferrite” formation, which occurs during cooling. Through the use of the thermo-mechanical simulator Gleeble 3500 model and as well as the dilatometer Bähr Dil 805 several simulations were performed the steps of heating, soaking and cooling of an intercritical annealing cycle. The influence of the overaging step, however, was not studied. The manganese partitioning was also investigated through the resources of SEM/EDS and WDS. From isothermal tests performed at temperatures of 600, 650, 680 and 710°C the value of activation energy associated with the ferrite recrystallization was estimated in  $310 \pm 22$  kJ/mol. The recrystallization kinetics was mathematically adjusted to the JAMK model. The use of different heating rates, of 3.8°C/s, 10°C/s and 100°C/s, did not significantly affect temperatures  $Ac_1$  and  $Ac_0$ .  $Ac_3$ , on the other hand, systematically increased with the heating rate. The increase in heating rate also increased the microstructural banding due to the predominance of growth mechanisms of the austenite over the nucleation. The influence of the soaking temperature over the distribution of the 2<sup>nd</sup> phase constituent particles along the microstructure was observed. On 740°C soaking temperature, the distribution occurred along the ferrite grain boundaries. Increasing temperature, however, there was a progressive increase from this distribution also in the interior of ferrite grains. There was also a decrease in the ferrite grain size when the soaking temperature was held at 800°C and 820°C, temperatures which are near the austenitic field. These two effects have been explained in the light of the significant amount of “new ferrite” formed during cooling, over 50% for these two temperatures soaking. Moreover, the results obtained in this study gave the basis of the assumption that, besides epitaxial formation by moving the interfaces  $\gamma/\alpha$ , which is currently the most accepted mechanism for new ferrite formation, has also occurred nucleation and growth of new ferritic grains at these two temperatures, this being the mechanism responsible for the reduction of the ferrite grain size.

**Key-words:** Dual phase steel, Continuous annealing, New ferrite, Epitaxial ferrite.

## CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

O ciclo de recozimento intercrítico é uma etapa essencial para a produção de aços com microestrutura bifásica, constituída de ferrita e de martensita, na condição de como laminados a frio. Estes materiais são mais conhecidos na literatura como aços *dual phase*.

Durante a execução do ciclo de recozimento intercrítico destes aços, ocorrem importantes transformações de estado sólido, das quais dependem as características microestruturais do produto. São elas: (i) recristalização da ferrita; (ii) dissolução da perlita e de partículas de cementita; (iii) formação da austenita. Estas transformações ocorrem durante as etapas de aquecimento e de encharque. A evolução da microestrutura durante o resfriamento subsequente, que consiste na transformação da austenita em seus produtos de decomposição, depende basicamente da composição química do aço e da taxa de resfriamento utilizada. Durante o resfriamento geralmente se verifica a transformação de frações variáveis da austenita em ferrita, denominada nova ferrita, por alguns autores, e ferrita epitaxial, por outros. Ocorre ainda a formação de bainita e de martensita, podendo também ser encontrada alguma quantidade de austenita retida, que raramente é superior a 5%, no caso de aços *dual phase*.

Estes são temas de grande interesse acadêmico, pois, apesar do considerável número de publicações a respeito dos aços *dual phase*, alguns aspectos ainda permanecem obscuros no tocante aos mecanismos metalúrgicos atuantes na evolução microestrutural destes aços. Sua relevância tecnológica, por outro lado, pode ser aquilatada considerando-se a variabilidade em propriedades mecânicas registrada na fabricação dessa classe de aços. Além disso, as demandas operacionais ligadas a ganho de produtividade nas linhas de produção industrial geralmente caminham no sentido contrário ao de um controle mais rigoroso dos parâmetros de fabricação do aço. O ponto de equilíbrio será estimado com maior precisão quanto mais elevado for o nível de conhecimento a respeito da evolução microestrutural destes aços, em correlação com suas propriedades mecânicas, para se determinar quais parâmetros podem ser

flexibilizados e em qual gama de variação, e quais aqueles que necessitam de um controle de processo mais rigoroso.

Existe uma considerável produção na literatura técnica abordando estes temas, embora na maioria das vezes em esquemas experimentais não diretamente aplicáveis em linhas de processamento industrial. Neste contexto, as indústrias fabricantes de aço se viram diante de duas alternativas, no tocante à produção de aços *dual phase*: desenvolver a tecnologia de fabricação com recursos próprios ou negociar sua compra junto a outros fabricantes, o que nem sempre é possível, além de ser financeiramente muito oneroso.

Nesse estudo pretende-se avaliar a influência dos parâmetros empregados em um ciclo de recozimento contínuo sobre a evolução microestrutural do aço *dual phase* da classe de 600 MPa de limite de resistência, processado via CAPL (*Continuous Annealing Process Line*), com enfoque na recristalização da ferrita e nas formações da austenita e da nova ferrita. Serão avaliados os estágios de aquecimento e de encharque e as etapas de resfriamento envolvidas na produção do material.

Do ponto de vista tecnológico, a escolha dessa classe de aço se justifica pelo fato de que cerca de 60% do volume total de aços do tipo *dual phase* como laminado a frio comercializados no mercado nacional correspondem atualmente à classe de 600 MPa de limite de resistência, produzidos via CAPL ou CGL (*Continuous Galvanizing Line*).

Do ponto de vista acadêmico, a razão repousa no fato de que mesmo se tratando de uma classe de aço bastante estudada nos últimos 30 anos, ainda existem alguns aspectos não totalmente esclarecidos, especialmente no tocante aos mecanismos de formação da nova ferrita.

## CAPÍTULO 2: OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho foi avaliar a influência das etapas de aquecimento, de encharque e de resfriamento e da temperatura de início de resfriamento rápido sobre a evolução microestrutural de um aço *dual phase* da classe de 600 MPa de limite de resistência, na condição de laminado a frio e recozido via o processo de recozimento contínuo. O presente estudo também visou alcançar os seguintes objetivos específicos:

- Avaliar o processo de recristalização da ferrita e fazer o ajuste matemático deste processo ao modelo JAMK;
- Estudar a influência da taxa de aquecimento sobre formação da austenita;
- Investigar os mecanismos de formação da nova ferrita;
- Investigar a evolução da partição de manganês.

## CAPÍTULO 3: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 3.1. Aços *Dual Phase* – Principais Características

Os aços bifásicos abrangem toda uma família de produtos de alta resistência, que apresentam uma microestrutura constituída por uma matriz ferrítica com dispersões de segunda fase, em geral martensita, embora outros constituintes, tais como bainita, austenita retida e, até mesmo, perlita também possam ser encontrados.

A literatura (LLEWELLYN *et al.*, 1996) registra que a história do desenvolvimento destes aços remonta aos anos 30, quando, pela primeira vez, foi registrada a obtenção de estruturas bifásicas, como consequência da austenitização incompleta na região intercrítica. Seu estudo sistemático, todavia, teve início somente nos anos 70, quando, inclusive, foi cunhada a expressão aços “*dual phase*” para designá-los.

Além de sua elevada resistência mecânica, aços *dual phase* se caracterizam por apresentar uma transição contínua entre os regimes elástico e plástico, sem a presença do patamar de escoamento, razão elástica relativamente baixa, alta capacidade de encruamento no início da deformação plástica e, principalmente, uma excelente combinação de resistência mecânica e alongamento. Tal conjunto de propriedades mecânicas é bastante atrativo para o segmento automotivo, já que, dentre outras vantagens, permite reduzir a espessura, e, portanto, o peso das peças, sem comprometer os aspectos ligados à segurança veicular (SHI *et al.*, 2001).

Os mecanismos convencionais, adotados para aumentar a resistência mecânica de alguns aços, como por exemplo, os aços HSLA, IFHSS e refosforados, dentre outros, são o endurecimento por precipitação, o refino de grão e o endurecimento por solução sólida. Esses mecanismos consistem, basicamente, em aumentar a quantidade de obstáculos à movimentação das deslocções. Em contrapartida, todos eles resultam em queda de ductilidade.

No caso dos aços multifásicos, dentre eles os do tipo *dual phase*, a combinação de elevada resistência mecânica com boa ductilidade está fundamentada na coexistência de diferentes constituintes microestruturais com diferentes propriedades mecânicas e suas mútuas interações. É possível obter o produto em vários graus de resistência mecânica, de modo a adequá-lo aos requisitos da aplicação a que se destina, promovendo ajustes na fração volumétrica, na morfologia e na distribuição de seus constituintes microestruturais.

Os aços *dual phase* podem ser fabricados como laminados a quente ou laminados a frio, sendo que, no segundo caso, o processo envolve a realização de um ciclo de recozimento contínuo com a temperatura de encharque na região intercrítica, conforme esquematizado na figura 3.1.

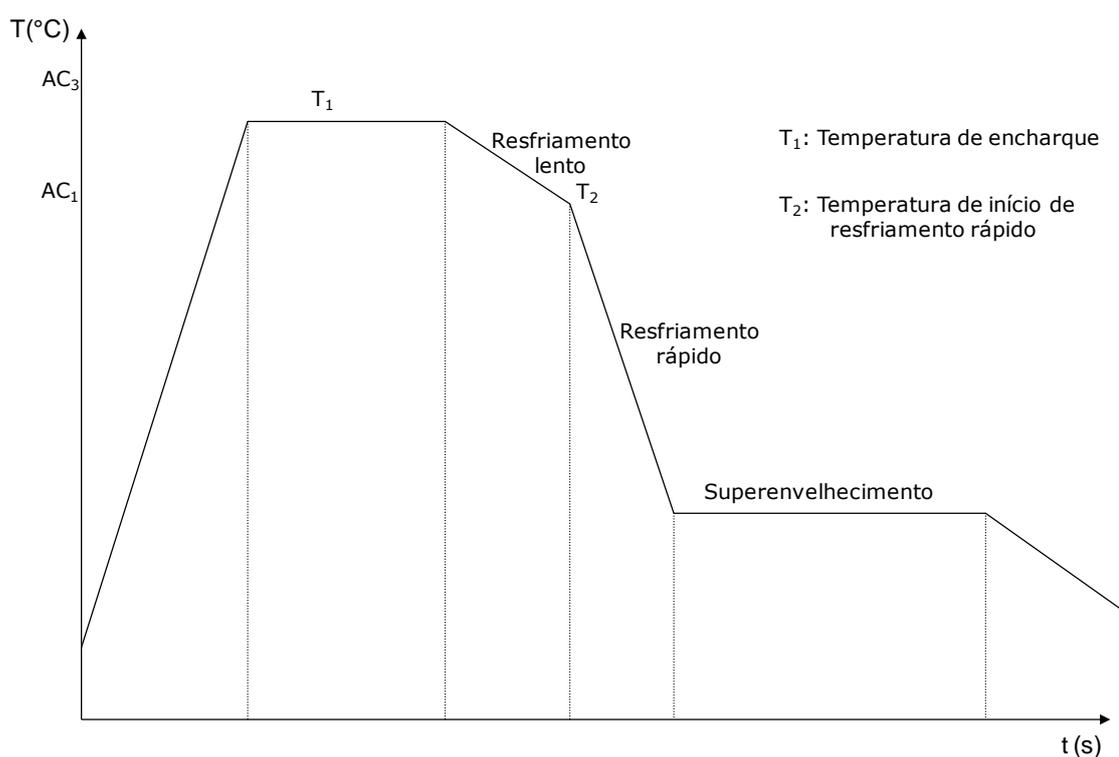


Figura 3.1 - Esquema do ciclo de recozimento contínuo empregado tipicamente na fabricação de aços *dual phase*.

De acordo com a figura 3.1, o esquema de tratamento numa linha de recozimento contínuo consiste em aquecer o material até uma temperatura de encharque intercrítica,

seguido por duas etapas de resfriamento com taxas diferentes, sendo que, na segunda, a taxa de resfriamento empregada deve ser alta o suficiente para evitar as formações de perlita e de bainita. Finalmente, na etapa de superenvelhecimento o material permanece durante certo tempo a uma temperatura que, para o processamento de aços *dual phase*, situa-se tipicamente entre 260°C e 320°C.

Teoricamente o processamento também poderia ser realizado via recozimento em caixa. Nesse caso, a literatura (LLEWELLYN *et al.*, 1996) indica que, para a formação da microestrutura bifásica, é necessário um teor de manganês de pelo menos 2,50%, o que geralmente acarreta problemas de segregação central e bandeamento, com reflexos negativos nas propriedades mecânicas, além do impacto desfavorável nos custos da liga. Comparativamente, a fabricação em linhas de recozimento contínuo oferece a possibilidade de se trabalhar com taxas de resfriamento mais elevadas, e, portanto, mais propícias à obtenção de microestruturas típicas de aços *dual phase*, com projetos de liga mais leves.

Até meados da década de 1990, o campo de aplicação dos aços *dual phase* esteve restrito ao setor de autopeças, mais precisamente, à fabricação de discos de rodas automotivas, nos quais são empregados aços produzidos na linha de Tiras a Quente. A partir do desenvolvimento dos projetos da série ULSAB (ANDRADE *et al.*, 2002), iniciado em meados dos anos 90, o interesse pelos aços de alta resistência laminados a frio para aplicação na indústria automobilística, dentre eles os aços *dual phase*, vem experimentando franco crescimento. Na tabela III.1 são apresentados os requisitos de propriedades mecânicas em tração especificados pela *General Motors* para os aços *dual phase* na condição de laminados a frio.

Tabela III.1 – Propriedades mecânicas em tração para os aços do tipo *dual phase* laminados a frio especificadas pela *General Motors (GM Worldwide Engineering Standard GMW3399M-ST-S DRAFT F.1, April 2006)*.

Designação	LE (MPa)	LR (MPa)	AL <sub>T</sub> (%) <sup>(1)</sup>	n <sub>(10-20%)</sub>
CR 450T/250 (DP450)	250 - 330	≥ 450	27	≥ 0,16
CR 590T/340 (DP600)	340 - 440	≥ 590	20	≥ 0,15
CR 780T/420 (DP800)	420 - 550	≥ 780	15	≥ 0,11
CR 980T/550 (DP1000)	550 - 730	≥ 980	8	NE
CR 1180T/820 (DP1200)	820 - 1130	≥ 1180	3	NE

AL<sub>T</sub><sup>(1)</sup> – Alongamento total com base de medida de 80mm;

n<sub>(10-20%)</sub> – expoente de encruamento no intervalo de deformação entre 10 e 20%;

NE – valor não especificado.

A microestrutura dos aços *dual phase* ofertados ao setor automotivo, como laminado a frio, apresenta quantidades variáveis de um segundo constituinte formado por martensita e bainita, o que confere ao produto boas características de resistência à fadiga e, dependendo da quantidade de bainita, bom potencial de desempenho em operações de expansão de furo, além das propriedades já mencionadas anteriormente.

A tendência de aumento de mercado de consumo de aços *dual phase*, no segmento automotivo, veio acompanhada do incremento da oferta de produtos galvanizados a quente. Nesse caso, a rota de produção envolve a realização do ciclo de recozimento em linhas de galvanização contínua, que prevê a imersão da tira em um banho de zinco fundido, a cerca de 470°C, ao final da etapa de resfriamento, para a obtenção do produto como GI. Caso o interesse seja pela fabricação do produto como GA, o material ainda terá que ser submetido à etapa de recozimento do revestimento, a uma temperatura aproximada de 510°C, após a imersão no pote de zinco, para a formação das ligas Zn/Fe. Neste esquema de produção, o material permanece durante um tempo significativo na região de transformação bainítica. Além disso, comparativamente, ao processo em linha de recozimento contínuo, no qual a taxa de resfriamento rápido pode ser flexibilizada mediante ajustes combinados nas temperaturas de início de resfriamento rápido e de superenvelhecimento, nas linhas de galvanização contínua as taxas de resfriamento são, geralmente, bem mais modestas, o que aumenta a chance de formação de bainita, ou mesmo de perlita, durante o resfriamento do material. Para

controlar a formação da microestrutura dos aços *dual phase* galvanizados a quente, é comum adicionar-se Mo e Cr em sua composição química (MILITZER, 2006).

O efeito da adição de 0,15% de molibdênio na microestrutura de um aço *dual phase* da classe de 600MPa de limite de resistência (DP600), com composição à base de 0,08%C e 2,00%Mn, foi avaliado por Tobiyama e colaboradores (TOBIYAMA *et al.*, 2000). Assumindo uma condição de equilíbrio termodinâmico, que não corresponde, de fato, ao processamento em linha industrial, os autores levantaram teoricamente a segregação de molibdênio e de manganês, mediante o uso do software *Thermo-Calc*, e levantaram curvas CCT para esta condição. Os resultados estão mostrados na figura 3.2.

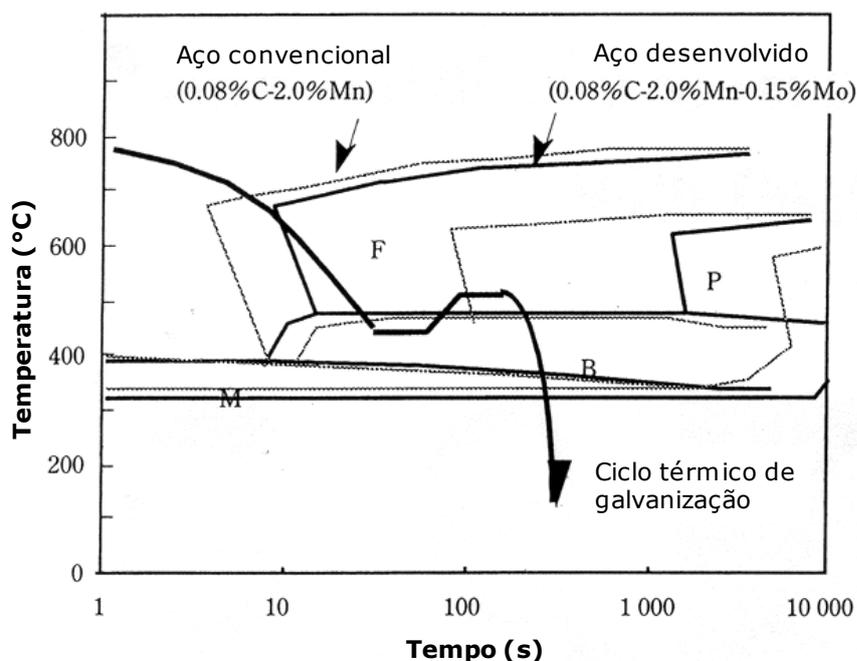


Figura 3.2 - Influência da adição de molibdênio nos campos de estabilidade dos constituintes microestruturais em um aço com 0,08% de C e 2,0% de Mn. F-ferrita, P-perlita, B-bainita, M-martensita. (TOBIYAMA *et al.*, 2000).

De acordo com a figura 3.2, observa-se que os pontos de início de formação da ferrita e, principalmente, da perlita foram deslocados para tempos mais elevados, como resultado da adição de 0,15% de molibdênio, o que, em princípio, favoreceria a obtenção de maiores quantidades de martensita e de bainita, como segunda fase.

Os aços *dual phase* com maior tonelagem comercializada atualmente são os DP600 e DP800, uma vez que se trata de produtos com mercado desenvolvido e consolidado. Por outro lado, o mercado de aplicação para os aços DP1000, por parte da indústria automotiva nacional, ainda pode ser considerado em desenvolvimento. Em relação aos DP450 e DP1200, ainda não existem perspectivas concretas no mercado nacional até o momento. A diferença básica entre as classes de aço *dual phase* se dá em termos de composição química, geralmente mediante o emprego de teores mais elevados de carbono, manganês e silício, ou ainda por meio da adição de elementos microligantes, tais como nióbio e titânio, para os graus de maior resistência mecânica.

Uma linha de pesquisa mais recente é a dos aços *dual phase* de grão ultra fino (UFG-DP) (MUKHERJEE, 2009; CALCAGNOTTO *et al.*, 2012), cujo objetivo consiste na busca por aumentar a resistência mecânica via refinamento dos grãos ferríticos, com ligas mais leves em termos de composição química, em comparação com os aços DP convencionais. Com base na equação de Hall-Petch, Hickson e colaboradores (HICKSON *et al.*, 2002) estimaram um incremento de cerca de 350MPa no limite de resistência do aço, caso o tamanho de grão ferrítico médio seja reduzido de 5 $\mu$ m para 1 $\mu$ m.

Embora os trabalhos experimentais até momento tenham sido realizados em escala de laboratório, os resultados são promissores. Son e colaboradores (SON *et al.*, 2005), por exemplo, compararam as propriedades mecânicas de três aços *dual phase* de grão ultrafino em comparação com um aço convencional. A composição química destes aços era à base de 0,15%C-1,00%Mn-0,25%Si, com teores variáveis de vanádio. Os resultados obtidos por estes autores estão mostrados na figura 3.3.

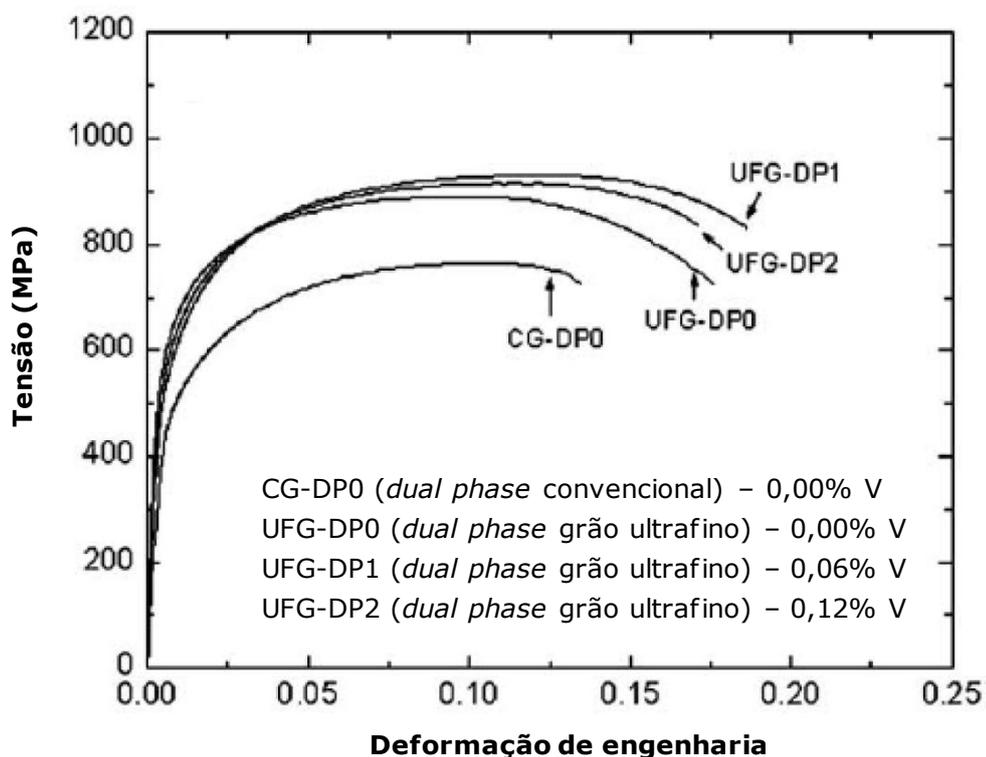


Figura 3.3 - Curvas tensão *versus* deformação de aços *dual phase*, sendo três deles de granulação ultrafina (UFG) e um convencional (CG) (SON *et al.*, 2005).

Na realidade da indústria siderúrgica brasileira, ao longo de um período de mais de dez anos, desde a divulgação dos primeiros resultados dos projetos da série ULSAB, a implementação da produção em ritmo industrial de aços *dual phase* foi norteada pela necessidade de atender aos vários graus de resistência mecânica previstos no portfólio de produtos propostos no projeto ULSAB para esta classe de aços. Com isso, os estudos de P & D foram efetuados numa visão estritamente pragmática de realizar as simulações dos ciclos, seja de recozimento contínuo ou de galvanização contínuo, dentro de condições perfeitamente reproduzíveis na linha de produção industrial.

No caso específico da Usiminas, tal estratégia possibilitou a obtenção de um conjunto considerável de informações que, sem dúvida, contribuiu para seu estágio atual de desenvolvimento tecnológico na fabricação destes aços. Todavia, isto ocorreu em detrimento de estudos mais propícios à busca de uma compreensão mais apurada dos mecanismos metalúrgicos prevalentes na evolução microestrutural e sua relação com as propriedades mecânicas, em função da composição química do aço e de cada etapa do

ciclo de recozimento. Em virtude disso, a partir do ano de 2007 tem sido dada uma maior ênfase no estudo dos mecanismos responsáveis pela formação da microestrutura destes aços (MELO *et al.*, 2007).

Dentro do escopo do presente estudo, foram investigadas a evolução microestrutural e as transformações de estado sólido que ocorrem no ciclo de recozimento contínuo de um aço *dual phase*, durante as etapas de aquecimento, de encharque e de resfriamento lento. Para este trabalho foi selecionado um aço da classe de 600MPa de limite de resistência (DP600), com composição química dentro das faixas praticadas na linha industrial da Usiminas, em virtude de seu apelo comercial e interesse técnico.

As principais transformações de interesse são a recristalização da ferrita, a dissolução da perlita e da cementita, a formação da austenita durante as etapas de aquecimento e encharque e sua decomposição durante o resfriamento. Também são assuntos relevantes a partição de manganês e a evolução da textura cristalográfica da ferrita. Todos estes são temas que despertam grande interesse acadêmico, pois, apesar do considerável número de publicações a respeito dos aços *dual phase* laminados a frio, alguns aspectos ainda permanecem obscuros no tocante aos mecanismos metalúrgicos atuantes na evolução microestrutural destes aços. Sua relevância tecnológica, por outro lado, pode ser aquilatada considerando-se que, de um modo geral, as empresas fabricantes de aços *dual phase* convivem com índices indesejáveis de variação em propriedades mecânicas. Além disso, as demandas operacionais ligadas a ganho de produtividade nas linhas de produção geralmente caminham no sentido contrário ao de um controle mais rigoroso dos parâmetros de fabricação do aço. O ponto de equilíbrio será melhor estimado quanto mais elevado for o nível de conhecimento a respeito da evolução microestrutural destes aços, em correlação com suas propriedades mecânicas, para se determinar quais parâmetros podem ser flexibilizados e em qual gama de variação, e quais aqueles que necessitam de um controle de processo mais rigoroso.

Não obstante sua importância tecnológica, é relativamente escasso o registro bibliográfico de investigações sistemáticas envolvendo o recozimento intercrítico de aços *dual phase* laminados a frio, em condições aplicáveis em linhas de produção

industrial. Além disso, são muito raras as oportunidades de adquirir tecnologia de fabricação destes aços da parte das empresas que a detêm.

### 3.2. Transformações de Estado Sólido durante o Recozimento Contínuo

Conforme já foi comentado, as transformações de interesse são a recristalização da ferrita, a dissolução da perlita e da cementita, a formação da austenita durante as etapas de aquecimento e encharque e sua decomposição durante o resfriamento.

#### 3.2.1. Recristalização da ferrita

Em se tratando de produtos laminados a quente processados em escala industrial, a microestrutura de um aço *dual phase* geralmente é constituída de ferrita e de perlita e apresenta bandeamento. A laminação a frio, na qual é aplicada uma deformação plástica tipicamente entre 60% e 70%, promove o achatamento dos grãos ferríticos e o surgimento de bandas de deformação em seu interior. As colônias de perlita também são deformadas, ocasionando rupturas internas, de modo que elas já não apresentam o aspecto lamelar clássico observado no produto como laminado a quente. A microestrutura típica de um aço DP600, após a laminação a quente e após a laminação a frio, conforme observada por microscopia óptica, está ilustrada na figura 3.4.

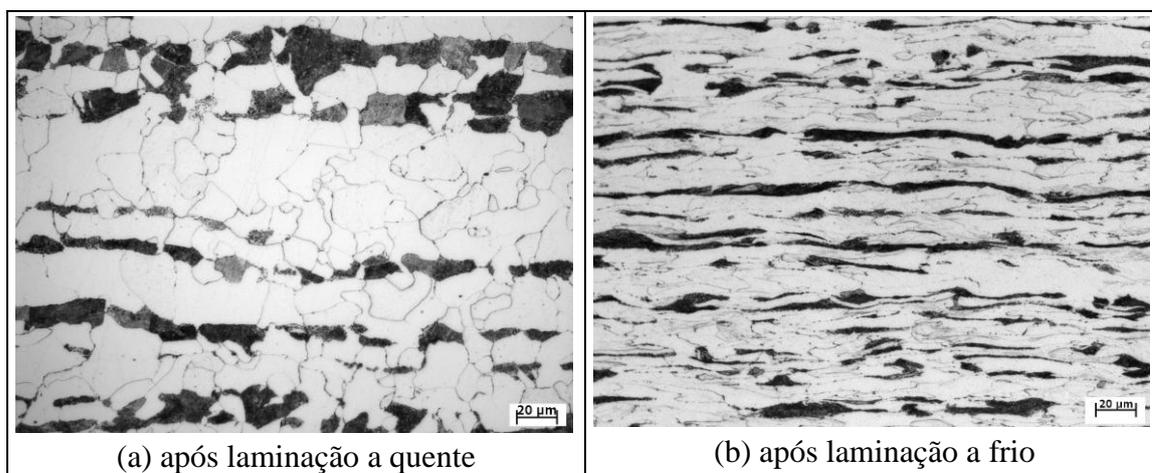


Figura 3.4 – Aspecto típico da microestrutura de um aço DP600 após as laminações a quente (a) e a frio (b). (COSTA *et al.*, 2007).

No recozimento de aços laminados a frio, a ocorrência da recristalização é um processo bem conhecido, por meio do qual grãos recristalizados são formados e crescem até consumir toda a matriz encruada.

A evolução da fração recristalizada com o tempo em ensaios isotérmicos pode ser adequadamente representada por curvas de aspecto sigmoidal, conforme está ilustrado na figura 3.5, para dois aços com diferentes graus de redução a frio.

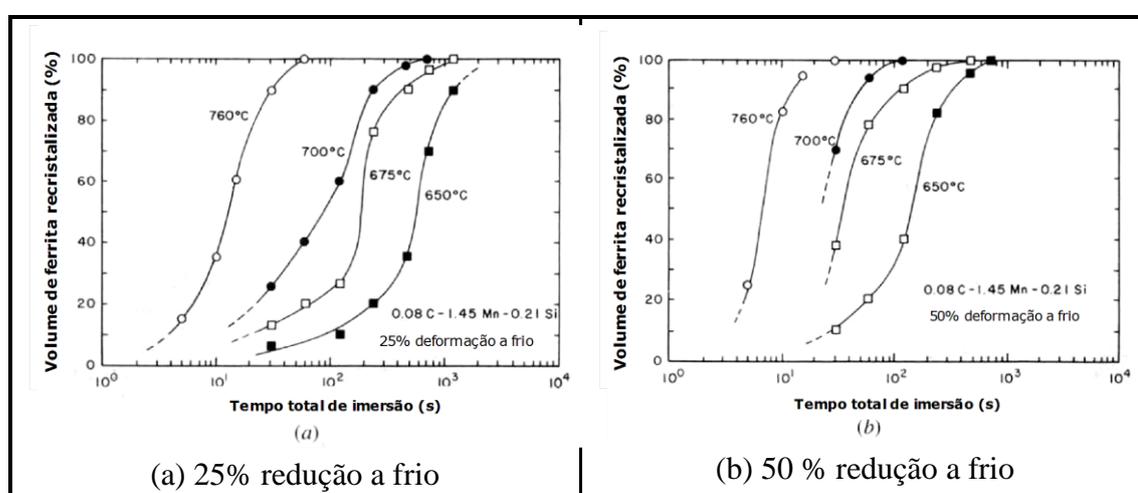


Figura 3.5 - Recristalização da ferrita em ensaios isotérmicos a várias temperaturas em amostras de aço *dual phase* laminado a frio (YANG *et al.*, 1985).

A cinética das transformações de fase que ocorrem por nucleação e crescimento, como a de recristalização da ferrita em aços baixo carbono, por exemplo, pode ser adequadamente descrita mediante o emprego da equação JMAK (Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov) (Humphreys *et al.*, 2004):

$$X = 1 - \exp(-bt^k) \quad (3.1)$$

Onde  $X$  é a fração de ferrita recristalizada e  $k$  e  $b$  são parâmetros de ajuste da equação, sendo que  $b$  é o termo que representa a dependência térmica:

$$b = b_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (3.2)$$

O termo  $b_0$  é uma constante e  $Q$  é a energia de ativação para o processo de recristalização. Para aços *dual phase*, bons ajustes da equação (3.1) têm sido reportados na literatura (HUANG *et al.*, 2004 e MILITZER, 2006) considerando  $k = 1$ . No tocante à energia de ativação, são encontrados valores desde 251kJ/mol, que é o valor empregado para a energia de ativação em processos envolvendo auto-difusão em estruturas ferríticas (ORIANI, 1964), até o valor de 350kJ/mol encontrado para aços Mo-DP (HUANG *et al.*, 2004). O valor de  $b_0$  também depende da composição química do material, que, por sua vez, afeta diretamente a cinética de recristalização. Valores variando entre  $7,2 \times 10^{16} \text{s}^{-1}$  e  $1,6 \times 10^{18} \text{s}^{-1}$  foram reportados por Huang e colaboradores.

Em se tratando de recozimento intercrítico, por outro lado, a evolução da recristalização da ferrita tende a ser mais complexa, uma vez que a nucleação e o crescimento dos grãos ferríticos recristalizados e a transformação ferrita/austenita ocorrem simultaneamente.

Yang e co-autores (YANG *et al.*, 1985) estudaram a recristalização da ferrita e a formação da austenita em um aço *dual phase*, com 0,08%C-1,45%Mn-0,21%Si, submetido a 25% e 50% de deformação a frio. Mediante a realização de ensaios isotérmicos na temperatura intercrítica de 760°C, estes autores verificaram que a cinética de recristalização da ferrita não sofreu influência relevante devida à formação da austenita, que no caso de seu trabalho foi de cerca de 10%. Eles também realizaram ensaios em temperaturas sub-críticas, obtendo valores semelhantes para a energia de ativação para recristalização da ferrita nas duas condições. Isto é, para as condições sub-crítica e intercrítica.

Resultados semelhantes estão registrados em outros estudos (HUANG *et al.*, 2004; MELO *et al.*, 2008), nos quais foi investigada a evolução da microestrutura de aços *dual phase* durante o estágio de aquecimento de um ciclo de recozimento contínuo. Estes autores, que trabalharam, respectivamente, com aços com composição química à base de C-Mn-Si e C-Mn-Mo, reportaram não ter sido verificada influência da transformação  $\alpha/\gamma$  sobre a cinética de recristalização da ferrita.

Ogawa e colaboradores (OGAWA *et al.*, 2010), por sua vez, investigaram a evolução microestrutural durante o recozimento de um aço C-Mn, cuja laminação a quente foi realizada no campo austenítico e, em seguida, foi submetido a resfriamento forçado após a laminação de acabamento, com o objetivo de garantir a formação de constituintes aciculares tipicamente bainíticos, no material como laminado a quente. Posteriormente foi aplicada cerca de 70% de redução a frio. Em ensaios isotérmicos realizados na temperatura sub-crítica de 650°C, os autores verificaram que a recristalização da ferrita praticamente completou-se em cerca de 100s. Por outro lado, em ensaios realizados a 750°C, a recristalização avançou até 100s. Daí em diante, porém, o processo permaneceu efetivamente paralisado até aproximadamente 1.000s de tratamento. De acordo com os autores, isto ocorreu em virtude do bloqueio exercido pela austenita que se formou nas interfaces entre a ferrita recristalizada e a não recristalizada e nos contornos de sub-grão.

Do ponto de vista tecnológico, onde o enfoque está voltado para o comportamento do material em linhas industriais de produção, esta discussão também é de grande importância, pois a taxa de aquecimento pode variar entre valores da ordem de 5°C/s, que se verifica em fornos do tipo tubo radiante, e até 50°C/s em fornos de chama direta. Na primeira situação, pode-se considerar que existe um significativo intervalo de tempo e de temperatura para a recristalização da ferrita evoluir antes de se iniciar a formação dos primeiros núcleos de austenita. O que torna estes dois processos praticamente independentes um do outro. No segundo caso, no entanto, pode haver sobreposição entre a recristalização da ferrita e a formação da austenita.

### **3.2.2. Formação da austenita**

A formação da austenita é um fenômeno que ocorre em várias situações nas quais um determinado aço é submetido a ciclos térmicos de tratamento. Trata-se, portanto, de um dos fenômenos mais importantes, seja do ponto de vista acadêmico ou da aplicação na indústria de produção de materiais metálicos. Apesar disso, sua decomposição sempre atraiu mais atenção em comparação com a sua formação. No entanto, com o crescente interesse despertado pelos aços multiconstituídos laminados a frio para aplicação na

indústria automobilística, dentre eles os do tipo *dual phase*, cujo processamento, como se afirmou anteriormente, prevê a realização de recozimento intercrítico, a formação da austenita tem sido tema de interesse em vários estudos. A razão é que a boa combinação de resistência mecânica com ductilidade, que caracteriza estes aços, é fortemente dependente da quantidade do 2º constituinte resultante da decomposição da austenita, em geral martensita, sua distribuição e seu teor de carbono (THOMSER *et al.*, 2009). Estas características, por sua vez, são influenciadas pela quantidade de austenita formada, sua morfologia e distribuição e o grau de partição dos elementos químicos no final do encharque.

As microestruturas de partida, nas quais ocorre a nucleação e o crescimento da austenita em um ciclo de tratamento térmico, podem ser constituídas de martensita e de bainita, mas, na maioria das situações de interesse industrial, trata-se de ferrita e perlita com graus variáveis de encruamento, dependendo se o processo de deformação plástica prévio foi a quente ou a frio e, neste último caso, do grau de redução a frio empregado na produção do material.

Um interessante estudo sobre a formação da austenita a partir de microestruturas constituídas de ferrita e de perlita não deformadas a frio, foi realizado por Speich e colaboradores (SPEICH *et al.*, 1981). Estes autores trabalharam com aços *dual phase* com 1,50% de manganês e teor de carbono variando de 0,06 a 0,20%. Eles verificaram que a formação da austenita ocorreu segundo três principais estágios: (1) nucleação da austenita em interfaces ferrita/perlita, seguida de rápido crescimento para o interior da perlita até sua completa dissolução. A velocidade deste processo é controlada pela difusividade do carbono na austenita em formação entre as lamelas adjacentes de cementita, dando origem, ao final desta etapa, à formação de austenita de alto teor de carbono. Segundo os autores a nucleação da austenita ocorreu instantaneamente. Isto é, sem barreiras para a sua nucleação; (2) crescimento relativamente mais lento desta austenita para o interior da ferrita. Nesta etapa, segundo autores, o seu crescimento é controlado pela difusão de carbono na austenita, em distâncias maiores, quando o processo ocorre em temperaturas mais elevadas, da ordem de 850°C a 900°C. Por outro lado, em temperaturas abaixo de 780°C, o crescimento da austenita também foi

influenciado pela difusão de manganês na ferrita; (3) crescimento muito mais lento da austenita, rumo a uma fração final de equilíbrio, controlado pela lenta difusão de manganês na austenita.

Speich e colaboradores, no entanto, não encontraram evidências em seu trabalho de uma eventual formação de austenita a partir dos contornos de grãos ferríticos. Savran e co-autores, por outro lado (SAVRAN *et al.*, 2007; SAVRAN *et al.*, 2010), têm publicado alguns trabalhos nos quais este mecanismo de formação tem sido investigado. Antes, porém, de apreciar estes resultados, será apresentada uma breve discussão a respeito das condições de equilíbrio termodinâmico que regem as transformações de fase que dão origem à austenita.

Quando se considera a termodinâmica dos estados envolvidos na transformação de fase, duas condições de equilíbrio têm sido empregadas. Que são o *ortho-equilibrium* e o *para-equilibrium*. Estes termos foram cunhados por Hultgren (HULTGREN, 1947), quando estudava a decomposição da austenita em ferrita e cementita. Ele observou que, em algumas situações, as fases resultantes da transformação apresentavam composição química semelhante a da austenita, no tocante aos elementos substitucionais. Ele denominou estas fases de para-ferrita e para-cementita, propondo que elas haviam sido formadas segundo uma condição, por ele denominada, de *para-equilibrium*. Isto é, equilíbrio no que concerne ao carbono, mas sem distribuição dos elementos substitucionais nas fases em crescimento. Por outro lado, Hultgren empregou os termos *ortho-ferrita* e *ortho-cementita*, quando elas tinham a composição química esperada para uma condição de pleno equilíbrio. A expressão *ortho-equilibrium* surgiu neste contexto.

Estas duas condições propostas por Hultgren podem ser definidas resumidamente da seguinte forma (ÅGREN, 2003; HILLERT *et al.*, 2004):

- *ortho-equilibrium*: condição válida quando se considera que as fases formadas possuem a composição química que se espera numa condição de pleno equilíbrio entre todos os elementos.

- *para-equilibrium*: condição de equilíbrio para os elementos intersticiais, que apresentam alta difusividade, como o carbono por exemplo. Porém, os elementos substitucionais apresentam, nos produtos da transformação, a mesma concentração que possuíam nas fases originais.

Uma variação da condição de *ortho-equilibrium* é o que a literatura denomina de LENP (*Local-Equilibrium with Negligible Partitioning*) (VITEK, *et al.* 2003). Nesta condição, existe *ortho-equilibrium* apenas na interface de transformação. A figura 3.6 ilustra esquematicamente a distribuição de carbono e de manganês para uma transformação de fase do tipo  $\alpha/\gamma$ , nas condições de LENP e de *para-equilibrium*.

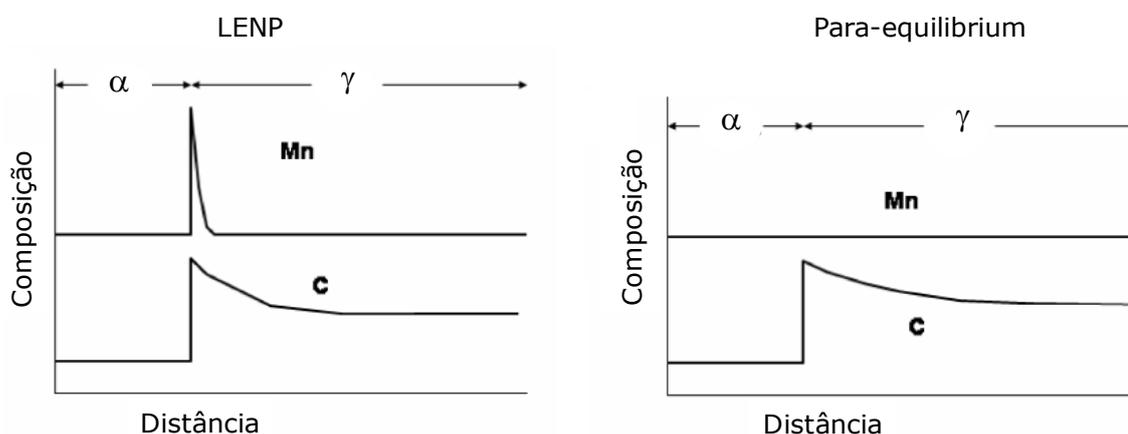


Figura 3.6 – Representação esquemática das condições de LENP e de *para-equilibrium*, para os elementos C e Mn em uma de fase transformação  $\alpha/\gamma$ . (VITEK *et al.*, 2003).

Conforme ilustra a figura 3.6, na condição de LENP, a interface ferrita/austenita está em equilíbrio (*ortho-equilibrium*), inclusive no tocante à partição de manganês, cuja concentração passa por um pico na interface da austenita ( $\gamma$ ). A concentração de manganês na ferrita e na austenita longe da interface é a mesma. Ou seja, longe da interface prevalece a condição de *para-equilibrium*. Para a condição de *para-equilibrium*, todavia, não existe qualquer variação na concentração de manganês através da interface. Finalmente, é importante registrar que para estas duas condições, a taxa de transformação é controlada pela difusão de carbono. Portanto ambas são compatíveis com as elevadas taxas de formação de austenita encontradas em trabalhos experimentais.

Em condições experimentais é muito difícil distinguir LENP de *para-equilibrium*, pois os gradientes de concentração dos elementos substitucionais, previstos em LENP, se restringem a uma região muito fina da interface de transformação (SUNDMAN, 2003), tornando necessário o emprego de equipamentos de elevada resolução. A figura 3.7 mostra o resultado da medição do perfil de concentração de manganês através da interface entre ferrita e martensita (antes austenita) para um aço *dual phase* com 0,10%C-2,00%Mn-0,03%Al, submetido a 200s de ensaio isotérmico 780°C. As medições foram feitas por EDS em um equipamento do tipo MET-FEG, capaz de propiciar resolução espacial extremamente elevada.

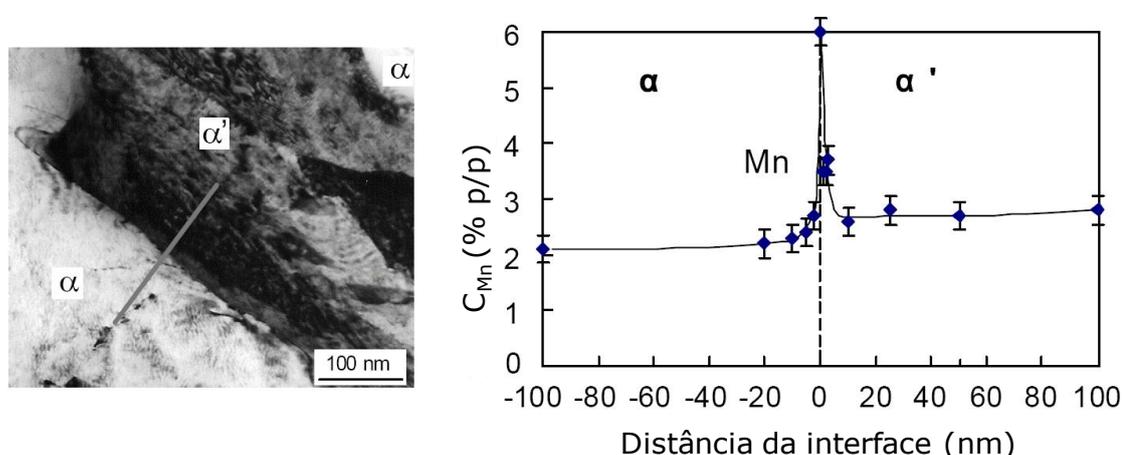


Figura 3.7 – Perfil de concentração de manganês nas fases ferrita ( $\alpha$ ) e martensita ( $\alpha'$ ), antes austenita, em um aço *dual phase* com 0,10%C-2,00%Mn-0,03%Al, após 200s a 780°C determinado por EDS em MET-FEG (MARUYAMA *et al.*, 2007).

Do ponto de vista da abordagem teórica dos modelos termodinâmicos de cálculo, as diferenças entre *para-equilibrium* e LENP não são nada desprezíveis. Para a primeira condição é possível realizar cálculos empregando a versão clássica do Thermo-Calc. Para a realização de cálculos sob a hipótese de LENP, por outro lado, torna-se necessário o emprego de programas capazes de levar em conta a difusão, como o *software* Dictra, por exemplo (ÅGREN, 2003).

Outra ponta no esforço de pesquisa realizado para avaliar a partição de elementos durante o recozimento são os trabalhos nos quais a concentração dos elementos é medida diretamente, mediante o emprego de técnicas de microanálise, e, em alguns

trabalhos, combinando medições experimentais com o uso de modelos termodinâmicos de previsão. Nesta linha de abordagem, a partição de elementos químicos que exercem maior controle na formação da microestrutura de aços multiconstituídos, em especial carbono, manganês e silício, tem sido investigada por vários autores (De MOOR *et al.*, 2011; LEE *et al.*, 2011; LIS *et al.*, 2008; BANDYOPADHYAY *et al.*, 2004; SANTOFIMIA *et al.*, 2010). As condições investigadas por estes autores, na maioria dos trabalhos publicados, se aplicam melhor para ciclos de recozimento em caixa, uma vez que os tempos de tratamento empregados nestes estudos são tipicamente de algumas horas. Nestas condições, a partição ocorre e está bem documentada. Pussegoda e co-autores (PUSSEGODA *et al.*, 1984), por exemplo, investigaram a partição de manganês em um aço com 0,06%C-2,83%Mn-0,33%Si em um ciclo de tratamento com 695°C durante 180h, e compararam seus resultados com modelo desenvolvido por Wycliffe e colaboradores (WYCLIFFE *et al.*, 1981). Tanto os resultados experimentais quanto os teóricos indicaram que a concentração de Mn na austenita ainda continuava aumentando, mesmo após 180h de tratamento.

Speich e colaboradores (SPEICH *et al.*, 1981) também avaliaram a partição de manganês entre ferrita e austenita em um aço *dual phase* com 0,06%C-1,50%Mn, após 1h a 740°C. As análises foram realizadas por *scanning transmission electron microscope* (STEM), que é uma técnica capaz de garantir boa resolução espacial. A figura 3.8 ilustra os resultados obtidos por estes autores.

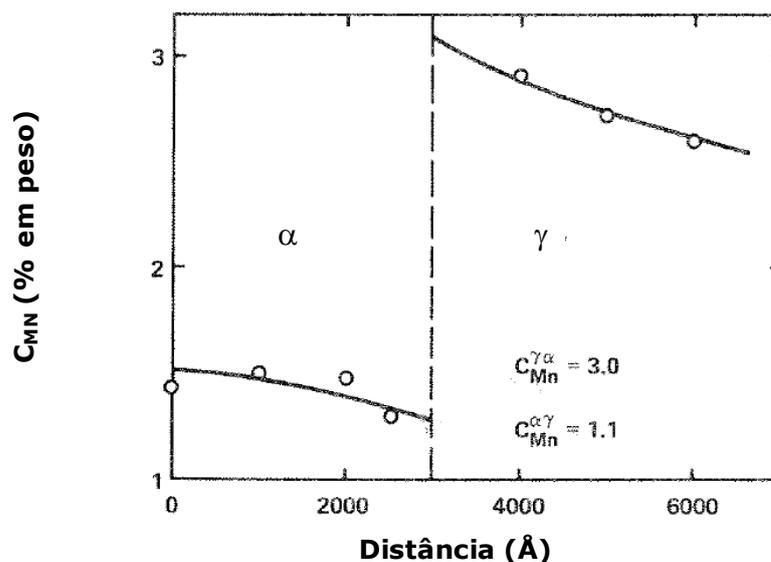


Figura 3.8 – Perfil de concentração de manganês nas fases ferrita e austenita em um aço *dual phase* com 0,06%C-1,50%Mn após 1h a 740°C determinado via STEM (SPEICH *et al.*, 1981).

Por outro lado, em condições aplicáveis em ciclos de recozimento contínuo, nos quais são empregadas tipicamente temperaturas mais elevadas e tempos consideravelmente inferiores, em comparação com o processo em caixa, são relativamente escassos os trabalhos de literatura dedicados à investigação da partição de elementos. Uma quase exceção é o trabalho desenvolvido por Toji e colaboradores (TOJI *et al.*, 2010). Estes autores investigaram a partição de manganês e de silício em um aço *dual phase* com 0,13%C-1,98%Mn-1,40%Si, submetido a uma temperatura de 800°C e um tempo de encharque de até 1.000s. Eles verificaram que, embora a fração de austenita formada durante o encharque tenha se estabilizado após 100s nesta temperatura, a partição de manganês começou a se tornar mensurável a partir de aproximadamente 250s de tempo de encharque. A partição de silício, por sua vez, ainda era muito pequena mesmo após 1.000s de encharque a 800°C.

Os resultados destes trabalhos sugerem que a condição de *para-equilibrium* parece ser mais adequada, se comparada com a de *ortho-equilibrium*, quando se considera o recozimento intercrítico em linhas de recozimento contínuo. Uma importante discussão é determinar se existem diferenças significativas, em termos da quantidade de austenita formada durante o aquecimento e encharque de aços do tipo *dual phase*, quando se

emprega uma ou outra condição. Esta questão foi abordada recentemente em trabalho desenvolvido por Murari e colaboradores (MURARI *et al.*, 2010), para uma condição na qual um aço C-Mn-Si foi aquecido desde a temperatura ambiente até uma temperatura acima de  $A_{c3}$ . Os resultados obtidos estão representados na figura 3.9.

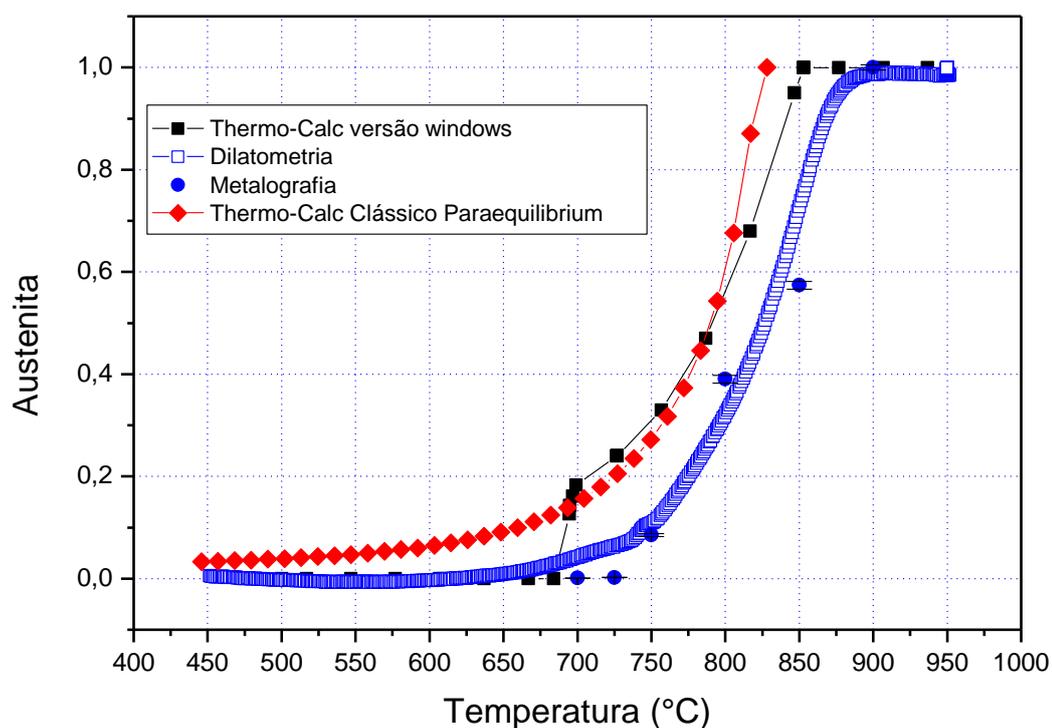


Figura 3.9 – Fração de austenita formada durante o aquecimento contínuo, segundo previsões do Thermo-Calc (*ortho-equilibrium* e *para-equilibrium*) e medições experimentais. (MURARI *et al.*, 2010).

Conforme ilustra a figura 3.9, a condição de *para-equilibrium* prevê valores menores para  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$ , em comparação com *ortho-equilibrium*. Do ponto de vista da fração de austenita formada, as diferenças mais importantes registradas foram na faixa de temperaturas abaixo  $700^{\circ}\text{C}$  e acima de aproximadamente  $780^{\circ}\text{C}$ , quando o emprego da condição de *para-equilibrium* prevê maiores quantidades de austenita.

Um importante resultado foi obtido por Vitek e colaboradores (VITEK *et al.*, 2003). Eles realizaram um estudo no qual foi avaliada a cinética da transformação de austenita em ferrita, em um material com 3%Mn-0,1%C, nas condições de *ortho-equilibrium*, *para-equilibrium* e LENP (*Local Equilibrium with Negligible Partitioning*). Partindo de uma estrutura totalmente austenítica e resfriando até  $700^{\circ}\text{C}$ , os autores obtiveram

previsão de formação de 66% de ferrita, para a condição de *ortho-equilibrium*, contra 72% em condição de *para-equilibrium*. Uma diferença não desprezível de 6%.

A seguir será retomada a discussão sobre a influência da microestrutura prévia sobre a austenita sob o pressuposto da condição de *para-equilibrium*. Nesta condição, a difusão de carbono é fator fundamental para a nucleação e o crescimento da austenita.

A força motriz para a formação da austenita origina-se da diferença da energia livre de Gibbs (G) entre os estados inicial e final pelos quais passa o material (CHRISTIAN, 2002). Para que a transformação de fase possa ocorrer é necessário satisfazer uma condição termodinâmica que está ligada à diminuição desta energia livre.

Uma representação esquemática de G, em função da concentração de carbono, para um aço hipoeutetóide, está mostrada na figura 3.10(a) para uma temperatura acima de  $Ac_1$ . Na figura 3.10(b) está representada uma parte do diagrama Fe-C.

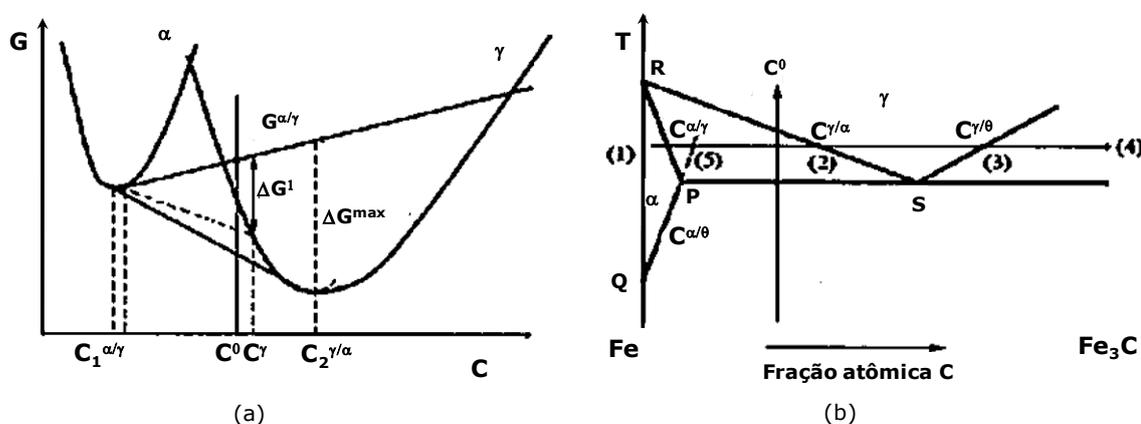


Figura 3.10 – (a) Representação esquemática da energia livre de Gibbs (G) em função da concentração de carbono na ferrita ( $\alpha$ ), na austenita ( $\gamma$ ) e na cementita ( $\theta$ ) a uma temperatura acima de  $Ac_1$ . (b) Representação de uma parte do diagrama Fe-C. (SAVRAN *et al.*, 2007).

De acordo com o esquema representado na figura 3.10, na faixa de temperaturas acima de  $Ac_1$ , o diagrama prevê que a ferrita com composição  $C^{\alpha/\gamma}$  e a austenita com composição  $C^{\gamma/\alpha}$ , estão em equilíbrio. A formação da austenita em condição de equilíbrio é mais favorável energeticamente, sendo necessário, no entanto, que um

considerável enriquecimento em carbono para este constituinte ocorra. A figura 3.10(a) ilustra esquematicamente a possível formação de austenita com teor de carbono inferior ao de equilíbrio. A variação de energia livre nesta transformação, porém, é inferior à envolvida para a condição de equilíbrio ( $\Delta G^1 < \Delta G^{\max}$ ).

Considerando que a microestrutura do material à temperatura ambiente seja constituída de ferrita e de perlita, e assumindo uma condição de *para-equilibrium*, o esquema representado na figura 3.10 ajuda a lançar luz sobre as transformações de fase que ocorrem durante o aquecimento do aço. Quando sua temperatura atinge a região intercrítica, duas diferentes situações para a formação da austenita se apresentam: (1) interior da perlita, a partir das interfaces das lamelas  $\alpha/\theta$ ; (2) contornos de grão ferríticos. A figura 3.11 ilustra esquematicamente estas duas situações.

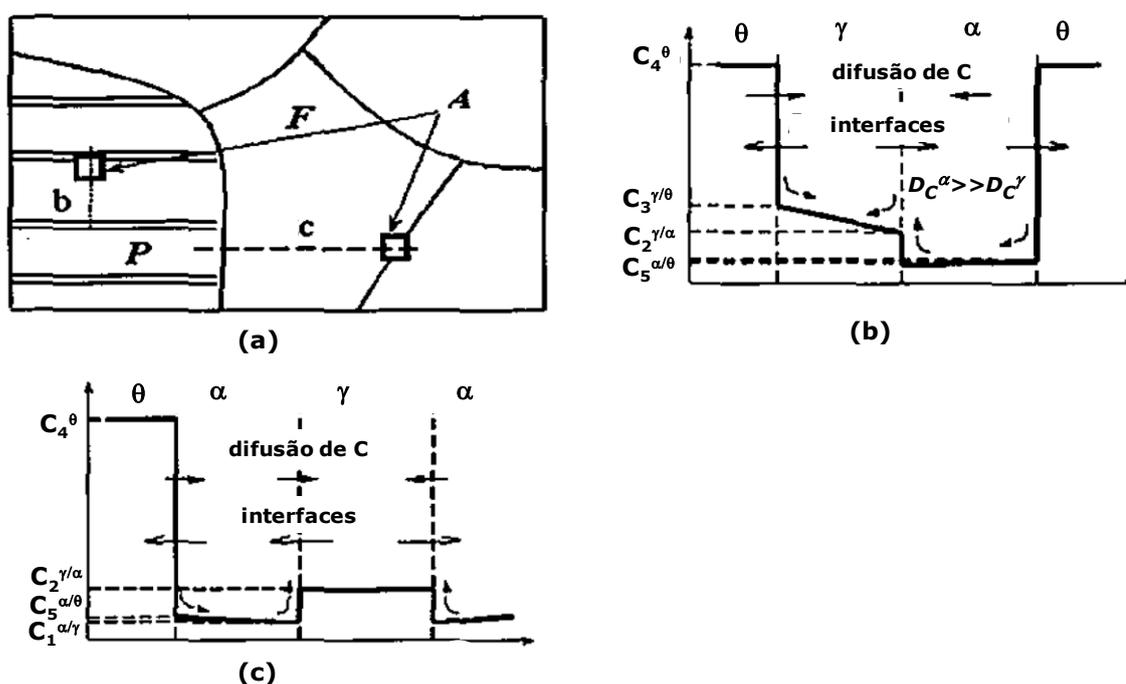


Figura 3.11 – Representação esquemática da microestrutura (a) e variação do teor de carbono através de cementita/austenita/ferrita (b) e ferrita/austenita/ferrita (c). F-ferrita; A-austenita; P-perlita. (SAVRAN *et al.*, 2007).

A figura 3.11(b) é uma seção esquemática que ilustra a formação da austenita no interior da perlita. Nesta figura,  $C^{\alpha/\theta}$  e  $C^{\alpha/\gamma}$  representam, respectivamente, as concentrações de carbono na ferrita, variando com a temperatura de acordo com as

linhas QP e PR mostradas na figura 3.10(b). Por outro lado,  $C^{\gamma/\alpha}$  representa a concentração de equilíbrio na austenita, de acordo com a linha SR. Nesta representação, o movimento das interfaces é controlado pela difusão de carbono para a austenita em formação. De acordo com Novikov (NOVIKOV, 1978), a velocidade de movimentação dos contornos pode ser considerada, numa primeira aproximação, como inversamente proporcional à diferença de carbono nos constituintes envolvidos. Espera-se, então, que o crescimento da austenita seja mais rápido para o interior da ferrita da perlita, comparativamente ao que ocorre sobre as lamelas de cementita.

A outra situação considerada. Isto é, a formação da austenita a partir de contornos de grãos ferríticos, está representada esquematicamente na figura 3.11(c). A parte do diagrama Fe-C ilustrado na figura 3.10(b), evidencia a diminuição da concentração de equilíbrio de carbono na ferrita com o aumento da temperatura (linha SR). O excesso de carbono liberado na interface ferrita/ferrita migra para os núcleos de austenita eventualmente formados, mas não provê quantidade suficiente para um rápido crescimento do constituinte em formação. Por outro lado, em virtude dos gradientes de concentração de carbono mostrados no esquema da figura 3.11(c), sendo  $C^{\alpha/\theta} > C^{\alpha/\gamma}$ , estabelece-se um fluxo de carbono da perlita em direção a austenita, passando pela ferrita não-transformada, o qual influencia diretamente na velocidade de formação da austenita. Pode-se considerar então, que a taxa de transformação de fase será menor do que a que ocorre quando a austenita se forma na perlita, a qual envolve menores distâncias para a difusão do carbono.

Um terceiro possível sítio para a formação da austenita são os contornos triplos, formados por ferrita/perlita/austenita. Esta condição, todavia, pode ser considerada como um caso especial da primeira situação representada (formação de austenita no interior da perlita), uma vez que a austenita certamente crescerá prioritariamente para o interior da perlita, em virtude dos argumentos discutidos acima no tocante à difusão do carbono.

Savran e co-autores (SAVRAN *et al.*, 2007), confirmaram experimentalmente a efetiva ocorrência de nucleação de austenita em contornos de grãos ferríticos, assim como nas

interfaces ferrita/perlita e no interior da perlita, conforme já havia sido registrado por Speich e co-autores. No trabalho de Savran e colaboradores foram empregadas duas taxas de aquecimento ( $0,05^{\circ}\text{C/s}$  e  $20^{\circ}\text{C/s}$ ), tendo como condição de partida estruturas do tipo ferrita/perlita não deformada. Os autores verificaram que a formação de austenita em contornos de grão da ferrita, só foi encontrada na menor das taxas de aquecimento empregadas.

Yang e colaboradores, por outro lado, (YANG *et al.*, 1985) investigaram a formação da austenita a partir de uma microestrutura deformada a frio, constituída de ferrita e de perlita, sendo a fração inicial de ferrita superior a 90%. Mediante a realização de ensaios isotérmicos a  $760^{\circ}\text{C}$ , os autores verificaram que a nucleação da austenita ocorreu prioritariamente em contornos de grão da ferrita não recristalizada. Após a completa recristalização da ferrita, a formação da austenita passou a ocorrer a partir das partículas de cementita esferoidizadas, que se encontravam dispersas pela matriz. Estes autores também registraram que a esferoidização da cementita deformada ocorreu a taxas consideravelmente elevadas quando comparada com estruturas não deformadas. Em estruturas não-deformadas a completa dissolução da cementita pode levar horas, quando o ciclo de recozimento é realizado em temperaturas sub-críticas (ESTAY *et al.*, 1984). Yang e co-autores, no entanto, observaram que, em ensaios isotérmicos a  $700^{\circ}\text{C}$ , a completa dissolução da cementita ocorreu em questão de minutos. Os autores justificaram este resultado em virtude da fragmentação das lamelas de cementita e do emaranhado de deslocamentos introduzidas na ferrita da perlita pela redução a frio aplicada sobre o material. Azizi-Alizamini e colaboradores (AZIZI-ALIZAMINI *et al.*, 2011), por outro lado, levantaram evidências de que o avanço da interface de recristalização da ferrita, em direção à perlita, pode ser também um dos mecanismos responsáveis pela rápida esferoidização das lamelas de cementita, observada durante o recozimento de estruturas deformadas a frio.

Yi e colaboradores (Yi *et al.*, 1985), por outro lado, investigaram os mecanismos de nucleação e a cinética de formação da austenita partindo de microestruturas totalmente martensíticas, que foram aquecidas continuamente, com taxa de  $5^{\circ}\text{C/s}$ , desde a temperatura ambiente até a completa austenitização. Os autores observaram que,

durante o aquecimento ocorreu formação de um grande número de pequenos precipitados nas bordas das ripas de martensita. Quando a temperatura alcançou a região intercrítica, núcleos de austenita se formaram nestes precipitados. Os núcleos cresceram ao longo das bordas das ripas de martensita, dando origem a uma austenita de morfologia acicular. A cinética de formação da austenita a partir da martensita, foi mais rápida comparativamente à que se forma a partir de uma microestrutura constituída de ferrita e de perlita. Segundo os autores isto ocorreu em devido ao potencial oferecido pela rede de carbonetos, presentes na martensita revenida, em fornecer carbono para o crescimento da austenita.

Law e Edmonds (LAW *et al.*, 1980), realizaram estudos a respeito da morfologia e da cristalografia da austenita formada em ligas Fe-C-V. Eles observaram que a austenita formada em contornos de grão é do tipo idiomorfa ou alotriomorfa. Por outro lado, a que se forma a partir de estruturas em ripas, como apresentada tipicamente pela martensita, tendem a apresentar morfologia acicular.

A formação da austenita em ciclos de recozimento intercrítico foi investigada por Melo e colaboradores (MELO *et al.*, 2008), partindo de duas microestruturas prévias distintas, ambas deformadas a frio: (1) bainita; (2) ferrita e perlita. Os autores observaram que a bainita propiciou sistematicamente maiores quantidades de austenita transformada durante o aquecimento e encharque, além de ter provocado uma redução de aproximadamente 10°C em  $Ac_1$ . Por outro lado, a temperatura  $Ac_3$  não foi alterada. Além disso, do ponto de vista do produto final obtido, não foram observadas diferenças morfológicas, entre a austenita formada a partir destas duas microestruturas.

No tocante à influência de microestruturas previamente deformadas a frio sobre a austenita em um ciclo de recozimento intercrítico industrial, no qual o material sofre aquecimento com taxa de aquecimento constante, pode-se dizer que a subestrutura na qual ocorre a nucleação da austenita, é constituída basicamente de ferrita e de carbonetos, não importando qual era sua morfologia à temperatura ambiente, antes de se iniciar o ciclo de recozimento. Quando se considera a condição em que o material é submetido a taxas de aquecimento relativamente modestas ( $< 5^\circ\text{C/s}$ ), tipicamente

empregadas em aquecimento por tubo radiante, como já foi mencionado anteriormente, haveria tempo suficiente para que a microestrutura prévia sofra transformações durante o aquecimento. Dessa forma, a microestrutura, imediatamente antes do surgimento dos primeiros núcleos de austenita, seria constituída de ferrita praticamente recristalizada e de carbonetos esferoidizados. Assim sendo, quando se compara o efeito de bainita e de ferrita e perlita, como no trabalho de Melo e colaboradores (MELO *et al.*, 2008), o único efeito é o que decorre do fato de que os carbonetos na bainita são mais finos e se dissolvem mais rapidamente, provendo, assim, carbono para o crescimento da austenita. Daí resulta, obviamente, as maiores frações de austenita no encharque, conforme foi relatado pelos autores. A martensita, no entanto, cujo efeito na formação da austenita foi estudado por Yi e colaboradores (Yi *et al.*, 1985), representa uma condição diferente das anteriores, por não ter carbonetos à temperatura ambiente. Assim sendo, estes carbonetos ainda teriam que ser formados durante o aquecimento. Isto ocorreu, segundo Yi e co-autores, nas bordas das ripas de martensita, que também foram os sítios de nucleação da austenita. O resultado final foi o desenvolvimento de uma austenita com morfologia do tipo acicular.

Uma situação diferente pode se configurar no caso em que o recozimento intercrítico seja realizado com taxas de aquecimento elevadas. Pois neste caso, três transformações de fase poderiam ocorrer com graus variáveis de sobreposição. A recristalização da ferrita, a esferoidização da cementita e a formação da austenita. O grau de sobreposição destas transformações depende da taxa de aquecimento e da composição química do material. Alguns trabalhos foram realizados recentemente abordando este tema (MOHANTY *et al.*, 2011; AZIZI-ALIZAMINI *et al.*, 2011; HUANG *et al.*, 2004). Além disso, a taxa de aquecimento é um importante parâmetro em um ciclo de recozimento intercrítico, de modo que este assunto também possui importância prática no contexto das aplicações industriais.

Huang e colaboradores (HUANG *et al.*, 2004) investigaram a relação entre os fenômenos da recristalização da ferrita e da formação da austenita, mediante a realização de ensaios isotérmicos a 750°C, para um aço *dual phase* laminado a frio com composição química à base de 0,06%C-1,86%Mn-0,155%Mo. O material foi submetido

a aquecimento, desde a temperatura ambiente até o patamar isotérmico, com taxas de  $1^{\circ}\text{C/s}$  e  $100^{\circ}\text{C/s}$ . Os autores verificaram que, a  $750^{\circ}\text{C}$ , a ferrita já se encontrava recristalizada quando o pré-aquecimento foi feito com  $1^{\circ}\text{C/s}$ . Por outro lado, quando a taxa de pré-aquecimento foi de  $100^{\circ}\text{C/s}$ , fração de ferrita não-recristalizada era de aproximadamente 90%. Assim sendo, para esta condição, a recristalização da ferrita e a formação da austenita ocorreram praticamente de maneira simultânea. O considerável atraso da recristalização da ferrita foi atribuído pelos autores ao poderoso efeito de arraste de soluto exercido pelo molibdênio, o qual já havia sido documentado por Simielli e colaboradores (SIMIELLI *et al.*, 1992), no tocante à recristalização da austenita.

Huang e colaboradores encontraram importantes diferenças na morfologia da austenita, em função da taxa de pré-aquecimento. Com  $1^{\circ}\text{C/s}$ , eles observaram que a microestrutura apresentava aspecto homogêneo, com a austenita presente nos contornos de grãos ferríticos e na forma de partículas maiores, onde antes havia perlita. Por outro lado, quando o pré-aquecimento foi realizado com  $100^{\circ}\text{C/s}$ , o material apresentou elevado bandejamento microestrutural, com grandes ilhas, espessas e alongadas, de austenita se espalhando pela matriz ferrítica, onde antes se encontrava a perlita. Os contornos de grão da ferrita, por sua vez, se apresentaram isentos da presença de austenita.

A explicação dos autores se fundamentou na concorrência que se estabeleceu entre a recristalização da ferrita e a formação da austenita, quando a taxa de pré-aquecimento foi de  $100^{\circ}\text{C/s}$ . Eles propuseram que os contornos de grão de ferrita não-recristalizada, por estarem em movimentação, não ofereciam estabilidade suficiente para funcionarem como sítios para a nucleação da austenita. Com isso, os grãos de austenita foram forçados a nuclear e crescer a partir das colônias de perlita, que se encontravam alongadas em virtude da deformação a frio. Seu subsequente crescimento se deu via o rápido espessamento rumo aos grãos de ferrita adjacentes, em processo de recristalização.

Com  $1^{\circ}\text{C/s}$  de taxa de pré-aquecimento, por outro lado, a nucleação e o crescimento da austenita ocorreu tanto nas colônias de perlita com cementita esferoidizada quanto nos

contornos de grão da ferrita recristalizada, resultando na distribuição quase equiaxial da austenita observada.

Mohanty e co-autores (MOHANTY *et al.*, 2011) estudaram o efeito de duas taxas de aquecimento, 10°C/s e 50°C/s, sobre a formação da austenita e as propriedades mecânicas em tração, de um aço *dual phase* com composição à base de C-Mn-Si-Mo-Cr. Para avaliar a morfologia e o volume da austenita, em função da taxa de aquecimento, foram realizados vários ensaios, em configurações experimentais diferentes, mediante o uso de dilatômetro. Para estudar as variações resultantes em propriedades mecânicas, foram realizados ciclos completos, usando as taxas de aquecimento previstas, porém mantendo constantes o tempo de encharque e a taxa de resfriamento. Os resultados encontrados por estes autores são semelhantes aos reportados por Huang e colaboradores, no tocante à morfologia da austenita. Do ponto de vista das propriedades mecânicas, foi verificado que o aumento da taxa de aquecimento afetou negativamente a temperabilidade da austenita, o que deteriorou as propriedades de limite de escoamento e de limite de resistência.

Azizi-Alizamini e colaboradores (AZIZI-ALIZAMINI *et al.*, 2011), realizaram um estudo bastante abrangente a respeito da influência da taxa de aquecimento sobre a formação da austenita em um aço C-Mn, nas condições de como laminado a quente e laminado a frio. Eles empregaram as taxas de aquecimento de 1, 10, 100, 300 e 900°C/s. No que concerne ao efeito da taxa de aquecimento sobre a morfologia da austenita, os resultados encontrados por estes autores estão em linha com os trabalhos anteriores. Além disso, estes autores registraram a redução do grau de esferoidização das lamelas de cementita e do tamanho de grão da austenita formada com o aumento da taxa de aquecimento.

Outro importante resultado encontrado por Azizi-Alizamini e seus co-autores, foi a não influência da taxa de aquecimento sobre a temperatura  $A_{c1}$ , no produto laminado a frio. Embora um significativo efeito tenha sido registrado para o produto laminado a quente. A fim de investigar melhor este resultado, os autores realizaram uma série de ensaios no material laminado a frio, nos quais as amostras foram aquecidas com taxa de 1°C/s até

670°C, que é uma temperatura ligeiramente inferior a  $A_{c1}$ . Em seguida, as amostras foram aquecidas com as taxas de 1, 10, 100, 300 e 900°C/s, até a completa austenitização. Neste caso os autores encontraram o mesmo padrão de relação entre a taxa de aquecimento e a temperatura  $A_{c1}$ , que havia sido registrada para o material como laminado a quente. Isto é, aumento de  $A_{c1}$  com a taxa de aquecimento. Segundo os autores, o primeiro estágio de aquecimento, com taxa de 1°C/s até 670°C, foi suficiente para promover uma ampla esferoidização da cementita, e da mesma forma no que diz respeito à recristalização da ferrita. Com isso, a microestrutura do material como laminado a frio ficou condicionada de maneira muito similar à do material como laminado a quente, momentos antes do início da formação da austenita. Este é um resultado de grande importância, pois demonstra a ocorrência da sobreposição entre recristalização da ferrita, esferoidização da cementita e formação da austenita, e suas mútuas interações, na medida em que a taxa de aquecimento aumenta.

Um dos instrumentos de maior aplicação em estudos a respeito da formação e da decomposição da austenita, em virtude de sua sensibilidade às transformações de fase que causam variações no parâmetro de rede dos constituintes microestruturais, é o dilatômetro. A figura 3.12 ilustra esquematicamente o uso deste equipamento para determinar as temperaturas críticas durante o aquecimento de um aço baixo carbono.

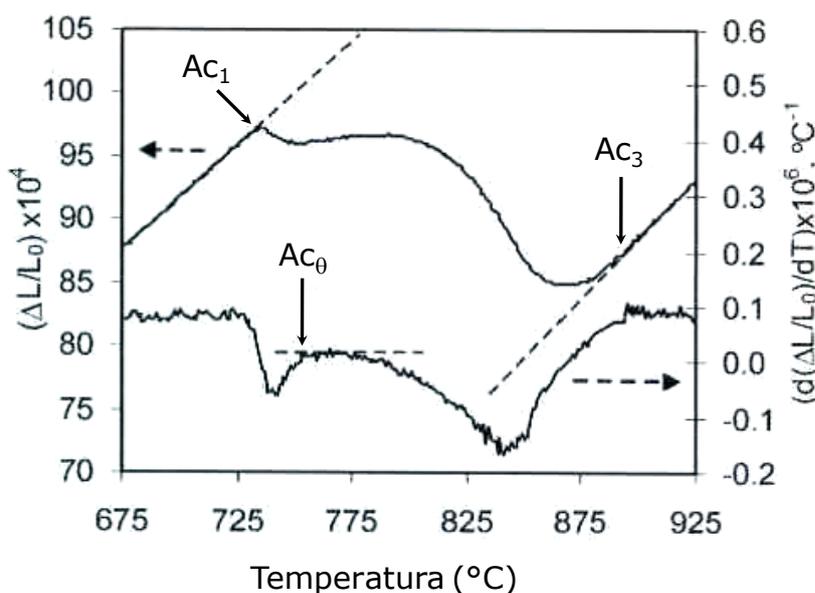


Figura 3.12 – Curva dilatométrica da variação dimensional relativa,  $\Delta L/L_0$  em função da temperatura, obtida por aquecimento contínuo; derivada da variação dimensional com a temperatura,  $d(\Delta L/L_0)/dT$ . Posição correspondente às temperaturas críticas  $Ac_1$ ,  $Ac_3$  e  $Ac_0$ . (SAN MARTÍN *et al.*, 2008).

A figura 3.12 ilustra o emprego de curvas dilatométricas na determinação das temperaturas críticas. Como se sabe,  $Ac_1$  corresponde ao ponto a partir do qual a curva de dilatação começa a se desviar do comportamento linear durante o aquecimento, enquanto  $Ac_3$  corresponde ao ponto a partir do qual a curva de dilatação retoma a dependência linear com a temperatura.  $Ac_0$ , por sua vez, marca o fim da dissolução da perlita presente na microestrutura no início do aquecimento (SAN MARTÍN *et al.*, 2008). Como fica evidenciado na figura 3.12,  $Ac_0$  pode ser facilmente identificada na curva da derivada da variação dimensional. Por outro lado, a curva de variação dimensional relativa propriamente dita,  $\Delta L/L_0$ , não oferece uma boa condição para sua determinação.

Uma das facilidades oferecidas pelo uso do dilatômetro é a regra da alavanca, que já vem sendo empregada há várias décadas para calcular as frações de ferrita e de austenita em uma transformação  $\alpha/\gamma$ , nas quais ocorre completa transformação da primeira na segunda fase. Trata-se de um método simples e rápido, cuja aplicação está ilustrada esquematicamente na figura 3.13.

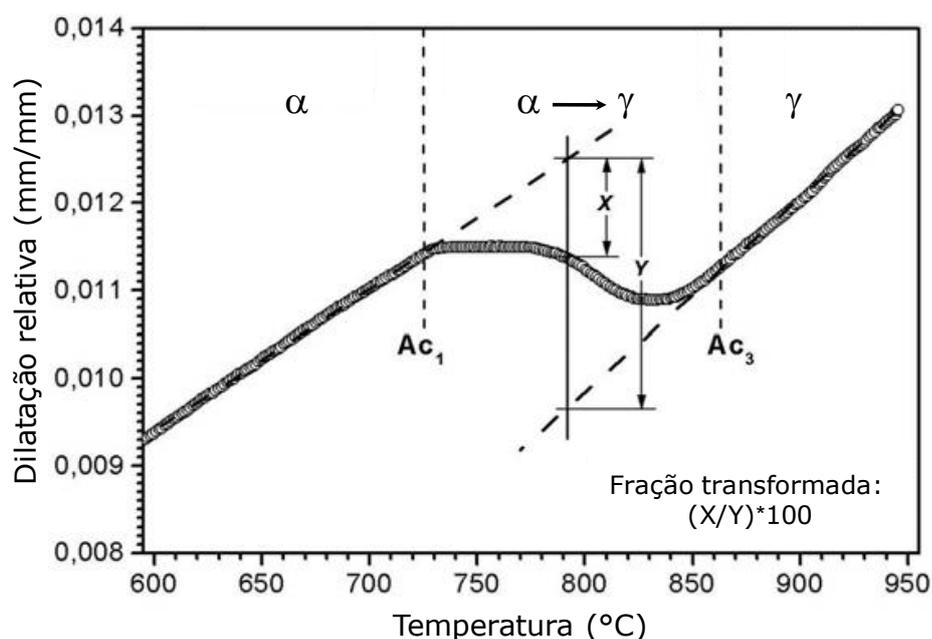


Figura 3.13 – Representação esquemática do uso da regra da alavanca para calcular a fração de austenita transformada em uma transformação  $\alpha/\gamma$ . (MELO *et al.*, 2008).

Vibrações da rede, denominadas fônons, desempenham um papel fundamental no fenômeno da expansão térmica dos materiais. Elas dependem, dentre outros fatores, da composição química do material (De COCK *et al.*, 2006). A regra da alavanca se baseia na pressuposição de que a composição química da austenita se mantenha constante, de modo que a variação em seu parâmetro de rede, durante o ensaio, seja decorrente unicamente do aquecimento. Na medida em que esta hipótese desvia-se do comportamento real do material, a regra da alavanca implica em erros de cálculo da fração transformada.

Outra importante fonte de imprecisão que resulta do uso da regra da alavanca é o fenômeno da anisotropia da dilatação do material durante a transformação de fase (KOP *et al.*, 2001; SUH *et al.*, 2008). De acordo com Kop e colaboradores (KOP *et al.*, 2001), que realizaram estudos pioneiros a respeito deste fenômeno para aços do tipo C-Mn, encontrando valores de fração transformada sistematicamente mais elevados em corpos de prova longitudinais, o efeito é ocasionado pelo bandeamento da microestrutura.

Alguns modelos semi-empíricos têm sido propostos para corrigir o cálculo da fração da austenita, levando em conta o efeito de enriquecimento de carbono na variação do parâmetro de rede (KOP *et al.*, 2001) e o efeito do comportamento anisotrópico da dilatação do material durante a transformação de fase (HAN *et al.*, 2004; SUH *et al.*, 2007). Mas estes modelos foram formulados para a fração de fases na decomposição da austenita. Os poucos modelos existentes, que consideram a fração de austenita formada durante o aquecimento, foram desenvolvidos para aços cuja microestrutura é constituída de ferrita e de perlita não deformada a frio. Ou seja, para produtos na condição de como laminado a quente (LEE *et al.*, 2010).

A microestrutura prévia do aço investigado no presente estudo é constituída de ferrita e de perlita deformada a frio, resultante da aplicação de uma redução de 70%. Dessa forma, para aumentar a precisão no cálculo da fração de austenita transformada, mediante o emprego da regra da alavanca, seria necessário adaptar os modelos existentes para o aço em estudo, ou desenvolver um novo modelo.

Apesar desta limitação, optou-se mesmo assim por aplicar a regra da alavanca, pois embora cálculos dos valores absolutos da fração de austenita possam apresentar erros, ainda é possível tirar conclusões comparativas entre diferentes condições experimentais empregadas, uma vez que, no presente estudo, foi investigada uma única composição química.

### **3.2.3. Formação da nova ferrita**

A transformação da austenita em seus produtos de decomposição é um tema que sempre despertou grande interesse, tanto em estudos voltados para aplicação industrial quanto de natureza acadêmica. Muito esforço de pesquisa vem sendo feito ao longo dos anos no sentido de prever e controlar a evolução da microestrutura dos aços em decorrência da decomposição da austenita (YANG, *et al.*, 2012). Em produtos laminados a quente, a microestrutura de partida se encontra totalmente austenitizada. Esta é uma condição propícia para a construção de modelos matemáticos de previsão da evolução microestrutural (MILITZER, 2007; LIU, *et al.*, 2007; SANTOS, *et al.*, 2009). No caso

dos produtos submetidos a recozimento intercrítico, que é o processo tipicamente empregado na fabricação de aços *dual phase* laminados a frio, a situação é mais complexa, em virtude do fato de que, no final da etapa de encharque, a microestrutura é constituída de frações variáveis de ferrita e de austenita, dependendo da composição química e dos parâmetros de aquecimento e de encharque. Mesmo assim alguns trabalhos de modelagem matemática, já com alguns resultados bastante promissores, têm sido reportados na literatura (MURUGAIYAN *et al.*, 2006; COLLA, *et al.*, 2011).

No que diz respeito aos aços *dual phase*, espera-se, a princípio, que a decomposição da austenita durante o resfriamento resulte em martensita. Dessa forma, a microestrutura do produto final seria constituída de frações variáveis de ferrita e de martensita, dependendo de seu grau de resistência mecânica. Este é o tipo de microestrutura classicamente associada aos aços *dual phase*. Observa-se, no entanto, que estes aços frequentemente apresentam em sua microestrutura frações variáveis de bainita e, eventualmente, pequenas quantidades de austenita não-transformada.

A literatura registra alguns estudos nos quais foram feitos levantamentos de mapas de microestruturas resultantes da decomposição da austenita em aços *dual phase*, em ligas e condições particulares de recozimento intercrítico (SARWAR *et al.*, 2001; ERDOGAN, 2002). Nestes estudos os autores deram especial ênfase à formação da ferrita durante o resfriamento dos aços por eles estudados.

Na maioria das linhas de produção industrial, o recozimento intercrítico é realizado subdividindo-se o resfriamento em duas etapas. A primeira sendo realizada com taxas relativamente baixas, por isso denominada de resfriamento lento, desde a temperatura de encharque até uma temperatura intermediária, que pode variar entre 600°C e 700°C, seguida de uma segunda etapa, realizada com taxas de resfriamento mais elevadas, que vai desde a temperatura intermediária até a de superenvelhecimento, geralmente algo em torno de 300°C.

Durante as etapas de resfriamento pode ocorrer formação de ferrita, geralmente chamada na literatura de nova ferrita para diferenciá-la da anterior, já existente no final

do encharque. A formação de perlita, todavia, em se tratando de aços *dual phase*, deve ser evitada. Dessa forma, as taxas de resfriamento empregadas, não podem ser inferiores a um determinado valor crítico.

No que diz respeito à natureza do processo de formação da nova ferrita e suas propriedades, existem ainda alguns aspectos não totalmente esclarecidos na literatura. Matlock e co-autores (MATLOCK *et al.*, 1979) propuseram que a formação da nova ferrita ocorre por epitaxia, a partir da ferrita já existente na microestrutura. Yi e colaboradores (Yi *et al.*, 1983), por outro lado, reportaram que a nova ferrita se forma pelo processo clássico de nucleação e crescimento. Estes autores assumiram que a interface entre a austenita e a ferrita pró-eutetóide é de natureza coerente, possuindo assim baixa mobilidade. Partindo desse argumento, Yi e Kim propuseram a necessidade de que a nova ferrita fosse nucleada nas junções de contornos de grão da austenita. No entanto, a maioria dos autores desde então (ZAEFFERER, *et al.*, 2004; DEMIR, *et al.*, 2008; ZWAAG, V. D. S, *et al.*, 2003) adotaram o mecanismo proposto por Matlock e colaboradores, considerando que a nova ferrita se forma por epitaxia a partir do crescimento da ferrita já existente na microestrutura. Em virtude desse mecanismo, a nova ferrita é também denominada ferrita epitaxial. Em vários trabalhos realizados, por diferentes autores, não foram detectadas variações de orientação cristalográfica através das interfaces de separação entre as duas ferritas, evidenciando que não existem interfaces de natureza estrutural entre estes constituintes. Isto tem sido considerado como forte argumento em favor do mecanismo epitaxial de formação da nova ferrita (ZAEFFERER, *et al.*, 2004; SANTOFIMIA, *et al.*, 2009).

Considerando este mecanismo, o recozimento intercrítico pode acelerar a formação da ferrita, durante o resfriamento após o encharque, quando comparado com estruturas totalmente austenitizadas, uma vez que não seria necessária a nucleação de novos grãos, bastando apenas o avanço das interfaces ferrita/austenita, já existentes na microestrutura. Apesar disso, alguns trabalhos recentes da literatura (GOMEZ, *et al.*, 2010; BOS, *et al.*, 2011) dão conta de que os dois mecanismos, avanço das interfaces ferrita/perlita e nucleação de novos grãos de ferrita, podem ser acionados, dependendo

da composição química e das características físicas da microestrutura no final do encharque.

A formação da nova ferrita durante o resfriamento exerce uma influência muito importante na evolução da microestrutura do produto, por afetar a quantidade e a composição química da austenita formada no final do encharque. É geralmente aceito que o processo de formação da nova ferrita ocorre em condição de *para-equilibrium* (GOMEZ, *et al.*, 2010; SANTOFIMIA, *et al.*, 2010), não havendo, assim, redistribuição de elementos substitucionais. A difusão de carbono, que ocorre durante o resfriamento, porém, se dá em sentido contrário ao avanço da reação, provocando enriquecimento de sua concentração na austenita e, com isso, aumentando sua temperabilidade.

Um dos primeiros trabalhos realizados com o objetivo de investigar as características da nova ferrita, ainda que por meios indiretos, foi o de Korzekwa e colaboradores (KORZEKWA *et al.*, 1982). Estes autores avaliaram a susceptibilidade ao envelhecimento de um aço *dual phase* à temperatura ambiente. Eles trabalharam com um aço com 0,063%C-1,29%Mn-0,24%Si, que sofreu envelhecimento à temperatura ambiente com o tempo variando entre 24h e 5 meses. Os autores registraram a presença de precipitados coerentes de carbeto de ferro na ferrita retida, isto é, naquela pré-existente no material após laminação a frio. Os precipitados, cujo diâmetro variava entre 10 e 30nm, foram identificados como sendo carbeto- $\epsilon$ , em virtude de seu plano de hábito ser  $\{100\}_\alpha$ . Todavia, alguns grãos ferríticos não exibiram qualquer formação de precipitados, mesmo após cinco meses de envelhecimento à temperatura ambiente. Korzekwa e co-autores identificaram estes grãos como sendo da nova ferrita, formada durante o resfriamento. Partindo da suposição de que a concentração de manganês na nova ferrita deveria ser similar à da austenita no final do encharque, os autores propuseram que a não formação de precipitados de carbeto na ferrita epitaxial, foi ocasionado pelo seu teor de manganês relativamente mais elevado, em comparação com o da ferrita intercrítica. Sabe-se que este elemento reduz atividade do carbono na ferrita (KOYAMA, 1981). Com isso, haveria menos força motriz para a formação de precipitados de carbono.

Ainda nos anos de 1980, Jeong e Kim (JEONG *et al.*, 1985; 1987; 1988) realizaram uma série de trabalhos para investigar o processo de formação da nova ferrita. Em um destes trabalhos (JEONG *et al.*, 1988), estes autores investigaram a influência da taxa de resfriamento em uma liga C-Mn-Si-Mo submetida a um ciclo de recozimento intercrítico com encharque na temperatura de 830°C por 30 minutos. Posteriormente as amostras foram resfriadas com taxas de 0,1°C/s e 5,6°C/s até temperaturas entre 770°C e 410°C e, finalmente, congeladas. A figura 3.14 mostra uma das micrografias obtidas por eles, indicando os locais de formação da nova ferrita em função da taxa de resfriamento aplicada.

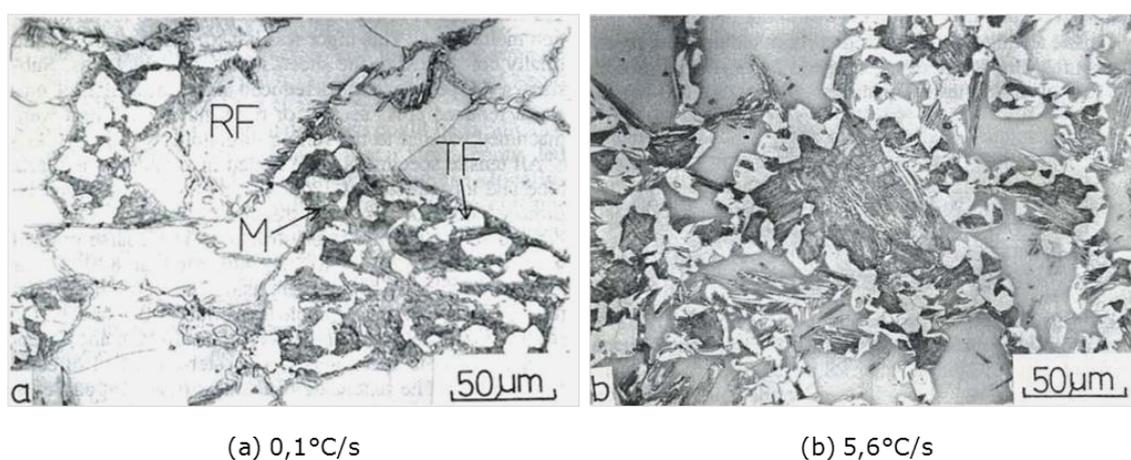


Figura 3.14 – Microestrutura das amostras após encharque de 830°C por 30 minutos e resfriadas com taxas de (a) 0,1°C/s até 680°C e (b) 5,6°C/s até 590°C. RF-ferrita pró-euteótide (*retained ferrite*); TF-ferrita transformada; M-martensita (autenita a 830°C) (JEONG *et al.*, 1988).

Segundo os autores (JEONG *et al.*, 1988), embora nas duas situações a nova ferrita tenha se formado pelo mecanismo epitaxial, na taxa de resfriamento mais baixa seu crescimento se deu a partir de pequenos grãos ferríticos não transformados, presentes no interior da austenita. Com o aumento da taxa de resfriamento o crescimento se deu a partir das interfaces que envolviam a austenita.

Com o objetivo de investigar a composição química da nova ferrita, Santofimia e colaboradores (SANTOFIMIA, *et al.*, 2010), realizaram um minucioso trabalho no qual investigaram a distribuição de elementos químicos após a formação da nova ferrita em um aço TRIP (*Transformation-Induced Plasticity*) com composição à base de C-Mn-Si-

Al. O material foi submetido a um ciclo de recozimento intercrítico no qual o encharque foi realizado a 900°C por 10min. Em condições, portanto, de proporcionar considerável partição de elementos ao final do encharque. Posteriormente o material foi resfriado com taxa de 50°C/s até a temperatura ambiente. Os autores observaram que a nova ferrita se formou, em sua maioria, nas adjacências da martensita e do constituinte M/A. Eles verificaram também que os teores de elementos substitucionais naquele constituinte foram muito próximos aos encontrados na martensita e em M/A. Diferentemente da ferrita intercrítica, que apresentou teores relativamente menores de manganês e maiores concentrações de alumínio e de silício. No tocante ao carbono, por outro lado, as duas ferritas apresentaram teores muito próximos, e significativamente inferiores aos dos constituintes mais duros.

Neste mesmo trabalho, Santofimia e co-autores também realizaram medições das dimensões dos grãos da nova ferrita, encontrando valores da ordem de 1 a 3µm. Em seguida eles calcularam as distâncias que os elementos substitucionais de interesse (Mn, Si, Al e P) poderiam percorrer durante o resfriamento, nas condições experimentais empregadas. Eles encontraram valores inferiores a 0,3µm. Ou seja, distâncias menores do que as necessárias para que pudesse ocorrer uma extensa migração destes elementos, a partir das regiões de formação da nova ferrita em direção à austenita remanescente.

No que diz respeito ao efeito da nova ferrita sobre a microestrutura e, por consequência, sobre as propriedades mecânicas finais dos aços multiconstituídos, vários autores (MINOTE, *et al.*, 1996; TRAJNT, *et al.*, 2003; PICHLER, *et al.*, 2002) têm relatado o refinamento das partículas de austenita e seu enriquecimento em carbono, aumentando assim sua temperabilidade.

Outros autores têm reportado ganhos na ductilidade do material em função da formação da nova ferrita durante seu resfriamento (AHMAD *et al.*, 2006 e SARWAR *et al.*, 2007).

Fonshtein e co-autores (FONSHTEIN *et al.*, 2006), por sua vez, registraram um efeito positivo na ductilidade de aços do tipo *dual phase*. Segundo os autores, este efeito, no

entanto, não se deu propriamente devido às características intrínsecas da nova ferrita, mas em virtude do aumento da fração total de ferrita presente na microestrutura.

Yakubovsky e colaboradores (YAKUBOVSKY *et al.*, 2006), por outro lado, não registraram ganhos de ductilidade e nem no parâmetro de encruamento ( $n$ ) em função da formação da nova ferrita em um aço DP800 com composição à base de C-Mn-Si. Os autores também verificaram que a nova ferrita apresentou dureza relativamente elevada em comparação com a ferrita intercrítica. Apesar disso, segundo os autores, a formação da nova ferrita proporcionou redução na variabilidade dos valores de limite de resistência.

## CAPÍTULO 4: METODOLOGIA EXPERIMENTAL

### 4.1. Introdução

Conforme foi exposto no capítulo anterior, durante o ciclo de recozimento intercrítico de aços *dual phase*, ocorrem importantes transformações de estado sólido, das quais dependem as características microestruturais do produto. São elas: (i) recristalização da ferrita; (ii) dissolução da perlita e de partículas de cementita; (iii) formação da austenita. Estas transformações ocorrem durante as etapas de aquecimento e de encharque. A evolução da microestrutura durante o resfriamento subsequente, que consiste na transformação da austenita em seus produtos de decomposição, depende basicamente da composição química do aço e da taxa de resfriamento utilizada. Geralmente se verifica a transformação de parte da austenita em nova ferrita, e ainda a formação de bainita e de martensita, podendo também ser encontrada alguma quantidade de austenita retida na microestrutura do produto final.

No presente estudo foi investigada a evolução da microestrutura de um aço *dual phase* durante um ciclo de recozimento intercrítico, com ênfase na recristalização da ferrita e nas formações da austenita e da nova ferrita. As etapas do ciclo de recozimento avaliadas foram: aquecimento, encharque, resfriamento lento e resfriamento rápido até 300°C. Não foi, portanto, investigada a influência da etapa de superenvelhecimento. Nas simulações realizadas foram empregados extensamente o dilatômetro e a *Gleeble*. As condições em que estas simulações foram realizadas serão discutidas a seguir.

### 4.2. Material

Neste estudo foi investigado um aço *dual phase* da classe de 600MPa de limite de resistência, com composição química à base de carbono e manganês. Foi selecionado um material produzido em escala industrial, com 1,20 mm de espessura, amostrado após a laminação a frio, na qual foi aplicada uma redução de 70%. Sua composição química está mostrada na tabela IV.1.

Tabela IV.1 - Composição química do material.

Composição Química (% p/p)						
C	Mn	Si	P	S	Al	N
0,092	2,06	0,018	0,013	0,0053	0,031	0,0043

A microestrutura de partida do material é constituída de ferrita e de perlita deformada a frio.

### 4.3. Recursos Materiais

Todos os ensaios programados no escopo deste estudo, sejam eles de simulação, de caracterização da microestrutura e das propriedades mecânicas, foram realizados na Gerência Geral de Pesquisa e Desenvolvimento da Usiminas, mediante o emprego dos seguintes recursos materiais:

- Simulador termomecânico *Gleeble* modelo 3500;
- Dilatômetro Dil 805 fabricado pela Bähr;
- Microdurômetro modelo FM-700 fabricado pela Future Tech;
- Difrátômetro de raios-X modelo D5000 fabricado pela Siemens;
- Difrátômetro de raios-X modelo D8 Advance fabricado pela Bruker;
- Microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo EVO50 fabricado pela Carl Zeiss, com filamento de LaB6 e equipado com microanalisadores de raios-X do tipo EDS, INCA Energy 350, e WDS, modelo INCA500i, fabricados pela Oxford Instruments;
- Microscópio eletrônico de varredura tipo FEG (MEV-FEG) modelo Gemini 55 Ultra plus fabricado pela Carl Zeiss, equipado com microanalisador de raios-X do tipo EDS, modelo XMax80 fabricado pela Oxford Instruments, e câmera de EBSD modelo Nordlys S e *software* Channel 5, fornecidos pela HKL;
- Microscopia óptica;
- *Software* Thermo-Calc versão 5 e banco de dados TCFE6;
- *Software* de análise de imagens AxioVision versão 4.0.

## 4.4. Monitoramento da Evolução Microestrutural

### 4.4.1. Recristalização da ferrita

Os ensaios para monitorar a recristalização da ferrita foram conduzidos em duas condições:

1. aquecimento contínuo com taxa de  $3,8^{\circ}\text{C/s}$ , desde a temperatura ambiente até  $780^{\circ}\text{C}$ , em ensaios realizados na *Gleeble*, conforme o esquema mostrado na figura 4.1. Esta taxa de aquecimento foi selecionada por se tratar de um valor tipicamente empregado em linhas industriais de produção.
2. ensaios isotérmicos realizados no dilatômetro, nas temperaturas de  $600^{\circ}\text{C}$ ,  $650^{\circ}\text{C}$ ,  $680^{\circ}\text{C}$  e  $710^{\circ}\text{C}$ , com as amostras sendo aquecidas desde a temperatura ambiente até o patamar isotérmico com taxa de  $75^{\circ}\text{C/s}$ . O esquema destes ensaios está ilustrado na figura 4.2. A taxa de aquecimento empregada nestes ensaios foi estipulada neste valor com o objetivo de evitar que transformações ocorram durante o aquecimento e ainda possibilitar um adequado controle dos ensaios, no tocante à temperatura dos corpos de prova, especialmente no início do patamar isotérmico.

Os corpos de prova (CP) para ensaios na *Gleeble* são retangulares, com dimensões de  $150\text{mm} \times 50\text{mm}$ , e seu aquecimento é feito por efeito Joule. A fim de garantir melhor controle da temperatura desejada e, por conseguinte, maior homogeneidade microestrutural na área amostrada, foram realizados ensaios em CPs orientados com o eixo maior disposto perpendicularmente à direção de laminação. A seção preparada para análise metalográfica corresponde ao plano definido pela direção de laminação e o eixo normal ao plano de laminação, na região central do CP e em área adjacente à posição dos termopares de controle. O esquema está ilustrado na figura 4.3.

Os corpos de prova para ensaio no dilatômetro são também retangulares, mas com dimensões de  $10\text{mm} \times 4\text{mm}$ , e seu aquecimento é feito por indução eletromagnética, o que garante boa homogeneidade térmica, com possível exceção de suas bordas. Todos

os ensaios realizados no presente estudo foram feitos com o eixo maior do corpo de prova orientado paralelamente à direção de laminação.

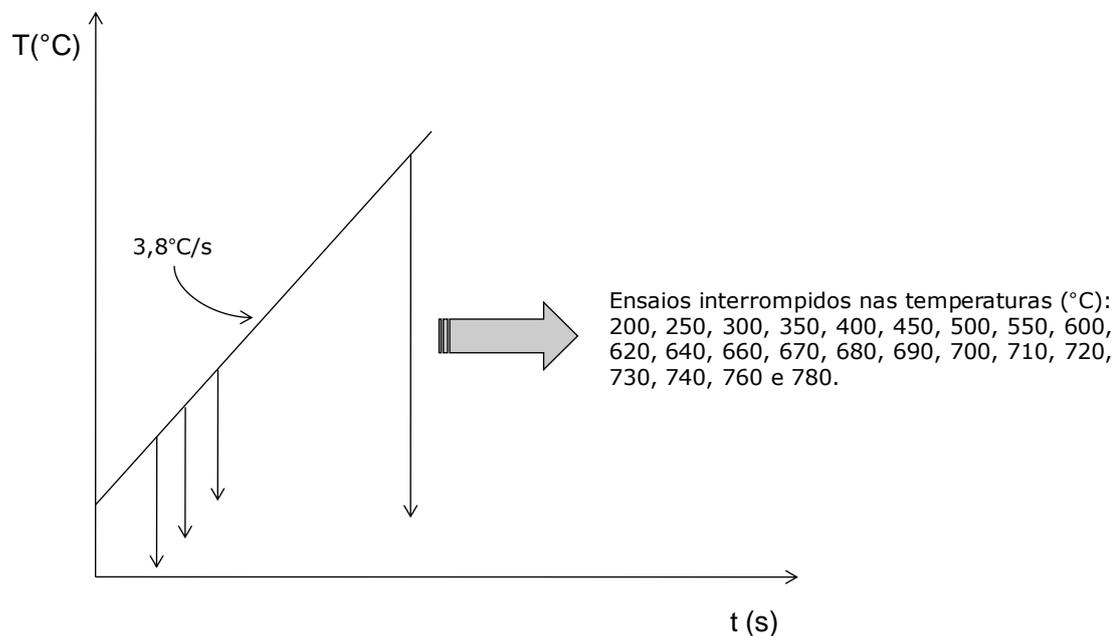


Figura 4.1 - Esquema de ensaios realizados na *Gleeble* com o objetivo de monitorar a recristalização da ferrita durante o aquecimento do material.

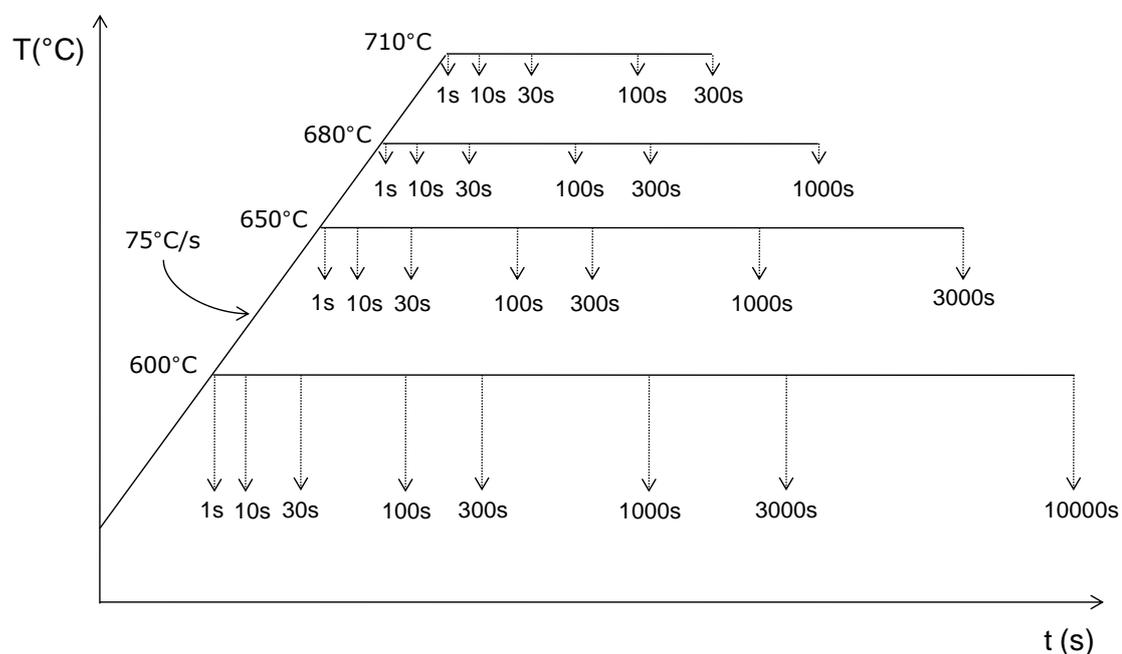


Figura 4.2 - Esquema dos ensaios isotérmicos com 75°C/s de taxa de aquecimento, realizados no dilatômetro, para monitorar a recristalização da ferrita.

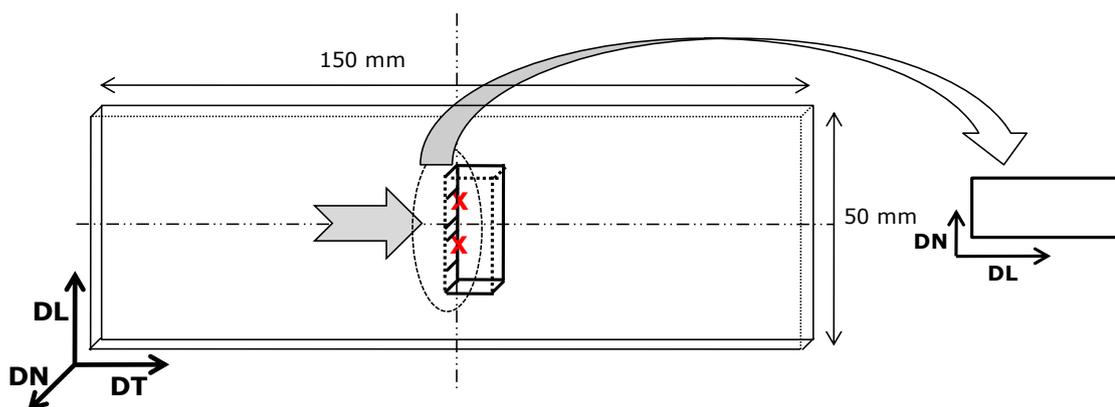


Figura 4.3 - Esquema dos corpos de prova para ensaios na *Gleeble* e detalhe da seção destinada à metalografia. DL é direção de laminação, DT, direção transversal e DN, direção normal ao plano de laminação. As marcações em “x” indicam as posições dos termopares e a área hachurada, indicada pela seta, corresponde à seção selecionada para as análises metalográficas.

A microestrutura das amostras, assim obtidas, foi analisada por microscopia óptica e via MEV após ataque com reativo nital a 4%, e, ainda, análises via EBSD. A preparação de amostras para análises por EBSD envolve, após o lixamento e o polimento mecânico convencional, o polimento em sílica coloidal em politrizes automáticas. Neste estudo foram empregadas as politrizes Minimet 1000 e Vibromet, ambas fabricadas pela Buhler.

A fim de medir a fração de ferrita recristalizada foram gerados, para cada amostra, 20 campos de imagens via MEV com 5.000x de ampliação, sendo sobre elas justaposta uma malha retangular constituída de 165 nós. A fração amaciada corresponde à fração de interceptos incidentes sobre grãos ferríticos recristalizados, dividida pela fração de ferrita presente na microestrutura, uma vez que a mesma é também constituída de perlita. Para tanto, a fração de ferrita foi medida via análise de imagens, mediante o emprego do *software* AxioVision, em vinte campos de imagens geradas por microscopia óptica, com ampliação de 1.000x, após ataque com nital a 4%.

Este procedimento não apresentou resultados satisfatórios nos ensaios isotérmicos a 710°C com tempo de patamar igual ou superior a 100s, devido ao início da formação da austenita, posteriormente transformada em martensita durante o congelamento da microestrutura, a partir de partículas de cementita no interior da ferrita e em contornos

de grãos ferríticos. O mesmo se verificou nas amostras produzidas por aquecimento contínuo, a partir da temperatura de 730°C. Para estas amostras foi adotado o procedimento alternativo de contar, em cada campo das imagens geradas via MEV, os interceptos incidentes sobre grãos ferríticos recristalizados e os interceptos sobre grãos ferríticos não-recristalizados, sendo a fração amaciada o quociente do primeiro pela soma dos dois conjuntos de interceptos.

Foram realizados ainda ensaios de dureza Vickers com carga de 10gf nas amostras geradas por aquecimento contínuo, com o objetivo de monitorar o amaciamento da ferrita desde o produto na condição de como laminado a frio até o final do processo de recristalização. Foram levadas em conta apenas as impressões produzidas sobre a ferrita, eliminando-se aquelas nas quais se constatou, por inspeção visual, a inclusão de porções de perlita na região amostrada. Com o objetivo de eliminar qualquer efeito do resfriamento diferenciado durante o congelamento das amostras, que é feito por jato d'água, foram tomados um total de 40 impressões, sendo 20 delas a  $\frac{1}{4}$  e outras 20 a  $\frac{3}{4}$  da espessura.

Os resultados da fração de ferrita recristalizada, nas amostras obtidas nos ensaios isotérmicos, foram ajustados matematicamente segundo a equação de Avrami, o que possibilitou levantar o valor da energia de ativação associada ao processo difusional na matriz ferrítica do aço avaliado.

#### **4.4.2. Formação da austenita**

Foram levantadas as temperaturas alotrópicas de início e de fim de formação da austenita ( $Ac_1$  e  $Ac_3$ ), mediante ensaios realizados no dilatômetro, por aquecimento contínuo, com taxas de 3,8°C/s, 10°C/s e 100°C/s, desde a temperatura ambiente ( $T_{amb}$ ) até 950°C, na qual a microestrutura do material já se encontra completamente austenitizada. O esquema destes ensaios está mostrado na figura 4.4.

O valor das taxas de aquecimento empregadas nestes ensaios foi estipulado considerando que 3,8°C/s é tipicamente aplicado em processamento industrial,

conforme foi afirmado anteriormente. O uso da última taxa,  $100^{\circ}\text{C/s}$ , teve como objetivo avaliar a formação da austenita numa microestrutura condicionada de modo a não se permitir tempo suficiente para ocorrer completa recristalização da ferrita previamente.  $10^{\circ}\text{C/s}$  representa uma taxa de aquecimento intermediária.

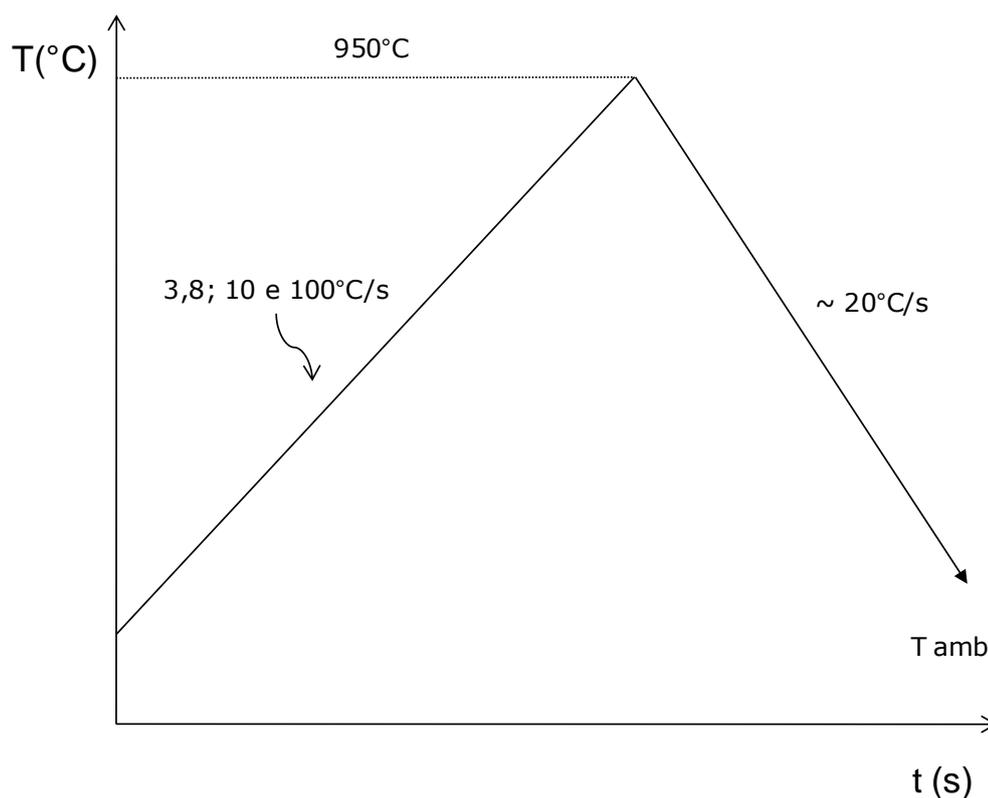


Figura 4.4 - Esquema dos ensaios realizados no dilatômetro para o levantamento dos pontos alotrópicos e da fração de austenita.

Com o objetivo de investigar mais detalhadamente a influência da taxa de aquecimento sobre a formação da austenita, foram realizados ensaios com as mesmas taxas de aquecimento anteriores, porém interrompendo o aquecimento a  $780^{\circ}\text{C}$ , seguindo-se um patamar isotérmico de 10 minutos. Em seguida as amostras foram aquecidas até  $950^{\circ}\text{C}$ , a fim de permitir o levantamento da fração de austenita transformada mediante o uso da regra da alavanca. Novos ensaios foram realizados com o objetivo de congelar a microestrutura da amostra no início do patamar isotérmico. O esquema destes ensaios está mostrado na figura 4.5.

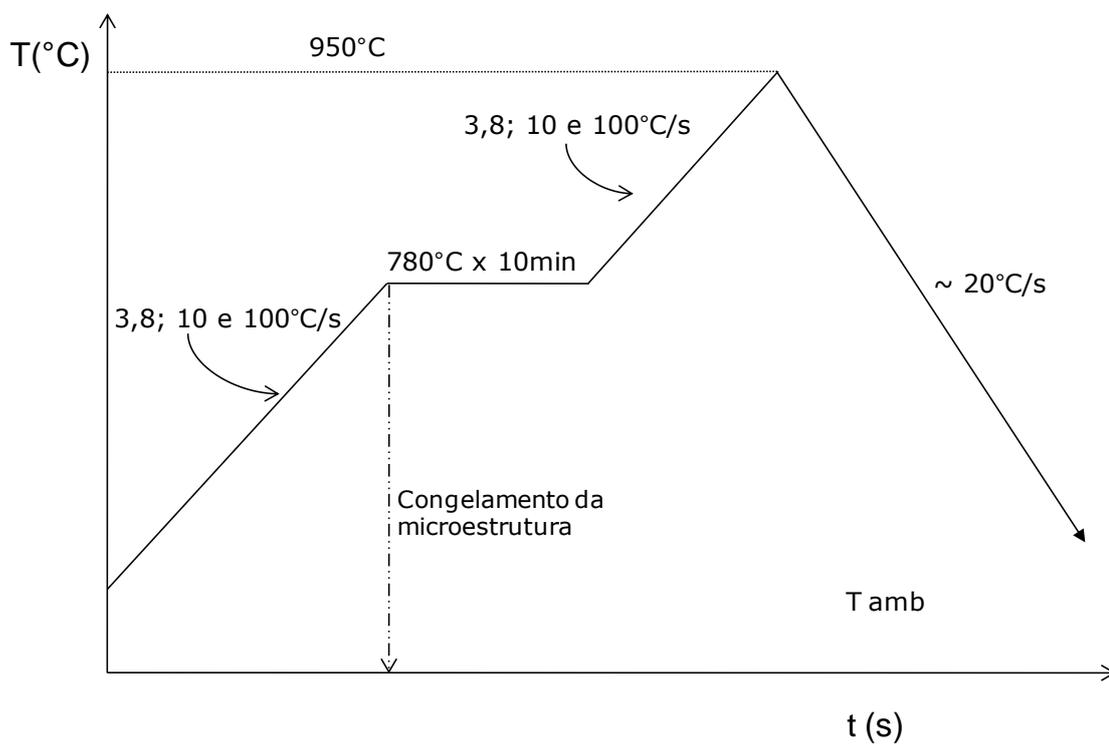


Figura 4.5 - Esquema dos ensaios realizados no dilatômetro para avaliar a influência da taxa de aquecimento sobre a formação de austenita, ao longo de um patamar isotérmico de 10 minutos.

Foram realizados também ensaios na Gleeble para acompanhar a formação da austenita, desde a rampa de aquecimento até o final do encharque, nas temperaturas de 740, 760, 780, 800 e 820°C, com taxa de aquecimento de  $3,8^\circ\text{C/s}$ , conforme o esquema mostrado na figura 4.6. Ao final de cada condição programada, as amostras foram congeladas para análise da microestrutura.

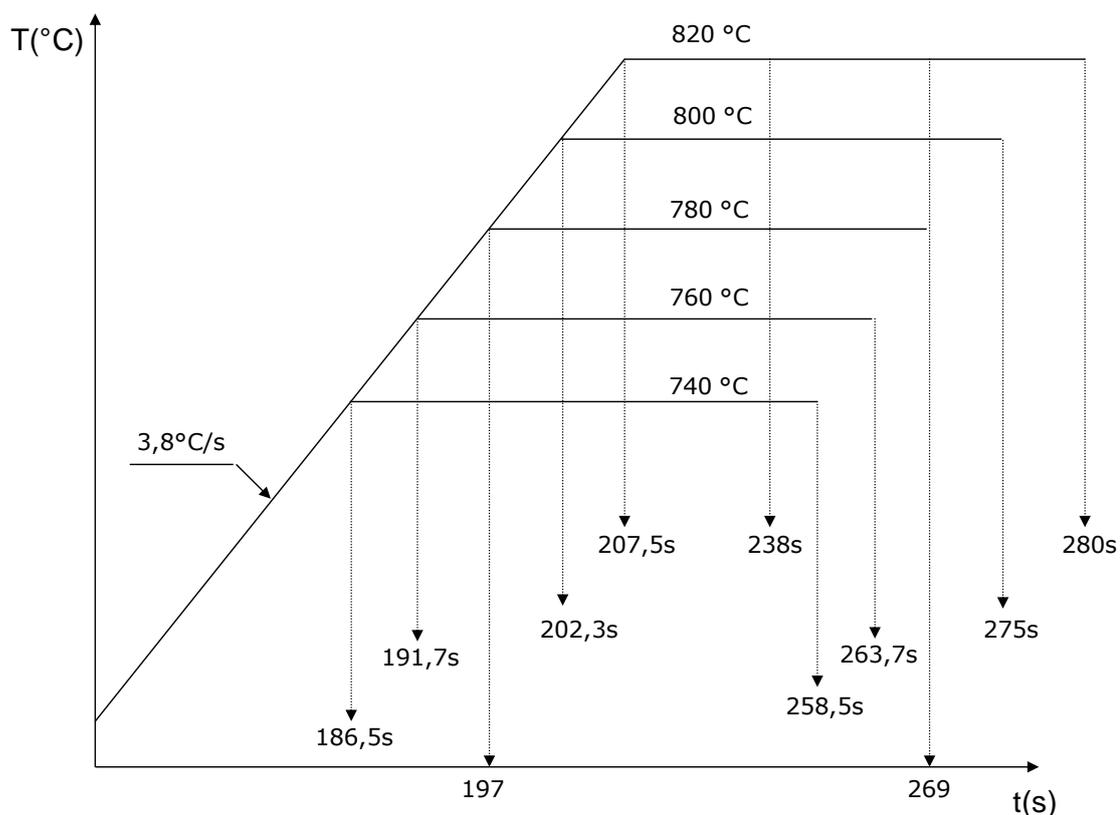


Figura 4.6 - Esquema de ensaios realizados na *Gleeble* para monitorar a formação da austenita durante as etapas de aquecimento e de encharque.

As amostras obtidas a partir dos ensaios conduzidos conforme o esquema mostrado na figura 4.6, foram destinadas à análise da microestrutura, empregando os recursos de microscopia óptica e eletrônica de varredura. Além disso, foram realizadas medições de dureza da martensita, originada a partir da decomposição da austenita durante o resfriamento, em amostras processadas com temperatura de encharque de 740°C, 780°C e 820°C. Os ensaios foram feitos na escala Vickers com carga de 10gf.

Finalmente, foram realizados ensaios de dilatométrica com patamar de encharque, e posteriormente aquecendo os corpos de prova até 950°C, para completar a austenitização, conforme esquema mostrado na figura 4.7, a fim de determinar, por meio do uso da regra da alavanca, a fração de austenita formada durante o encharque.

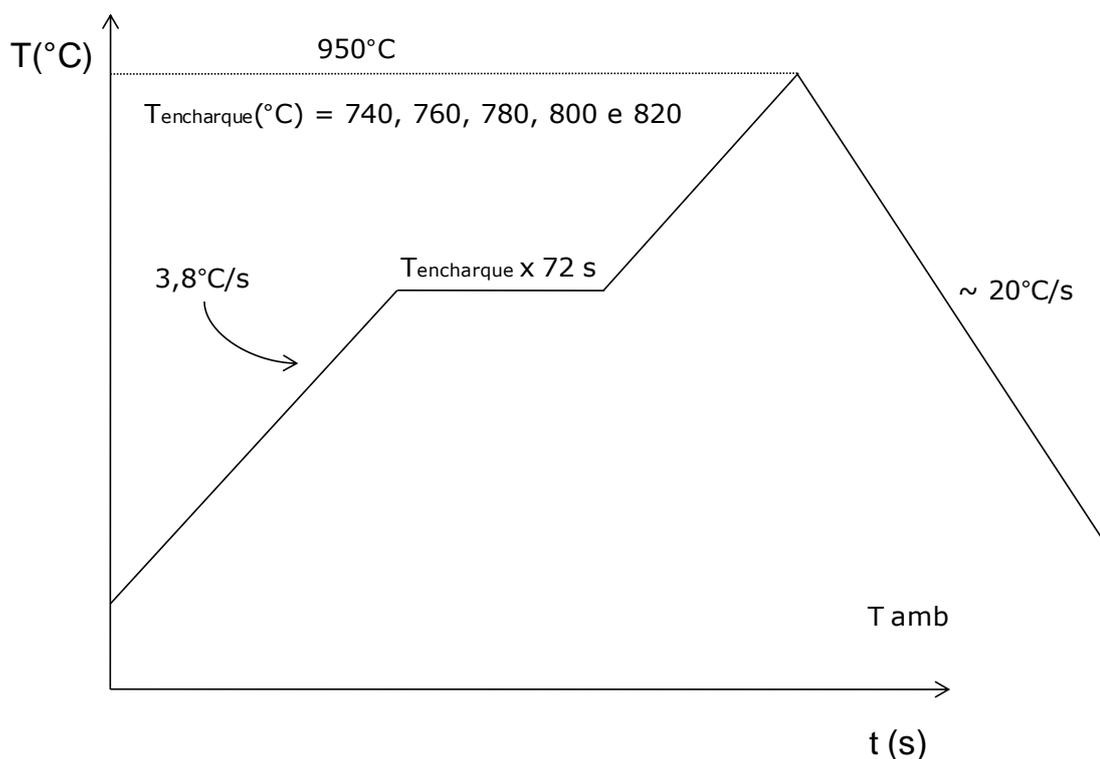


Figura 4.7 - Esquema de ensaios realizados no dilatômetro para monitorar a formação da austenita durante o encharque.

As temperaturas de encharque empregadas nestes ensaios estão dentro do campo intercrítico. Elas foram selecionadas com base nos valores de  $Ac_1$  e  $Ac_3$ , determinados a partir dos ensaios realizados conforme o esquema mostrado na figura 4.4. O tempo de encharque de 72s, por sua vez, representa um valor tipicamente empregado em ciclo de recozimento contínuo industrial.

#### 4.4.3. Medição da partição de manganês

Foi realizada a medição da concentração de manganês, em caráter quantitativo, nos constituintes microestruturais, no material na condição de como laminado a frio e no final do encharque a  $780^{\circ}\text{C}$  ( $780^{\circ}\text{C} \times 72\text{s}$ ).

O equipamento utilizado nestas análises foi o microscópio eletrônico de varredura, modelo EVO50 fabricado pela Zeiss, dotado de um sistema de microanálise que permite empregar, de forma integrada, as modalidades analíticas de raios-X por dispersão de

energia (EDS), modelo INCA Energy 350, e por dispersão de comprimento de onda (WDS), modelo INCA Wave 500i, ambos fabricados pela Oxford Instruments. Estes microanalisadores foram usados para registrar o sinal da radiação Mn-K $\alpha$ .

No tocante às potencialidades quantitativas, estas técnicas apresentam algumas características que as diferenciam uma da outra. Se, por um lado, o WDS pode detectar quantidades ínfimas de um dado elemento, pois seu limite de detectabilidade pode atingir níveis de ppm, por outro, possui baixa eficiência de contagens, tornando necessário o uso de correntes elevadas, o que prejudica sua resolução espacial. O EDS, por sua vez, é mais limitado em termos de detectabilidade, uma vez que tende a apresentar erros para concentrações inferiores a 1,00%, porém possui elevada eficiência de contagem, permitindo que boas estatísticas de medição possam ser obtidas, mesmo com correntes relativamente baixas, o que é benéfico quando se quer boa resolução espacial. Como o interesse, neste estudo, é com respeito à distribuição do manganês, cuja concentração média na liga é de cerca de 2,00% em peso, as análises por EDS podem apresentar boa precisão.

As análises foram conduzidas com tensão de 15 kV. A corrente do feixe foi ajustada por meio do uso do dispositivo gaiola de Faraday, sendo o valor de ajuste de 1,7nA para EDS e 40nA para WDS.

Uma objeção muito comum ao uso do MEV para a medição da partição de elementos em microestruturas refinadas resulta do espalhamento do feixe eletrônico ao incidir sobre a amostra, o qual degrada a resolução espacial da análise, além de acarretar em efeitos de absorção dos raios-X por elementos mais leves e na fluorescência originada de elementos mais pesados. Em virtude disso, o microscópio eletrônico de transmissão propicia melhor resolução, uma vez que o volume de material que interage com o feixe eletrônico é muitas vezes mais fino.

Uma estimativa do espalhamento do feixe ao interagir com o material pode ser obtido mediante simulações de Monte Carlo, como está ilustrado na figura 4.8.

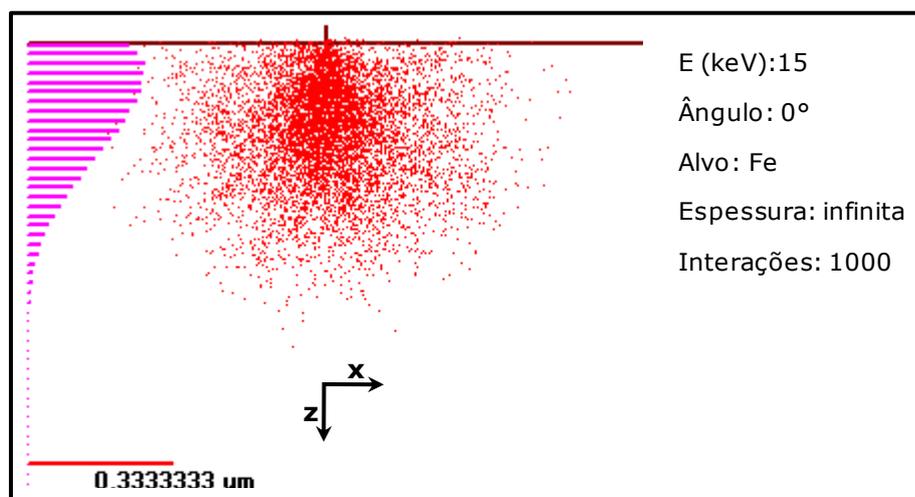


Figura 4.8 – Simulações de Monte Carlo para a geração de raios-X em uma amostra de Fe, por um feixe eletrônico acelerado por 15 kV.

Numa estimativa conservadora, com base na figura 4.8, pode-se considerar que as interações elétron/matéria capazes de produzir raios-X ocorreram no interior de um volume que dificilmente extrapola a  $1\mu\text{m}^3$ .

#### 4.4.4. Evolução da microestrutura durante o resfriamento

A influência da temperatura de encharque foi avaliada mediante ensaios realizados no dilatômetro, nos quais os corpos de prova foram resfriados desde o encharque até a temperatura ambiente, a uma taxa constante de  $3,6^\circ\text{C}/\text{s}$ . A escolha desta taxa de resfriamento foi estipulada por se tratar de um valor tipicamente empregado em linhas industriais de processamento. Conforme está mostrado na figura 4.9, as temperaturas intercríticas de encharque foram:  $740$ ,  $760$ ,  $780$ ,  $800$  e  $820^\circ\text{C}$ . Para efeito de comparação, foram realizados ensaios com temperatura de encharque de  $855^\circ\text{C}$ , na qual a estrutura do material já se encontra completamente austenitizada, conforme foi discutido na seção anterior. Foram levantadas 07 curvas dilatométricas de resfriamento, para cada uma das temperaturas de encharque empregadas, a fim de obter uma melhor representatividade estatística na determinação das temperaturas de início e fim de formação da nova ferrita.

O efeito da taxa de resfriamento foi investigado por meio de ensaios, também realizados no dilatômetro, nos quais os corpos de prova foram resfriados desde 780°C de temperatura de encharque até a temperatura ambiente, com diferentes taxas de resfriamento. Conforme está mostrado na figura 4.10, as taxas de resfriamento empregadas foram: 0,1; 1; 2; 5; 10; 30 e 50°C/s.

A análise das curvas dilatométricas foi feita mediante a análise das curvas de variação dimensional dos corpos de prova e de sua derivada, com a temperatura. No tocante à formação da nova ferrita, verificou-se que a tangente da curva de variação dimensional oferece maior precisão na determinação da temperatura de início, enquanto o sinal da derivada indica de forma mais precisa o término da transformação.

Finalmente, nestas duas modalidades de ensaios, os corpos de prova sempre foram aquecidos com taxa de 3,8°C/s até a temperatura de encharque, mantidos nesta temperatura por 72s, e, em seguida, resfriados de acordo com o esquema programado especificamente para cada ensaio.

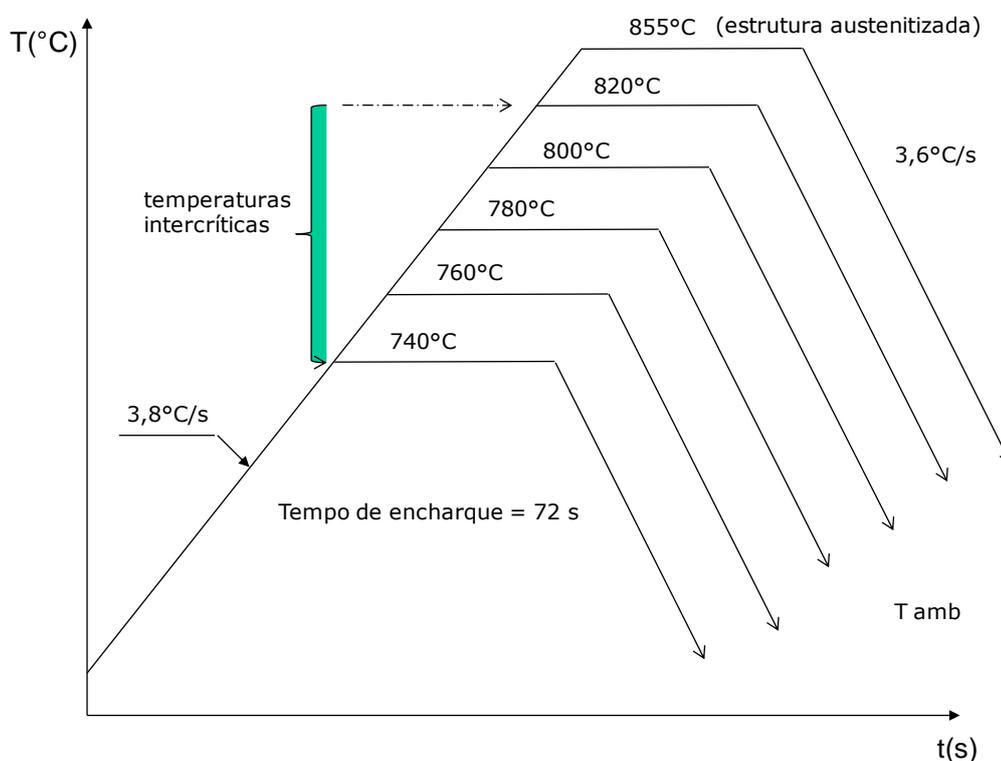


Figura 4.9 - Esquema de ensaios realizados no dilatômetro para estimar as faixas de temperatura de formação da nova ferrita durante o resfriamento lento.

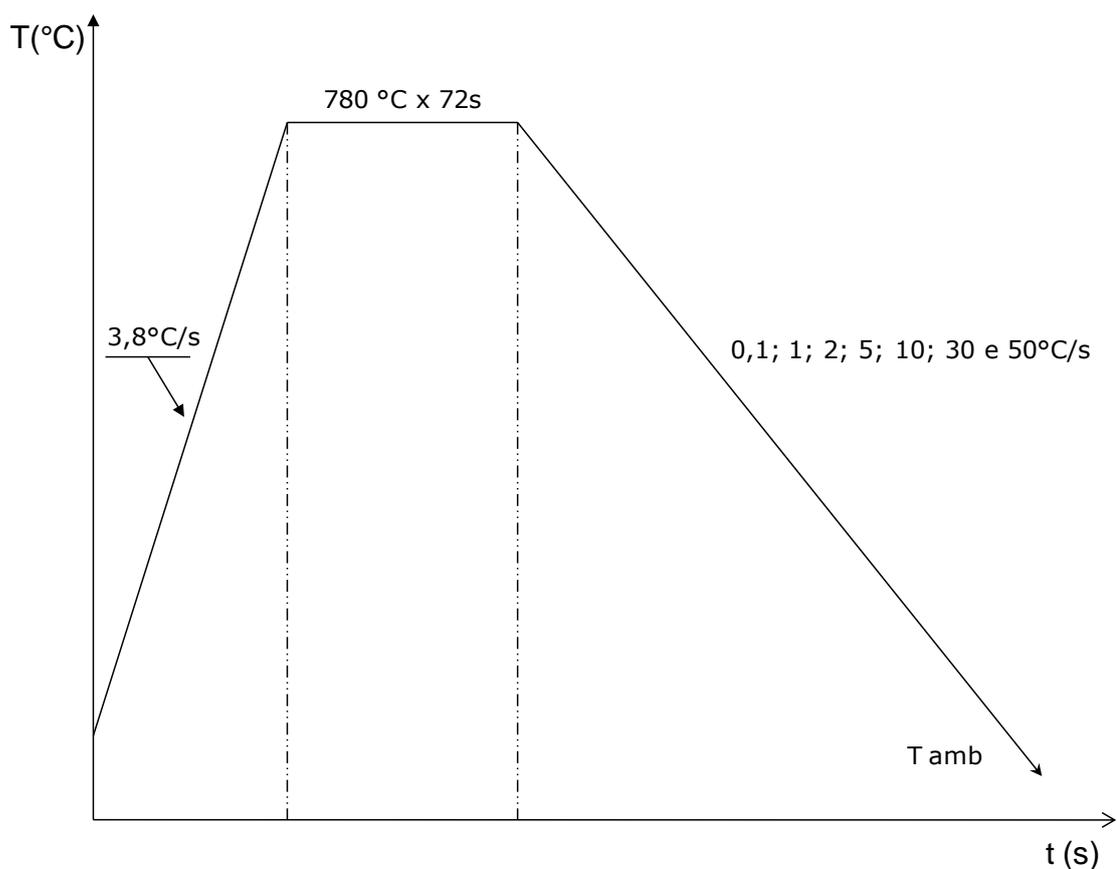


Figura 4.10 - Esquema de ensaios realizados no dilatômetro para avaliar a influência da taxa de resfriamento sobre a formação da nova ferrita.

Foram ainda realizados ensaios na *Gleeble* a fim de avaliar a evolução da microestrutura ao longo do resfriamento rápido, seguindo o esquema mostrado nas figura 4.11 e 4.12.

No esquema proposto, os ensaios foram realizados combinando variações na temperatura de encharque e na temperatura de início de resfriamento rápido, de acordo com as seguintes condições:

1. Mantendo a temperatura de encharque em  $780^\circ\text{C}$ , foi aplicado resfriamento lento com taxa de  $3,6^\circ\text{C/s}$  até o início do resfriamento rápido, para o qual foram definidas cinco temperaturas ( $^\circ\text{C}$ ): 700, 675, 650, 625 e 600. Em seguida, com taxa de resfriamento de  $20^\circ\text{C/s}$ , as amostras foram resfriadas até  $300^\circ\text{C}$ , conforme o esquema mostrado na figura 4.11.

2. Variando a temperatura de encharque, nos valores de 740, 760, 800 e 820°C, as amostras foram resfriadas com 3,6°C/s até 650°C e, em seguida, resfriadas até 300°C, com taxa de resfriamento de 20°C/s, conforme o esquema mostrado na figura 4.12.

Nas duas condições o aquecimento desde a temperatura ambiente até o encharque foi realizado com taxa de aquecimento de 3,8°C/s. No final do resfriamento rápido, a 300°C, as amostras foram resfriadas bruscamente, por meio de jatos de água para congelar a microestrutura.

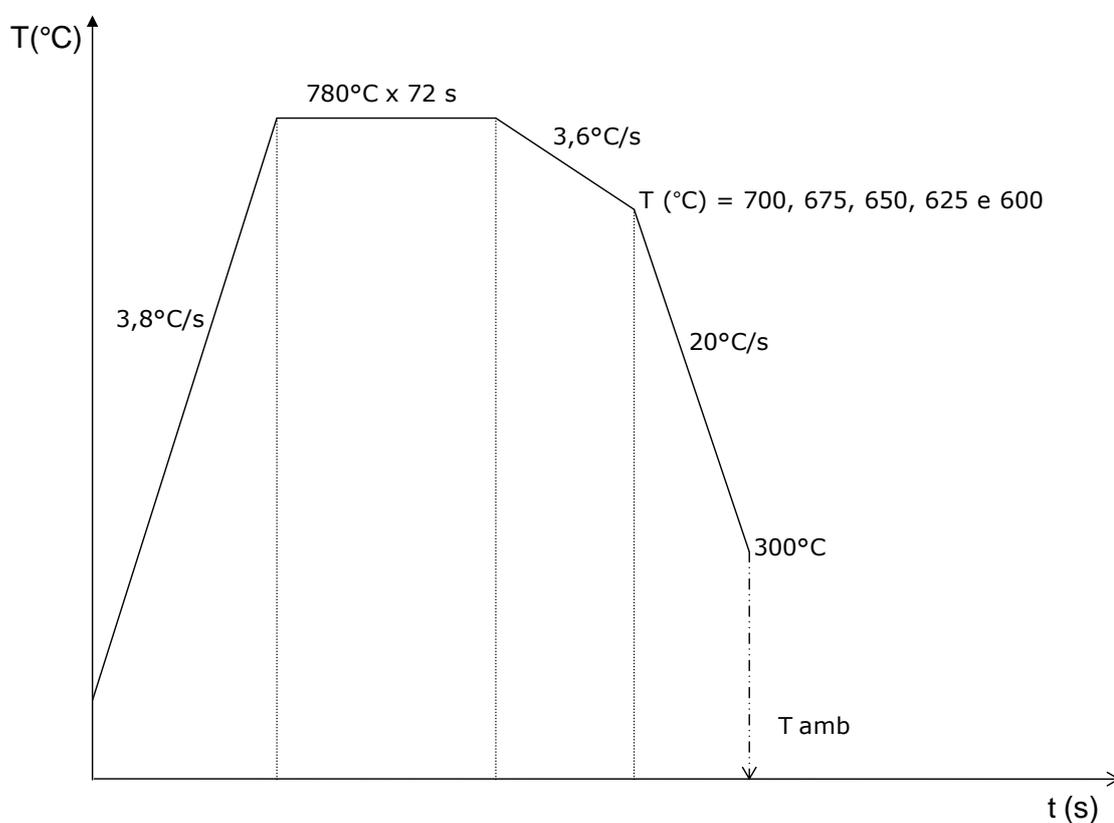


Figura 4.11 - Esquema de ensaios realizados na *Gleeble*, com o objetivo de avaliar a influência da temperatura de início de resfriamento rápido, após encharque a 780°C, sobre a microestrutura ao final do resfriamento a 300°C.

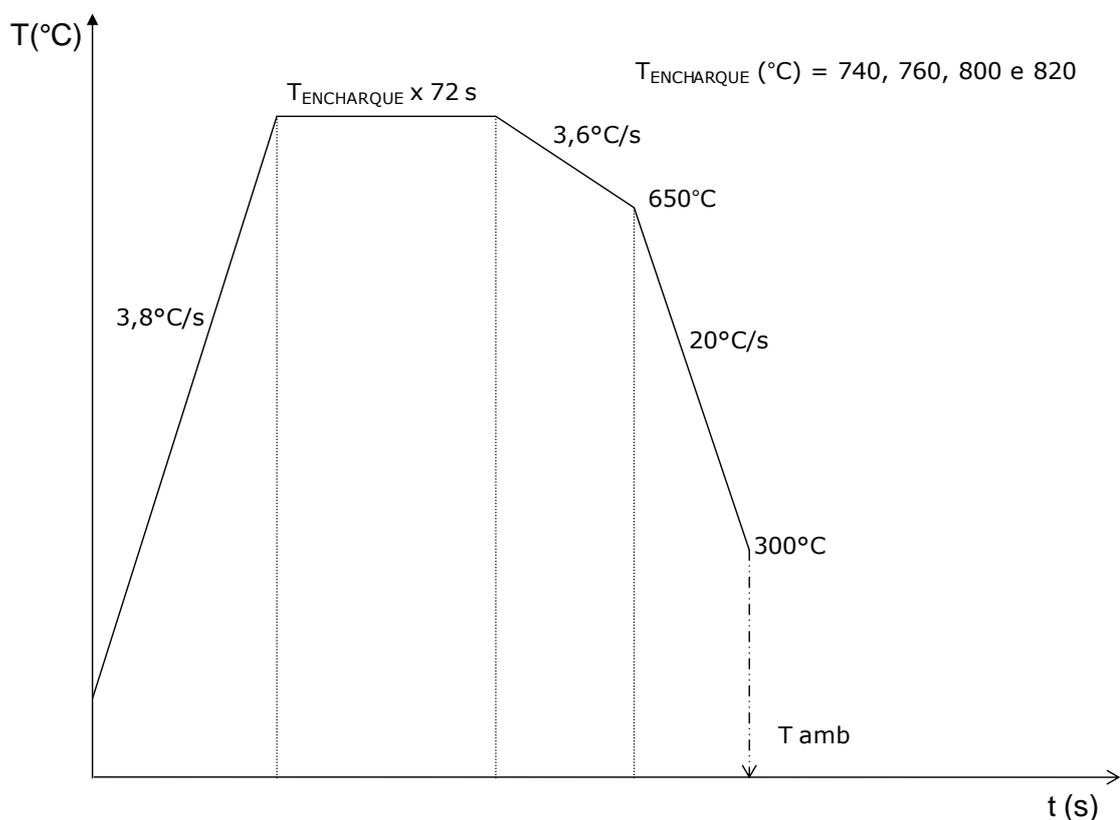


Figura 4.12 - Esquema de ensaios realizados na *Gleeble*, com o objetivo de avaliar a influência da temperatura de encharque sobre a microestrutura ao final do resfriamento a  $300^{\circ}\text{C}$ .

Assim sendo, o objetivo dos ensaios cujo esquema está mostrado nas figuras 4.11 e 4.12 é o de investigar de modo separado as influências da temperatura de início de resfriamento rápido e da temperatura de encharque sobre a evolução da microestrutura durante o resfriamento.

As amostras processadas conforme os esquemas mostrados nas figura 4.11 e 4.12, foram analisadas por microscopia óptica. Para estas análises foram usadas três soluções de ataque diferentes: (a) nital a 2%; (b) reativo de Lepera, o qual consiste de uma mistura meio a meio de uma solução de 4% de ácido pícrico em álcool etílico absoluto (picral) e uma solução aquosa com 1% de metabissulfito de sódio; (c) um ataque colorido proposto por De e colaboradores (DE *et al.*, 2003), que é um procedimento em dois estágios, sendo o primeiro um ataque de 20s numa solução de 5% de picral com algumas gotas de ácido clorídrico (diluição: 1ml de ácido clorídrico por 100ml da solução). Em seguida era realizado um segundo ataque de cerca de 10s numa solução

aquosa com 10% de metabissulfito de sódio. Entre um ataque e outro as amostras foram cuidadosamente lavadas com água corrente, em seguida com álcool isopropílico, e, finalmente, era feita a secagem da superfície das amostras com jato de ar comprimido. Também foram realizadas análises por microscopia eletrônica de varredura, após ataque com reativo nital a 2%.

Foi feita a medição do tamanho de grão da ferrita em algumas amostras, pelo método dos interceptos, segundo o procedimento de três círculos de Abrams, previsto na norma ASTM E112-10. Esta norma propõe que quando a razão axial dos grãos é superior a 3, é recomendável fazer medições nos três planos principais (longitudinal, transversal e o da superfície). No caso das microestruturas avaliadas no presente estudo o aspecto dos grãos ferríticos não era exatamente equiaxial. Sua razão axial, todavia, era inferior a 3. Nesse caso, o método dos interceptos aplicado ao plano longitudinal é suficiente para garantir precisão satisfatória, segundo a norma. A escolha do procedimento de três círculos de Abrams ao invés dos interceptos lineares, se fundamentou no fato de que, mediante este método, é mais fácil corrigir a influência do bandejamento microestrutural. O resultado fornecido por este método é a distância média entre interceptos, que é um parâmetro relacionado ao diâmetro do grão.

Em algumas das amostras também foram realizadas análises por difração de raios-X com o objetivo de dosar a fração de austenita retida. Estas análises foram feitas no equipamento D8 Advance, com a seguinte configuração instrumental: radiação  $K\alpha$ -Co, tensão de 35kV e corrente de 40mA.

## CAPÍTULO 5: RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5. 1. O Material em Condição de Equilíbrio Termodinâmico

O diagrama de fase do material considerando a condição de equilíbrio termodinâmico, para a faixa de temperatura de interesse neste estudo, obtido mediante o emprego do programa *Thermo-Calc*, está mostrado nas figuras 5.1 e 5.2.

A condição na qual estes cálculos foram conduzidos neste estudo, é frequentemente denominada *ortho-equilibrium* na literatura (HILLERT, *et al.* 2003), que é, de fato, válida quando se considera que as fases formadas possuem a composição química que se espera numa condição de equilíbrio termodinâmico entre todos os constituintes. Em condições experimentais, considera-se que o *ortho-equilibrium* seja resultado de taxas de transformação extremamente baixas (VITEK, *et al.* 2003).

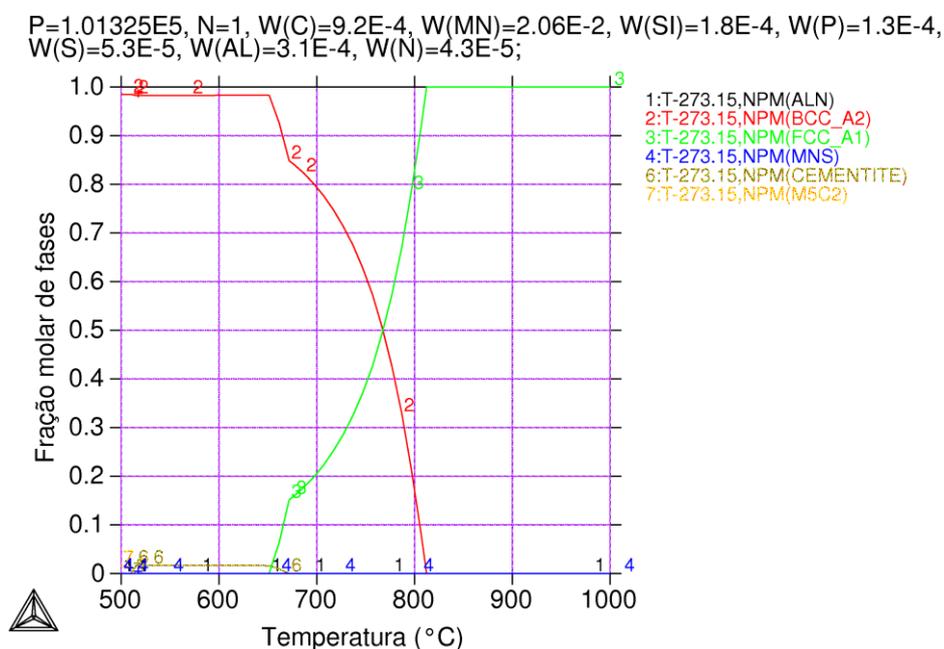


Figura 5.1 – Diagrama de fase calculado com o uso do programa *Thermo-Calc* referente ao aço em estudo, destacando os campos de estabilidade da ferrita e da austenita.

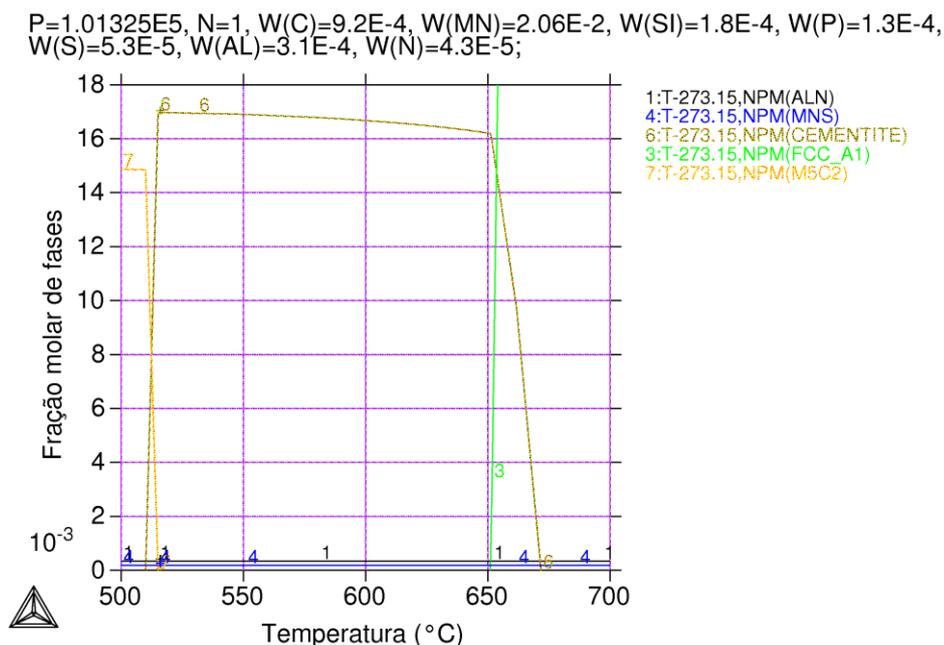


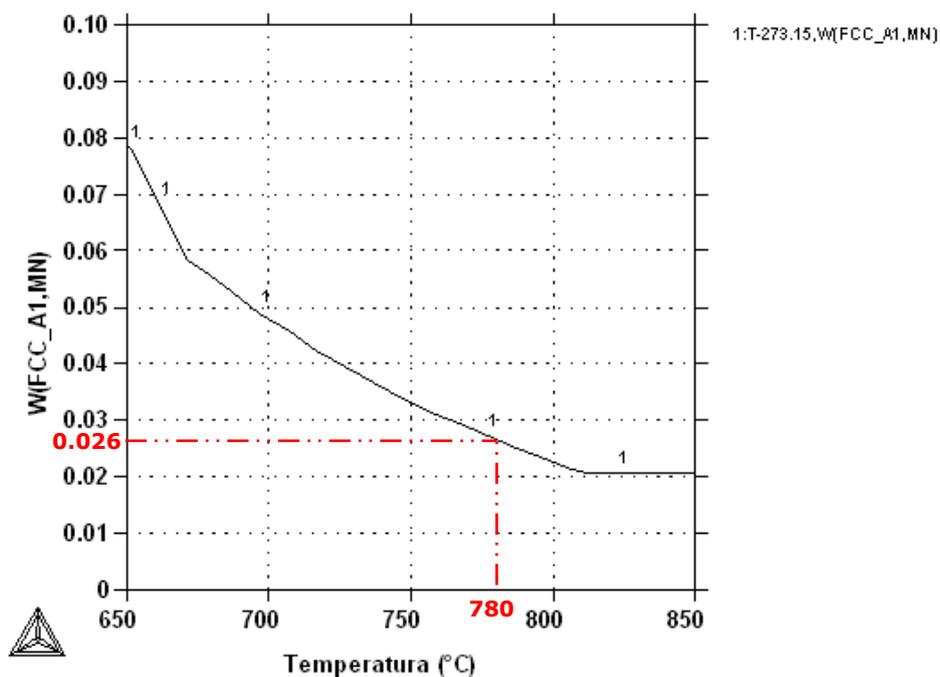
Figura 5.2 – Diagrama de fase calculado com o uso do programa *Thermo-Calc* referente ao aço em estudo, destacando o campo de estabilidade da cementita.

Segundo previsões do programa *Thermo-Calc*, mostradas nas figuras 5.1 e 5.2, as temperaturas alotrópicas  $Ac_1$  e  $Ac_3$  são, respectivamente,  $651^\circ\text{C}$  e  $813^\circ\text{C}$ . O campo de estabilidade da cementita, por sua vez, situa-se entre  $509^\circ\text{C}$  e  $672^\circ\text{C}$ .

Foram realizados ainda alguns cálculos relativos à concentração de manganês no equilíbrio termodinâmico para as fases de maior interesse, que são a austenita, a ferrita e a cementita. Os resultados obtidos estão mostrados nas figuras 5.3 e 5.4. Na figura 5.3 destacou-se a concentração de manganês na ferrita e na austenita a  $780^\circ\text{C}$ . A razão é que no presente estudo foram feitas medições da concentração deste elemento no final do encharque a  $780^\circ\text{C}$ , cujos resultados estão discutidos na seção 5.4.1. Sendo assim, as marcações na figura 5.3 servem de referência comparativa para os resultados experimentais.

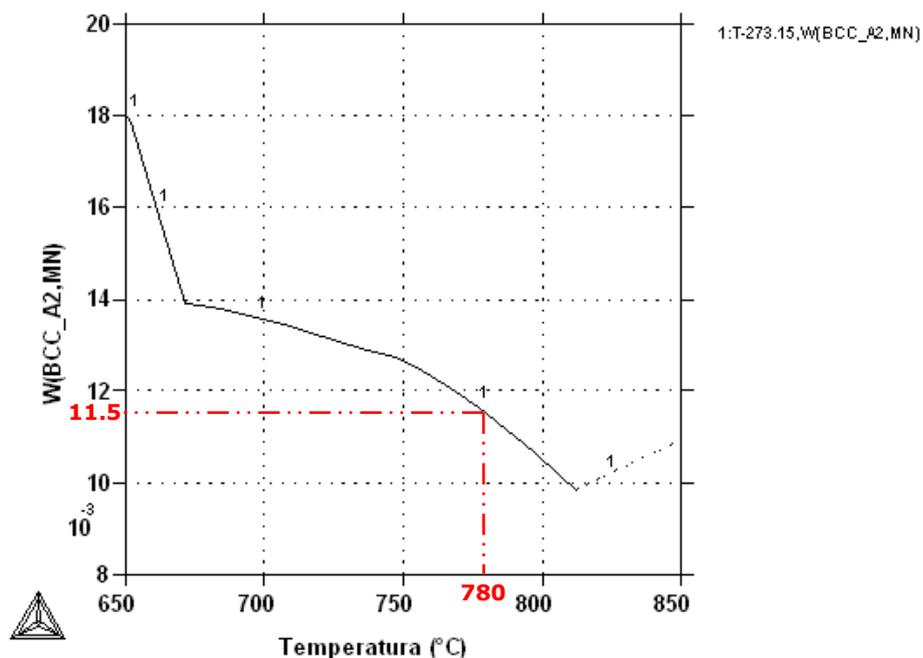
Quando se comparam as figuras 5.3 e 5.4, verifica-se que, segundo o *Thermo-Calc*, o manganês está migrando da ferrita para a austenita com o aumento da temperatura de encharque, conforme mostra a figura 5.4(b). No entanto, como isto ocorre de modo simultâneo com a transformação de fase  $\alpha/\gamma$ , a concentração média de equilíbrio de manganês na austenita diminui, como está mostrado na figura 5.3(a).

$P=1.01325E5$ ,  $N=1$ ,  $W(C)=9.2E-4$ ,  $W(MN)=2.06E-2$ ,  $W(SI)=1.8E-4$ ,  $W(P)=1.3E-4$ ,  
 $W(S)=5.3E-5$ ,  $W(AL)=3.1E-4$ ,  $W(N)=4.3E-5$ ;



(a)

$P=1.01325E5$ ,  $N=1$ ,  $W(C)=9.2E-4$ ,  $W(MN)=2.06E-2$ ,  $W(SI)=1.8E-4$ ,  $W(P)=1.3E-4$ ,  
 $W(S)=5.3E-5$ ,  $W(AL)=3.1E-4$ ,  $W(N)=4.3E-5$ ;



(b)

Figura 5.3 – Concentração de Mn na austenita (a) e na ferrita (b) em função da temperatura, calculada com o uso do programa *Thermo-Calc*, referente ao aço em estudo.

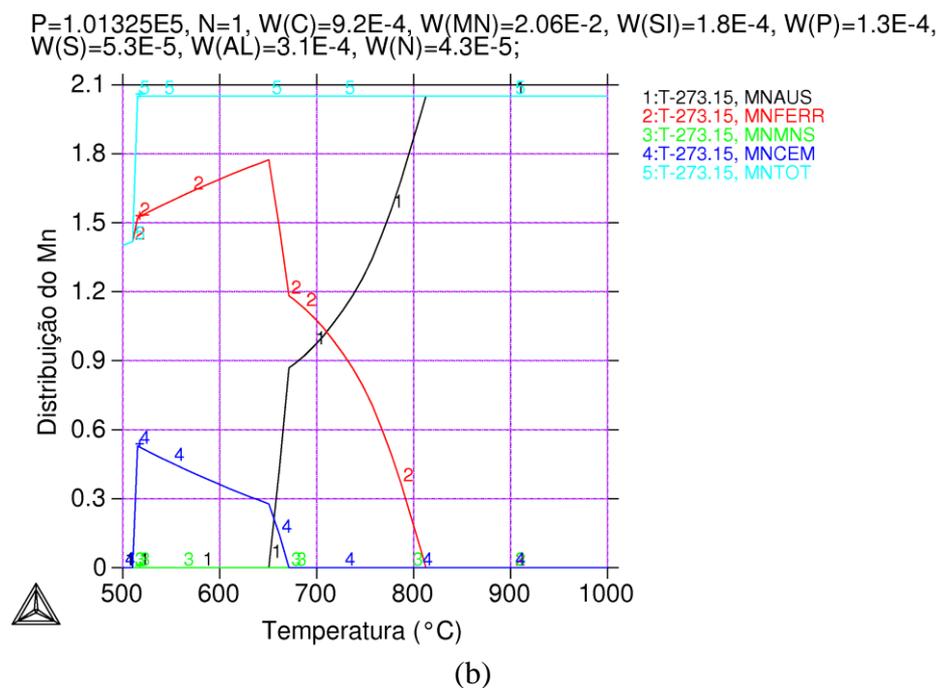
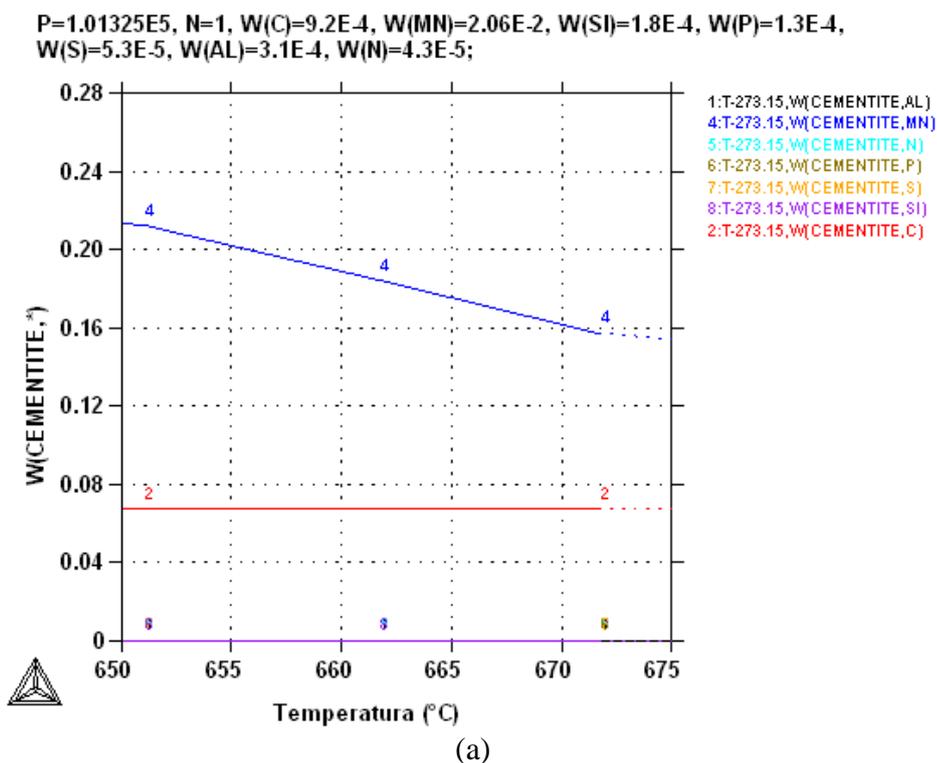


Figura 5.4 – Concentração de Mn na cementita em função da temperatura (a). Balanço de massa do Mn considerando as fases de interesse (b). Resultados obtidos com o uso do programa *Thermo-Calc*.

## 5. 2. O Material Como Laminado a Frio

O aço investigado neste estudo foi processado em escala industrial, na qual foi submetido a 70% de deformação por laminação a frio. O aspecto típico de sua microestrutura na região próxima a  $\frac{1}{4}$  da espessura está ilustrado nas figuras 5.5 e 5.6. A fração média de ferrita no material nesta etapa do processo, com base em medições feitas por análise de imagens, foi de 67,5%.

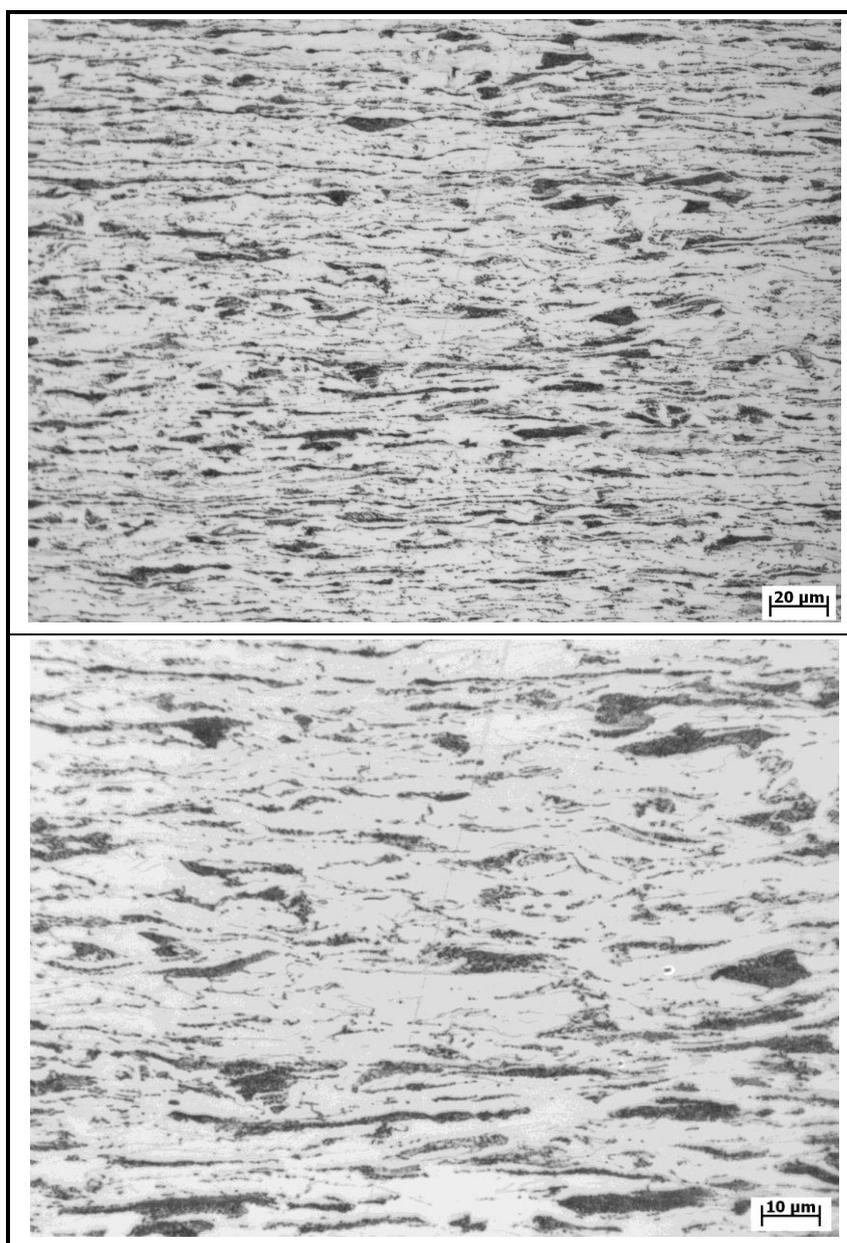


Figura 5.5 – Aspecto da microestrutura na condição de como laminado a frio, conforme observado via microscopia óptica. Nital a 4%.

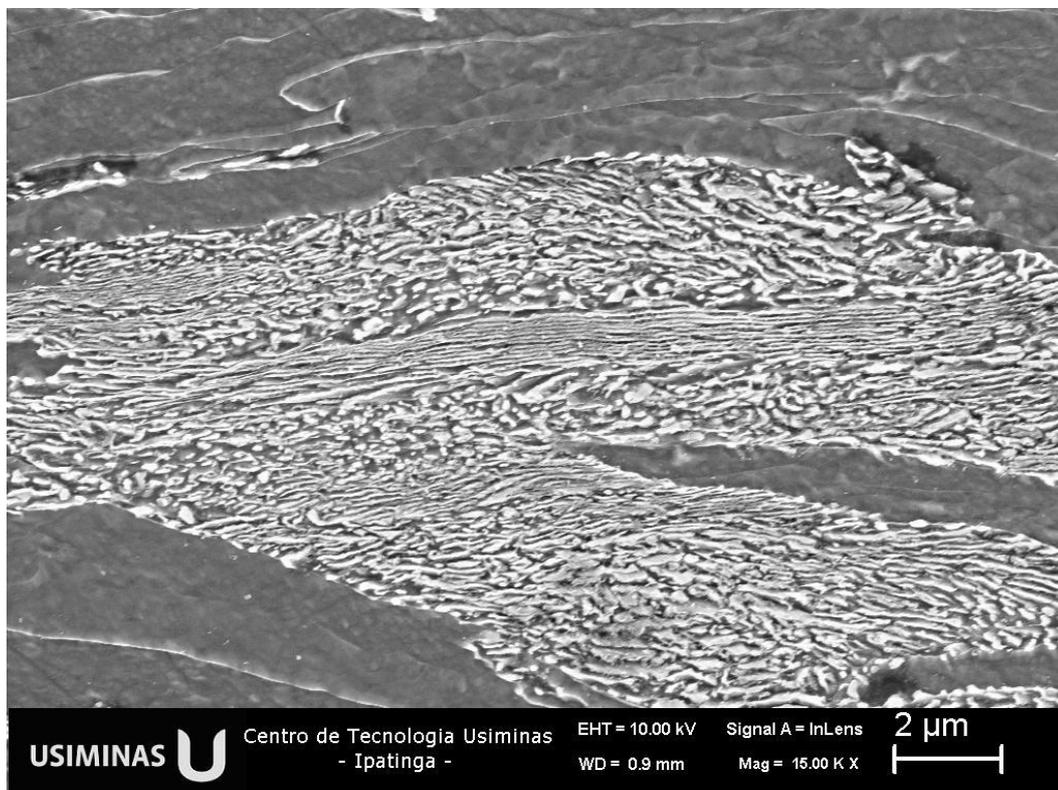
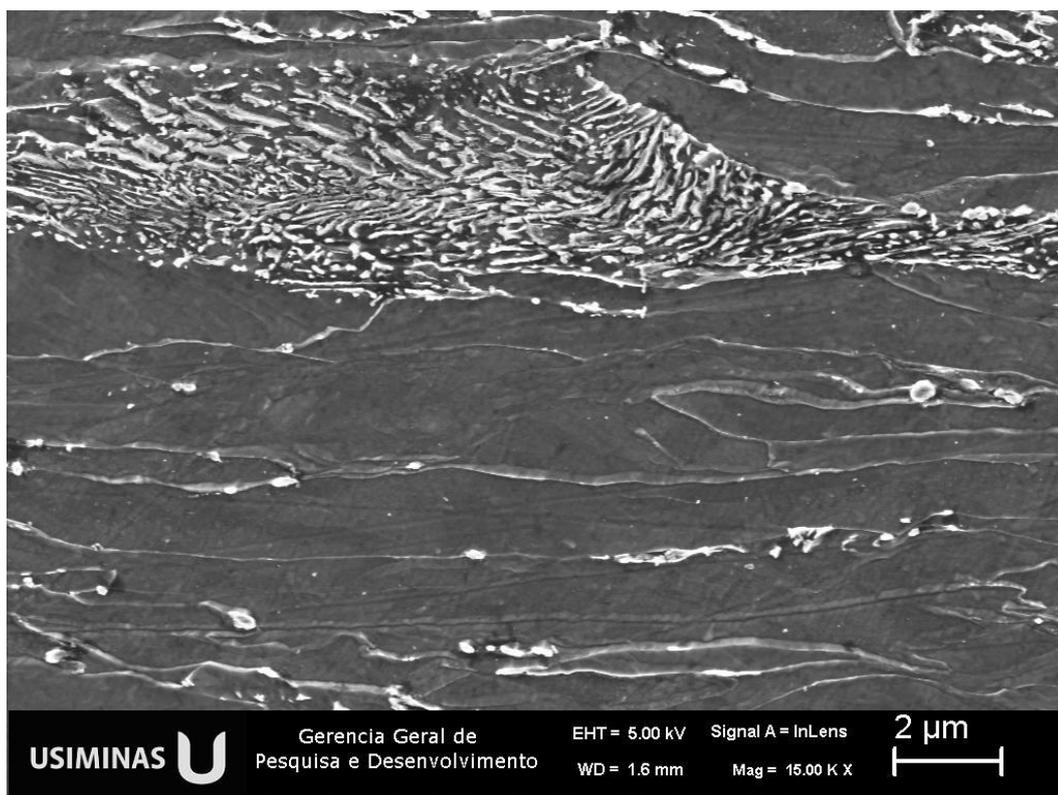


Figura 5.6 – Aspecto da microestrutura na condição de como laminado a frio, conforme observado por microscopia eletrônica de varredura. Nital a 4%.

### **5.3. Recristalização da Ferrita**

A recristalização é um processo termicamente ativado, no qual novos grãos, isentos de deformação, são formados por nucleação e crescimento, a partir da microestrutura encruada existente.

Conforme foi comentado na seção 4.4.1, os ensaios realizados nesta etapa foram conduzidos buscando alcançar os seguintes objetivos: (1) ajustar matematicamente a cinética do processo de recristalização ao modelo de Avrami a fim de levantar o valor de sua energia de ativação. Para tanto, foram realizados ensaios isotérmicos, nas temperaturas de 600, 650, 680 e 710°C, com as amostras sendo aquecidas a uma taxa de 75°C/s até a respectiva temperatura de patamar; (2) investigar a recristalização da ferrita em regime de aquecimento contínuo, segundo uma taxa de aquecimento tipicamente empregada em linhas de processamento industrial. Neste estudo foi aplicada uma taxa de cerca de 4,0°C/s.

#### **5.3.1. Ensaios isotérmicos**

A fim de exemplificar a evolução do processo de recristalização da ferrita, a figura 5.7 ilustra a evolução da recristalização do material em ensaios isotérmicos a 650°C, conforme observado por microscopia óptica. Em 5.7(b) as setas indicam o surgimento dos primeiros núcleos de recristalização. Este mesmo campo visual está mostrado na figura 5.8, onde é possível melhor visualização dos núcleos, marcados pela área circulada e por setas.

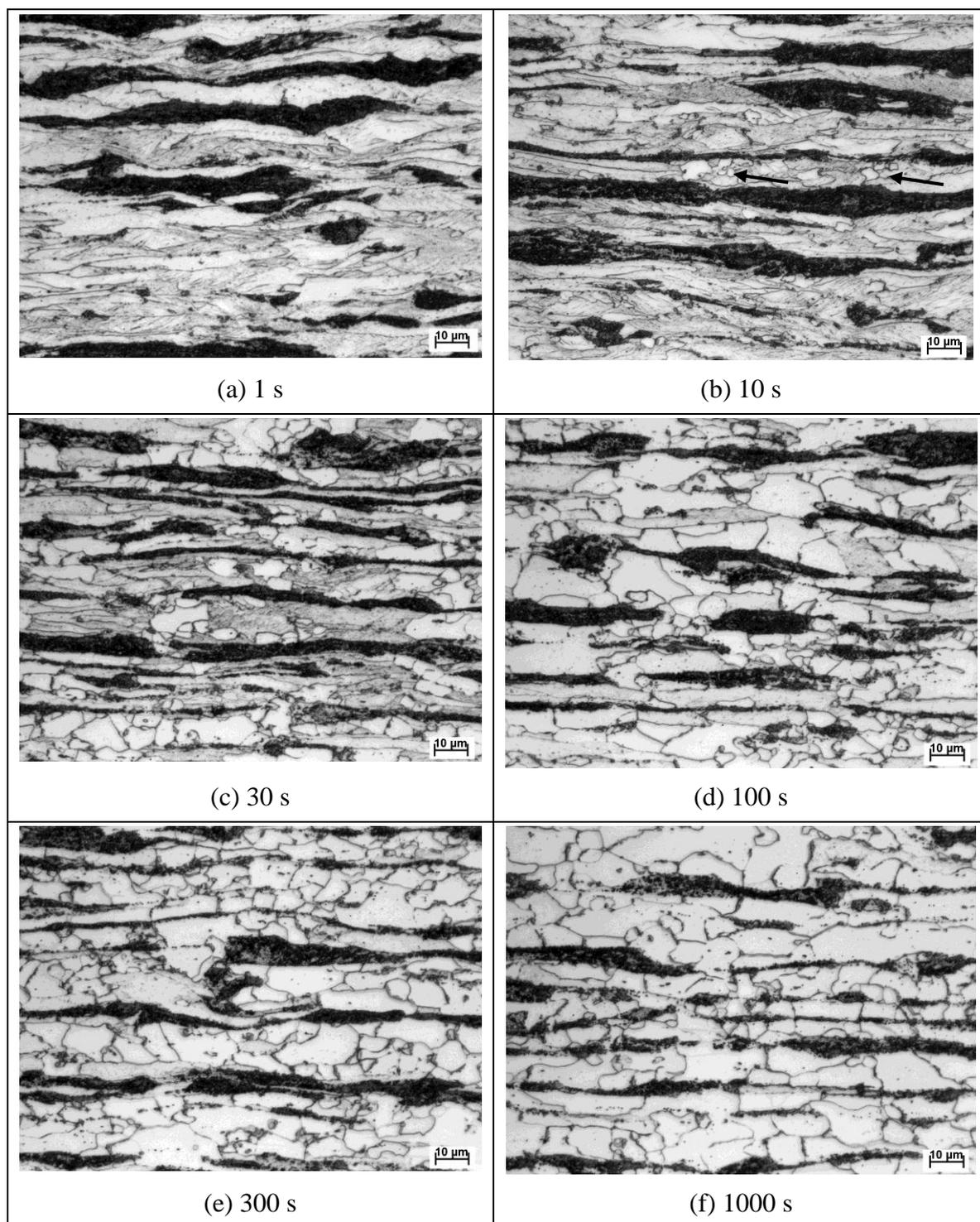


Figura 5.7 - Evolução da microestrutura com o tempo durante ensaios isotérmicos a 650°C, conforme observado via microscopia óptica. Nital a 4%. As setas em (b) indicam alguns grãos de ferrita recristalizados.

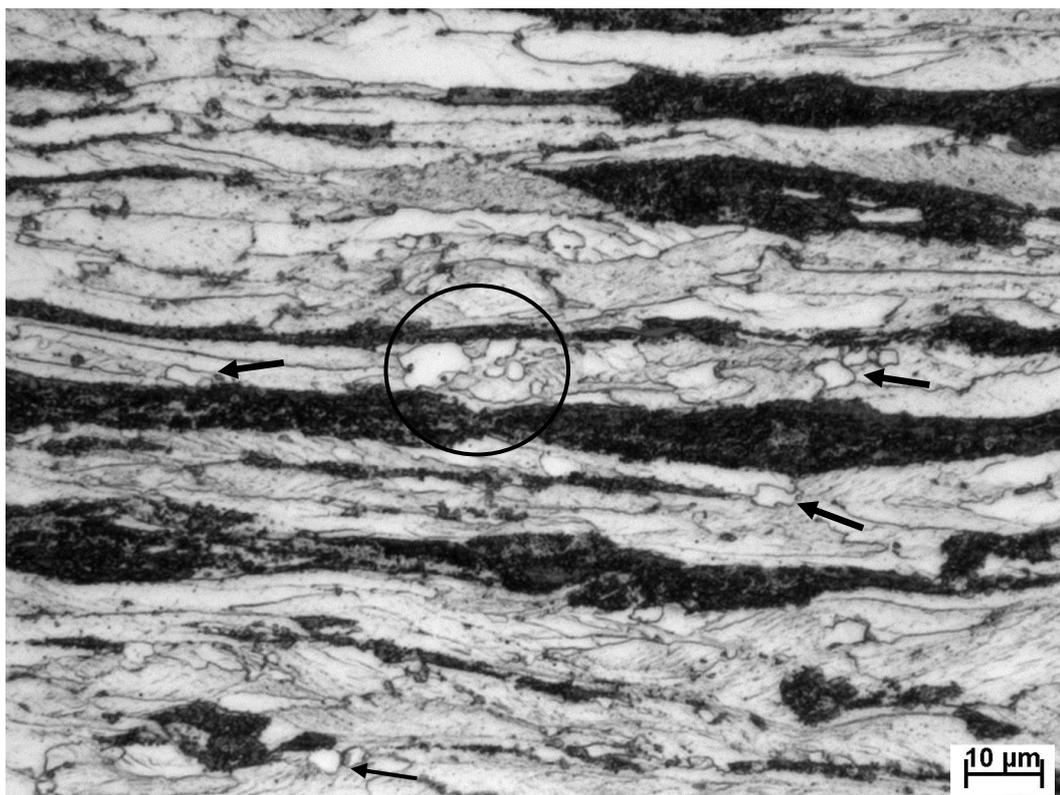


Figura 5.8 – Aspecto da microestrutura após 10s a 650°C, conforme observado via microscopia óptica. A região circulada indica uma área já de intensa recrystalização. As setas indicam alguns grãos recrystalizados ao longo da amostra. Ataque com nital a 4%.

Os valores da fração de ferrita recrystalizada com o tempo nos ensaios isotérmicos foram medidos por metalografia quantitativa. Os resultados obtidos estão mostrados na tabela V.1.

Tabela V.1 – Fração média de ferrita recristalizada nos ensaios isotérmicos, o desvio padrão das medidas (s) e o erro para um intervalo de confiança de 95% segundo a distribuição  $t$  de Student para 20 medições ( $t_{20;0,025}$ ).

Ferrita Recristalizada		Tempo (s)							
		1	10	30	100	300	1000	3000	10000
600°C	$\bar{x}$	0,00	0,00	0,00	0,07	0,14	0,50	0,92	1,00
	s	---	---	---	0,01	0,06	0,08	0,10	---
	erro	---	---	---	0,01	0,03	0,04	0,05	---
650°C	$\bar{x}$	0,00	0,03	0,15	0,55	0,82	0,99	1,00	
	s	---	0,02	0,07	0,10	0,09	0,03	---	
	erro	---	0,01	0,03	0,05	0,04	0,02	---	
680°C	$\bar{x}$	0,00	0,20	0,50	0,86	0,99	1,00		
	s	---	0,07	0,10	0,31	0,02	---		
	erro	---	0,03	0,05	0,15	0,01	---		
710°C	$\bar{x}$	0,04	0,40	0,68	0,98	1,00			
	s	0,03	0,10	0,14	0,03	---			
	erro	0,01	0,05	0,06	0,01	---			

A cinética de recristalização, que combina processos de nucleação e crescimento, é bem descrita pela equação empírica JMAK (JOHNSON, *et al.*, 1939), (AVRAMI, 1939), (KOLMOGOROV, 1937):

$$X = 1 - \exp(-bt^k) \quad (5.1)$$

Onde  $X$  é a fração de ferrita recristalizada,  $k$  e  $b$  são parâmetros de ajuste da equação, e  $t$  é o tempo. O expoente  $k$  é praticamente independente da temperatura, enquanto  $b$ , é o termo que representa a dependência térmica do processo:

$$b = b_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (5.2)$$

Onde o termo  $b_0$  é uma constante,  $Q$  é a energia de ativação associada ao processo de recristalização,  $R$  é a constante universal dos gases e  $T$ , a temperatura absoluta. Efetuando a dupla linearização da equação (5.1), fica da seguinte forma:

$$\ln[-\ln(1-X)] = \ln b + k \ln t \quad (5.3)$$

Aplicando a equação (5.3) ao conjunto de dados mostrado na tabela V.1, podem ser obtidos os valores de  $b$  e  $k$  para cada temperatura. Estes resultados estão mostrados na figura 5.9 e na tabela V.2.

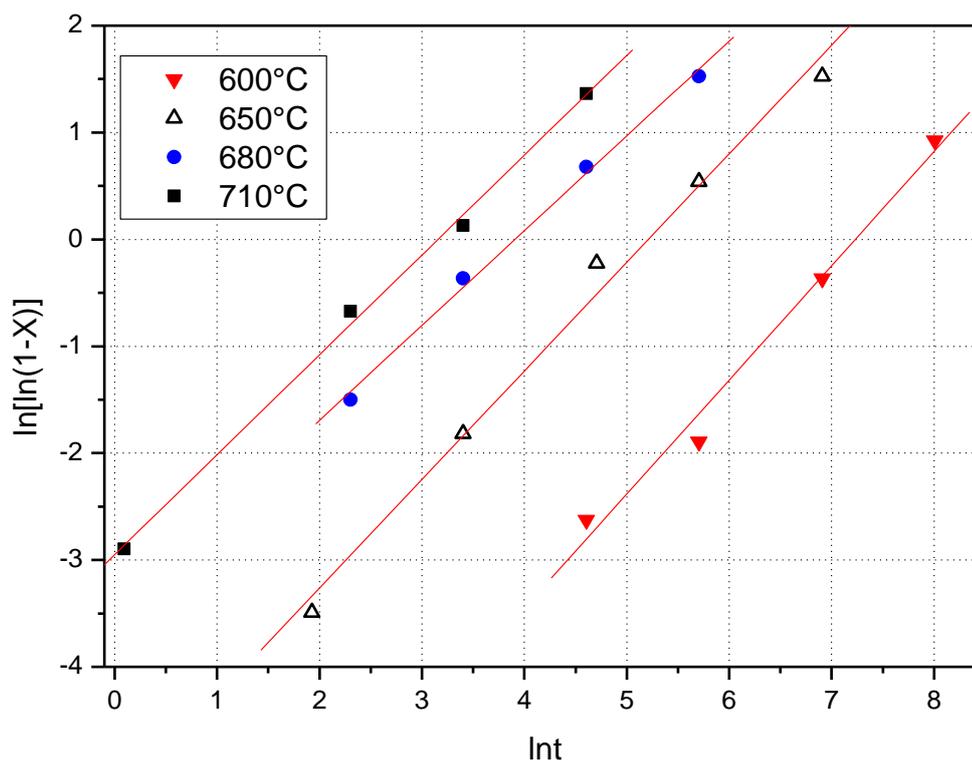


Figura 5.9 – Representação do esquema da aplicação da dupla linearização ao conjunto dos dados experimentais.

Tabela V.2 – Valores de  $b$  e de  $k$  e o coeficiente de correlação ( $R^2$ ) para as quatro temperaturas empregadas.

Temperatura (°C)	$b$	$k$	$R^2$
600	$4,410 \times 10^{-4}$	1,069	0,985
650	$3,607 \times 10^{-3}$	1,076	0,974
680	$3,118 \times 10^{-2}$	0,887	0,996
710	$4,395 \times 10^{-2}$	0,982	0,994

Dependendo do modelo cinético considerado, o expoente  $k$  pode variar entre 0,5 e 4 (HUMPHREYS *et al.*, 2004). Em trabalhos relativamente recentes, sobre a recristalização da ferrita em aços *dual phase* (HUANG *et al.*, 2004; MILITZER, 2006), os autores assumiram o valor  $k$  igual a 1. Guo e colaboradores (GUO *et al.* 2004),

investigando a cinética de formação da austenita em um aço *maraging*, determinaram em 0,97 o valor do expoente da equação JAMK. Neste estudo os valores obtidos ficaram todos próximos de 1. Considerou-se, então, o valor médio do conjunto de dados das quatro temperaturas empregadas como o melhor ajuste para o parâmetro  $k$ , sendo 1,003 o valor encontrado.

Para determinar a energia de ativação,  $Q$ , foi feita a linearização da equação (5.2), obtendo:

$$\ln b = \ln b_0 - \frac{Q}{RT} \quad (5.4)$$

Nesse esquema, o valor de  $Q$  foi estimado a partir da inclinação do gráfico de  $\ln b$  versus  $1/T$ , enquanto  $\ln b_0$  é o intercepto com o eixo das ordenadas. A correlação encontrada ( $R^2$ ) foi de 0,985. A representação gráfica está mostrada na figura 5.10.

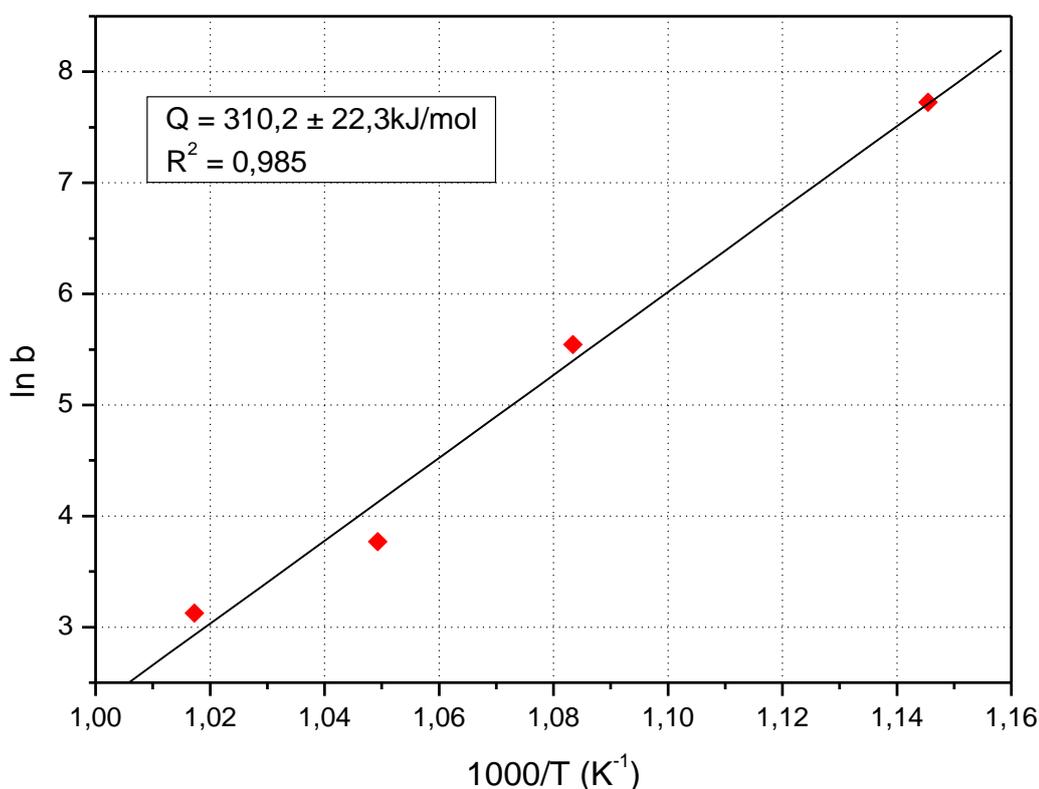


Figura 5.10 – Representação do esquema de linearização da curva de variação dos valores de  $b$  com o inverso da temperatura para determinar a energia de ativação para a recristalização da ferrita.

O produto da inclinação da reta de ajuste linear da figura 5.9 pela constante  $R$  forneceu o valor de 310,2kJ/mol para a energia de ativação para o processo de recristalização da ferrita, com um erro associado de 7,2%. O valor do parâmetro  $b_0$  foi estimado em  $1,65 \times 10^{15} \text{s}^{-1}$ .

O valor médio de 310,2kJ/mol para  $Q_{rex}$ , encontrado neste estudo, pode ser considerado compatível ao reportado na literatura por outros autores, onde são encontrados valores tipicamente na faixa de 200 a 400kJ/mol (MILITZER, 2007). Yang e colaboradores (YANG *et al.*, 1985), por exemplo, encontraram o valor de 226kJ/mol para a recristalização de um aço 0,08%C-1,45%Mn-0,21%Si, submetido a 50% de redução a frio. Huang e co-autores (HUANG *et al.*, 2004), por sua vez, reportaram o valor de 350kJ/mol, associado ao mesmo processo, para um aço *dual phase* com 0,06%C-1,86%Mn-0,16%Mo, também deformado a frio em 50%. Mukunthan (MUKUNTHAN *et al.*, 1996), por outro lado, encontrou o valor de cerca de 500kJ/mol para  $Q_{rex}$ , trabalhando, porém, com um aço IF ao Ti-Nb.

O valor médio da energia de ativação para o processo de recristalização da ferrita encontrado no presente estudo, 310,2kJ/mol, mesmo estando dentro da faixa registrada na literatura por outros autores, conforme mencionado acima, pode ser considerado elevado se comparado ao valor de 251kJ/mol, para processos envolvendo auto-difusão em estruturas ferríticas (ORIANI *et al.*, 1964). Isto pode ser atribuído ao efeito associado à adição de manganês que no presente estudo é de 2,06%.

A figura 5.11 mostra os resultados da fração recristalizada medida por metalografia quantitativa em comparação à curva ajustada a partir da equação JMAK, para as temperaturas de 600, 650, 680 e 710°C. A curva teórica foi calculada fazendo o caminho inverso. Ou seja, de posse dos valores de  $Q$  e  $b_0$ , foram calculados os valores de  $b$ , para cada temperatura, mediante o emprego da equação (5.2). Em seguida os valores de  $b$  foram, finalmente, aplicados na equação (5.1), o que permitiu obter as curvas teóricas de fração recristalizada para cada temperatura. O valor de  $k$  empregado nestes cálculos foi o de 1,003. Conforme já foi mencionado, este valor representa a média dos quatro valores de  $k$  mostrados na tabela V.2.

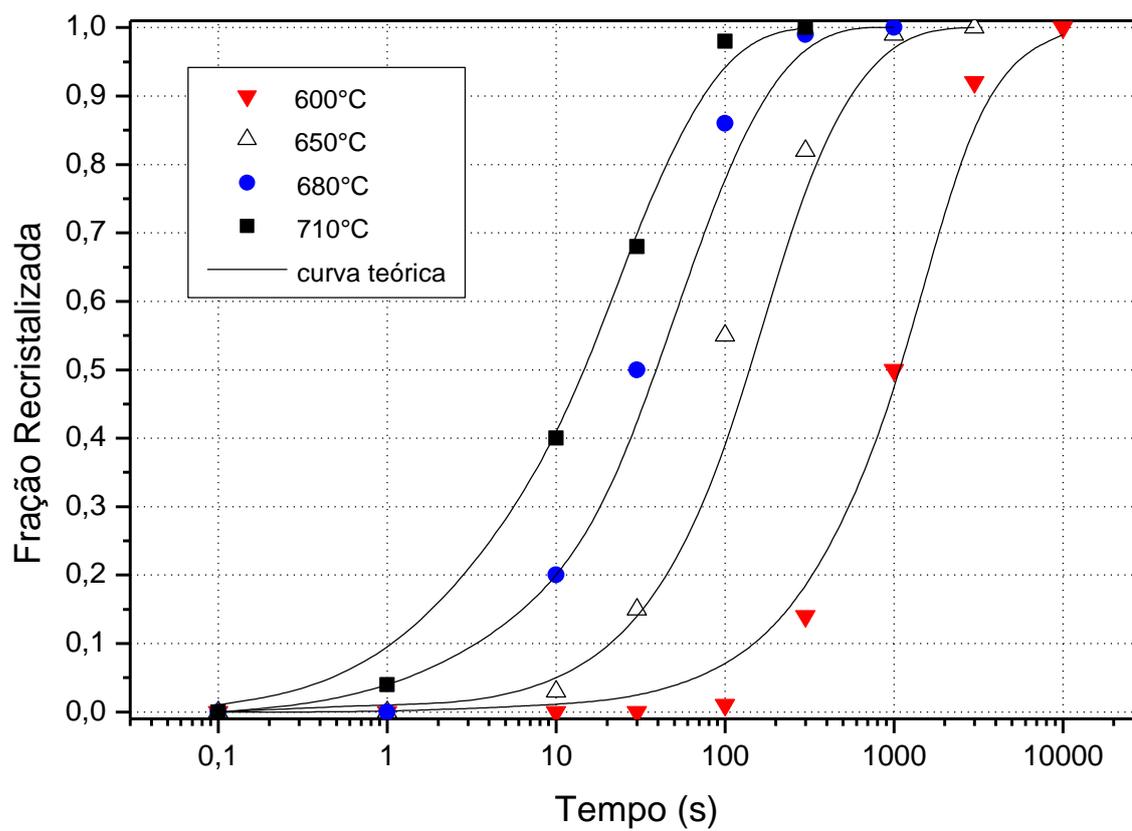


Figura 5.11 - Evolução da recristalização da ferrita em ensaios isotérmicos nas temperaturas: 600°C (▼); 650°C (△); 680°C (●); 710°C (■).

### 5.3.2. Ensaio por aquecimento contínuo

O amaciamento da ferrita também foi monitorado durante o aquecimento contínuo, com taxa de aquecimento de  $3,8^{\circ}\text{C/s}$ , desde a temperatura ambiente. Foram realizados ensaios de dureza Vickers com carga de 5kgf em amostras cuja microestrutura foi congelada ao longo da rampa de aquecimento. É importante mencionar que, com carga de 5kgf, a dureza média é afetada também pela perlita, a qual se encontra em dissolução na faixa de temperatura em que ocorre a recristalização da ferrita. Os resultados obtidos nestes ensaios estão mostrados na figura 5.12. Foram realizados também ensaios de dureza Vickers na ferrita, com carga de 10gf, nestas mesmas amostras. Os resultados obtidos estão mostrados na tabela V.3 e na figura 5.13.

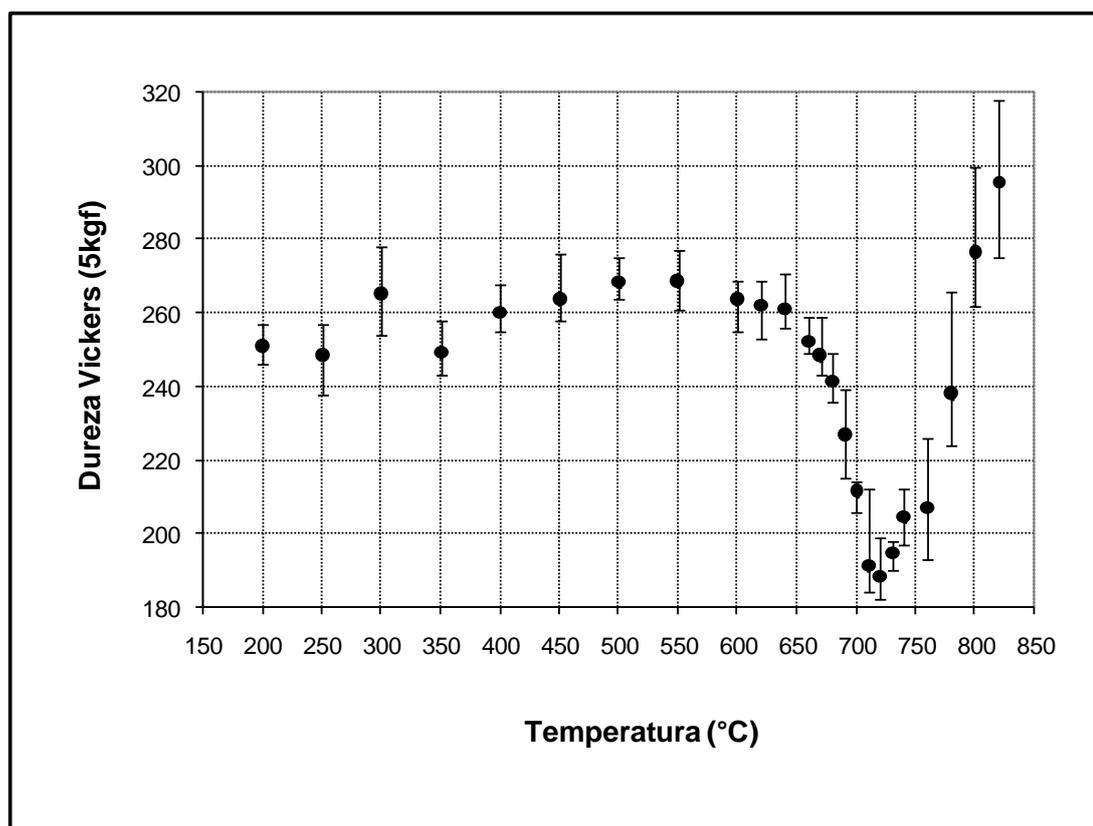


Figura 5.12 – Variação da dureza média do material (dureza Vickers com carga de 5,0kgf) em função da temperatura, durante o aquecimento contínuo do material. Média de 10 impressões.

De acordo com a figura 5.12, a detecção do início do processo de amaciamento, via dureza média do material, se deu a partir da temperatura de  $660^{\circ}\text{C}$ . Em seguida, a dureza decresce rapidamente atingindo um valor mínimo a  $720^{\circ}\text{C}$ . Desta temperatura

em diante, a dureza volta crescer, em resposta à formação de austenita, que, por sua vez, dá origem à martensita e ou bainita durante o congelamento da microestrutura.

Os resultados da medição da dureza da ferrita com carga de 10gf, mostrados na tabela V.3 e na figura 5.13 também indicam que a recristalização da ferrita ocorreu a partir de 660°C.

Tabela V.3 – Valores médio, máximo e mínimo de dureza Vickers da ferrita durante o aquecimento do material, com base em 20 impressões com carga de 10gf. Desvio padrão e erro com intervalo de confiança de 95%.

Condição da amostra	Valores de dureza Vickers (10gf)				
	HV <sub>MÉDIO</sub>	HV <sub>MAX</sub>	HV <sub>MIN</sub>	s	erro
laminado a frio	250,04	272,62	213,98	15,10	7,07
200°C	249,27	264,67	227,77	9,67	4,53
250°C	254,15	278,09	238,38	11,16	5,22
300°C	241,04	262,13	208,44	13,33	6,24
350°C	250,69	267,29	236,21	9,46	4,43
400°C	237,64	275,32	204,00	16,71	7,82
450°C	248,40	272,61	225,69	10,62	4,97
500°C	262,62	304,95	234,09	18,08	8,46
550°C	263,27	286,63	238,43	12,18	5,70
600°C	267,70	289,55	254,63	7,62	3,57
620°C	276,06	295,57	259,56	10,97	5,13
640°C	278,70	311,57	257,12	11,62	5,44
660°C	274,13	286,62	252,26	10,71	5,01
670°C	263,36	289,55	236,24	11,42	5,34
680°C	244,88	264,89	213,96	15,45	7,23
690°C	235,03	267,29	196,36	24,08	11,27
700°C	196,22	242,88	165,81	23,34	10,93
710°C	190,70	257,11	148,17	31,15	14,58
720°C	185,00	240,66	156,02	22,72	10,63
730°C	186,65	238,41	162,02	24,24	11,35
740°C	186,87	231,92	159,62	21,27	9,96
760°C	188,97	210,30	173,77	10,89	5,10

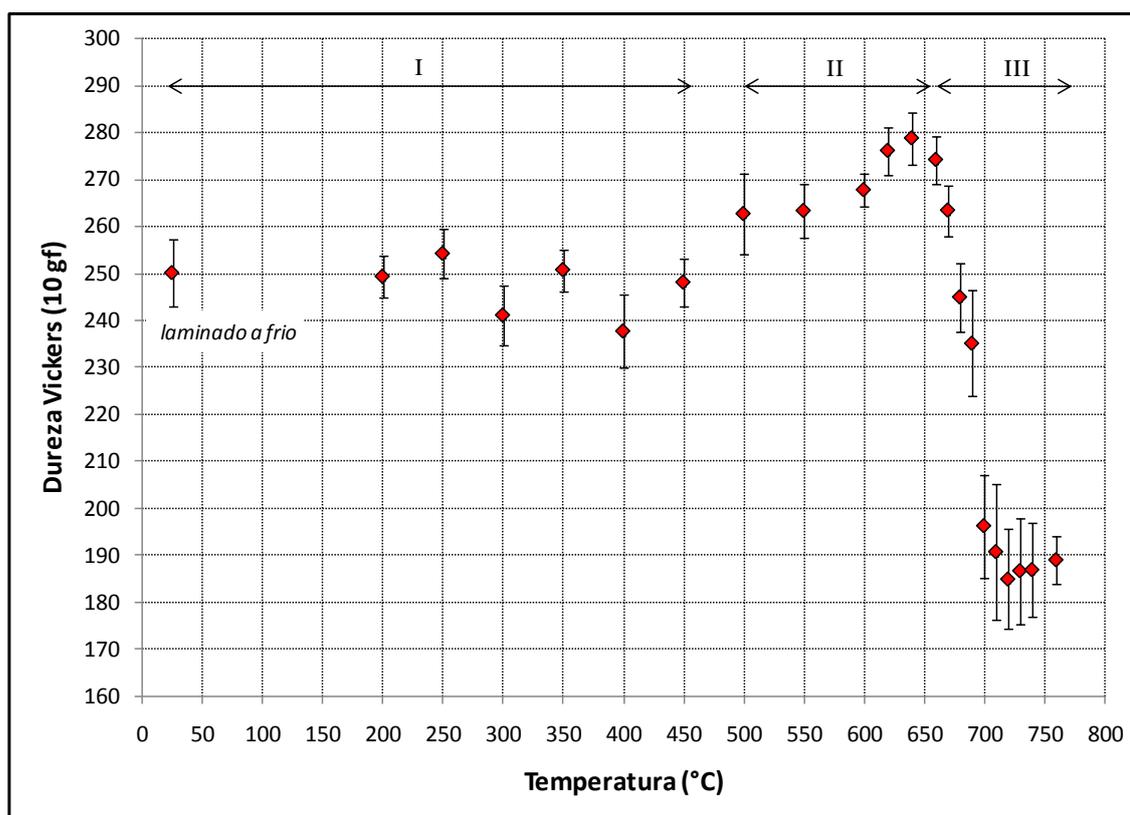


Figura 5.13 – Valores médios da dureza da ferrita, e o intervalo com 95% de confiança, em função da temperatura, com base em 20 impressões com carga de 10gf.

Conforme ilustra a figura 5.13, o emprego da carga de 10gf, que implica em uma impressão de dimensões mais reduzidas, possibilitou determinar, em linhas gerais, três estágios de amaciamento pelos quais passa a ferrita, durante o processo de aquecimento a taxa constante, desde a condição de como laminado a frio até sua recristalização. No estágio I, que se estende até por volta de 450°C, a dureza da ferrita permaneceu praticamente constante, embora, entre 300°C a 450°C, tenha ocorrido uma flutuação para valores ligeiramente inferiores, o que pode estar relacionado a um processo de recuperação. No estágio II, de 500°C a 640°C, a dureza da ferrita aumentou, numa provável resposta à dissolução da perlita e de partículas de cementita, cujo campo de estabilidade calculado via *Thermo-Calc* se situa aproximadamente entre 510°C e 670°C, conforme está mostrado na figura 5.2. Este fenômeno resultou no aumento do teor de carbono em solução sólida, que, por sua vez, teria incrementado a dureza da ferrita. Finalmente, a partir de 660°C, no estágio III, os valores de dureza caem significativamente como consequência da recristalização da ferrita. A mínima dureza

média foi registrada a 720°C. A partir desta temperatura, o surgimento da segunda fase que se forma, dentre outros sítios, em partículas de cementita localizada em contornos de grão ferríticos, resultou num ligeiro aumento da dureza média, apesar do processo de recristalização ainda se encontrar em curso. Outro aspecto que vale destacar é o aumento da dispersão dos resultados de dureza durante o estágio III, que é característico de estruturas parcialmente recristalizadas. A 760°C, quando a recristalização já está concluída, os resultados de dureza apresentaram, novamente, dispersão relativamente baixa.

Foram feitas, também, medições da fração de ferrita recristalizada por metalografia quantitativa, empregando o mesmo procedimento dos ensaios isotérmicos. Ou seja, contagem sobre uma malha retangular de 165 nós, em vinte campos de imagens com 5.000 x de ampliação, geradas via MEV. Estes resultados estão mostrados na figura 5.14 a seguir.

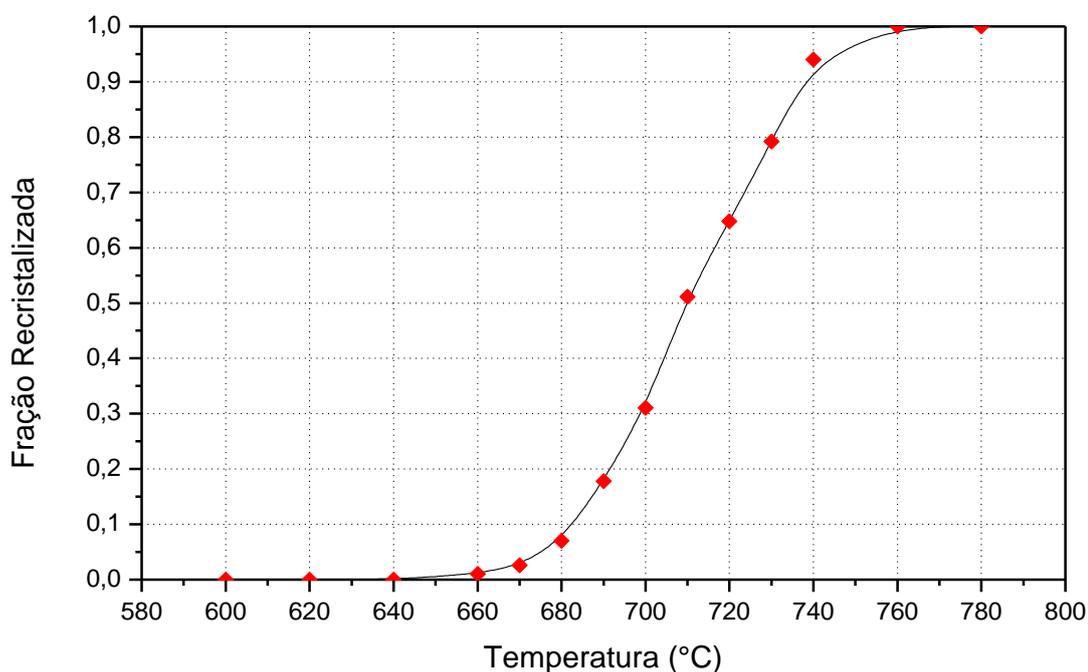


Figura 5.14 – Fração recristalizada de ferrita em função da temperatura, durante o aquecimento contínuo do material. Resultados obtidos por metalografia quantitativa.

Segundo os dados levantados via metalografia quantitativa, mostrados na figura 5.14, a recristalização da ferrita, durante o aquecimento contínuo do material, ocorreu aproximadamente entre as temperaturas de 660°C e 760°C.

O aspecto da microestrutura do material, conforme observado via microscopia óptica e via MEV, está mostrado nas figuras de 5.15 a 5.18. Nestas análises, verificou-se a presença de grãos não recristalizados a 740°C. A 760°C, conforme se mencionou acima, a recristalização pode ser considerada concluída.

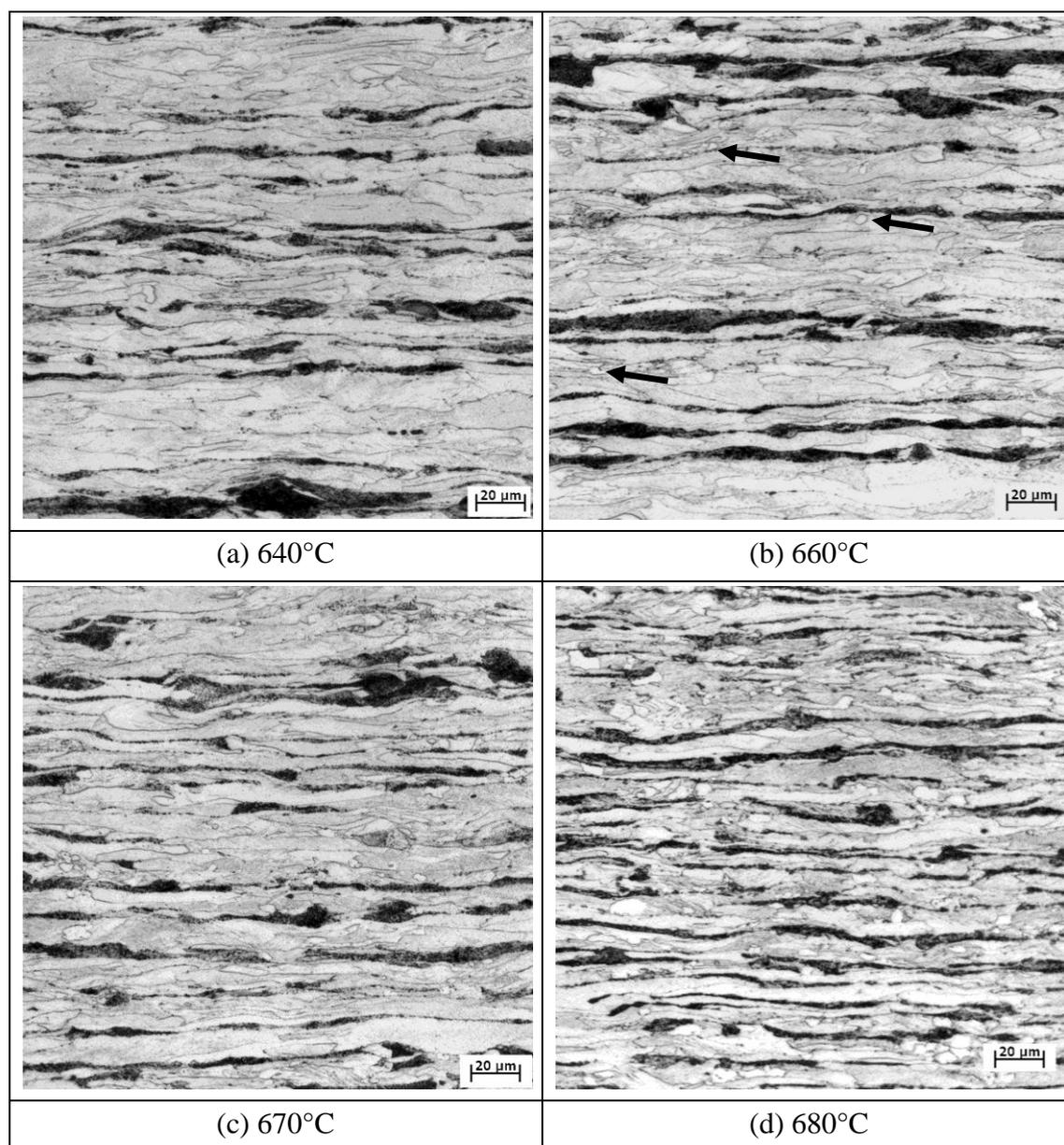


Figura 5.15 – Aspecto típico da microestrutura, conforme observado via microscopia óptica, durante o aquecimento contínuo com taxa de aquecimento de 3,8°C/s. Em (b) setas indicam alguns dos núcleos formados. Ataque com nital a 4%.

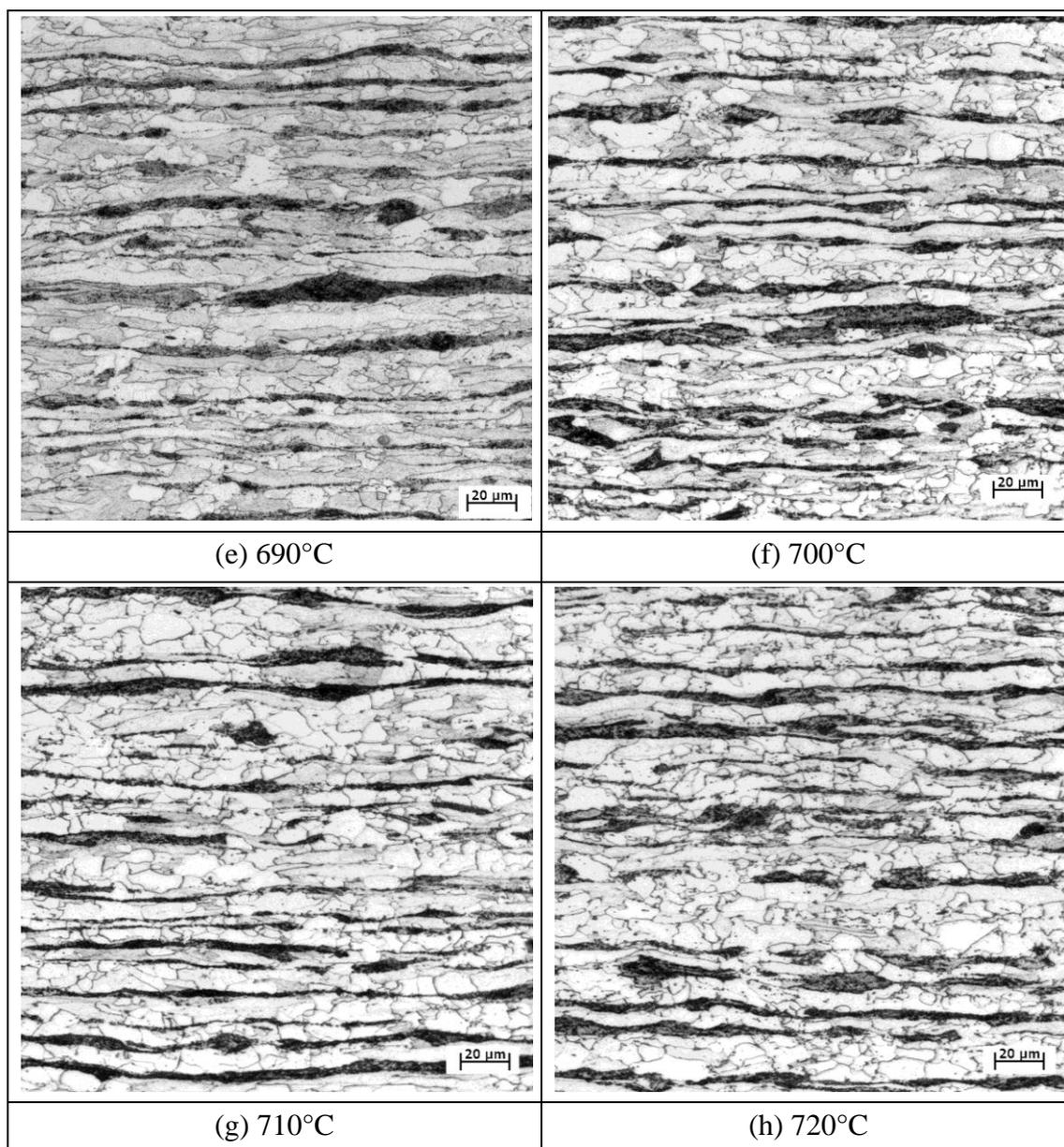


Figura 5.15 – Continuação.

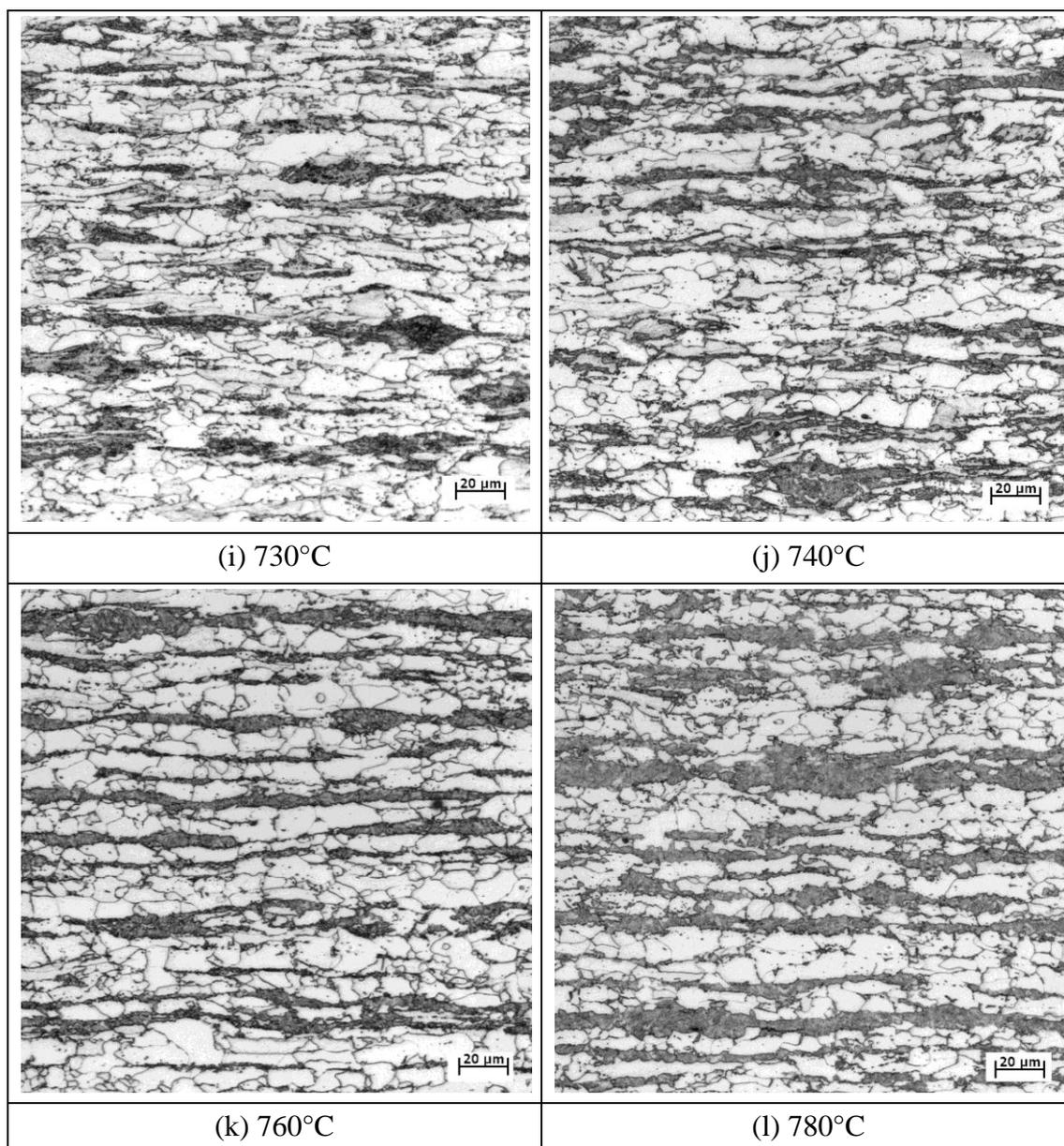


Figura 5.15 – Continuação.

Em concordância com os resultados obtidos nas medições de dureza, as análises metalográficas também confirmaram o surgimento de grãos recristalizados a partir de 660°C, como está ilustrado por meio de setas na figura 5.15(b). A análise da microestrutura da amostra nesta temperatura, por microscopia eletrônica, mostrou que a nucleação dos novos grãos ocorreu sistematicamente nas bandas de deformação da ferrita severamente deformada, conforme está mostrado na figura 5.16.

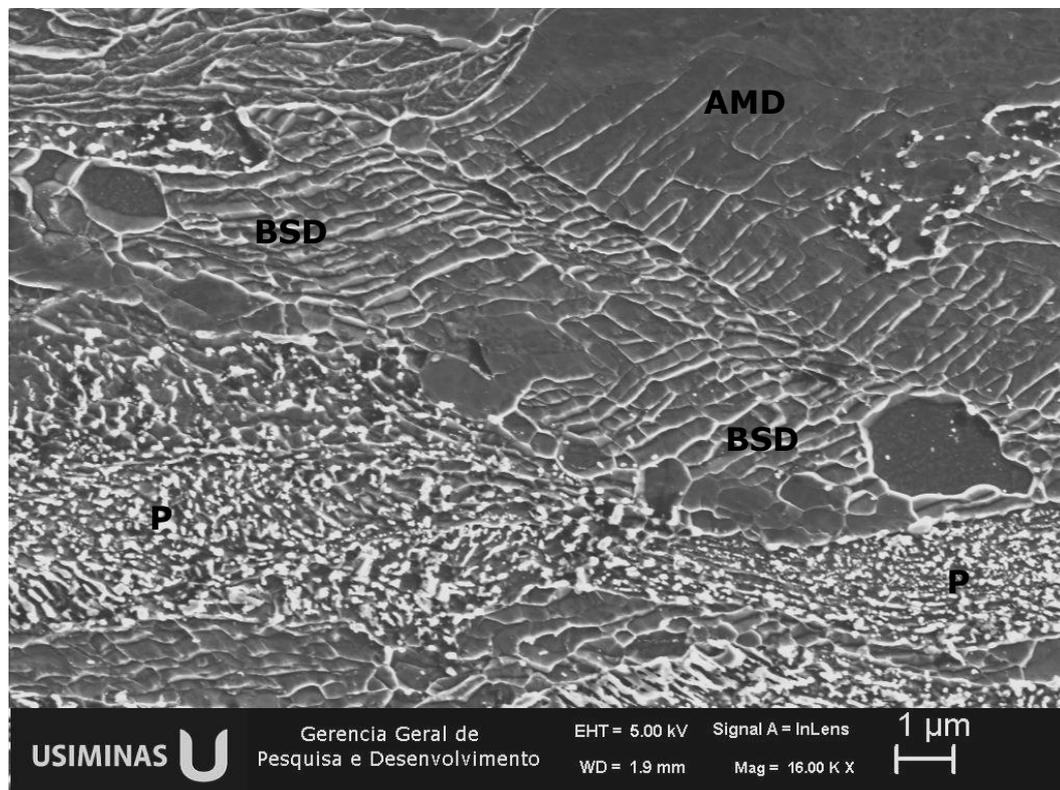
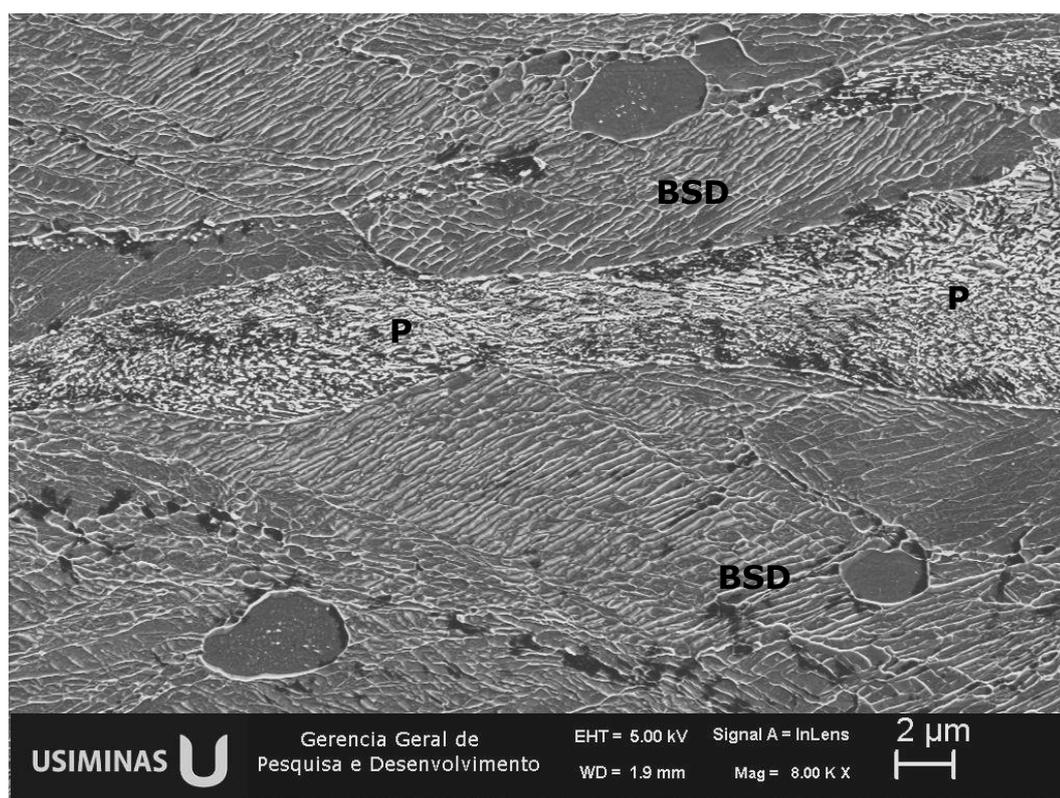


Figura 5.16 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 660°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. P – perlita; BSD – banda de ferrita severamente deformada; AMD – área moderadamente deformada.

Da mesma forma, foi verificada a presença de grãos ferríticos não recristalizados na temperatura de 740°C, como se observa nas figuras 5.15(j) e 5.17. A figura 5.17 mostra também que a perlita já se encontra em estágio final de dissolução a 740°C. Na temperatura de 760°C, por outro lado, o processo de recristalização já se encontra concluído, como está ilustrado nas figuras 5.15(k) e 5.18.

As informações levantadas no presente estudo, a respeito da recristalização da ferrita revelaram que a cinética deste processo não foi influenciada pela formação da austenita, seja nos ensaios isotérmicos ou em condição de aquecimento contínuo. Outros autores (HUANG *et al.*, 2004; MELO *et al.*, 2008; YANG *et al.*, 1985), que investigaram a recristalização da ferrita em aços *dual phase*, relataram a mesma fenomenologia geral. Ou seja, a não influência do surgimento da austenita na cinética de recristalização da ferrita. Em todos estes trabalhos, assim como no presente estudo, partiu-se de uma estrutura constituída de ferrita e perlita deformada a frio. Por outro lado, Ogawa e colaboradores (OGAWA *et al.*, 2010), ao investigarem a recristalização da ferrita em um aço *dual phase*, com 0,10%C-2,02%Mn, relataram uma forte interferência da formação da austenita, a ponto de virtualmente paralizar o processo de recristalização da ferrita. Diferentemente dos trabalhos anteriores, porém, Ogawa e co-autores realizaram seus ensaios partindo de estruturas tipicamente bainíticas, portanto muito mais refinadas, obtidas por resfriamento forçado após a laminação de acabamento a quente.

Uma possibilidade seria considerar que, no caso do presente estudo, a cinética da ferrita não teria sido afetada, pelo fato de que a fração de austenita em contornos de grão ferríticos, portanto capazes de bloquear o avanço da recristalização, é relativamente pequena, até quase o final do processo de recristalização, já que a austenita tende a crescer prioritariamente no sentido de consumir a perlita.

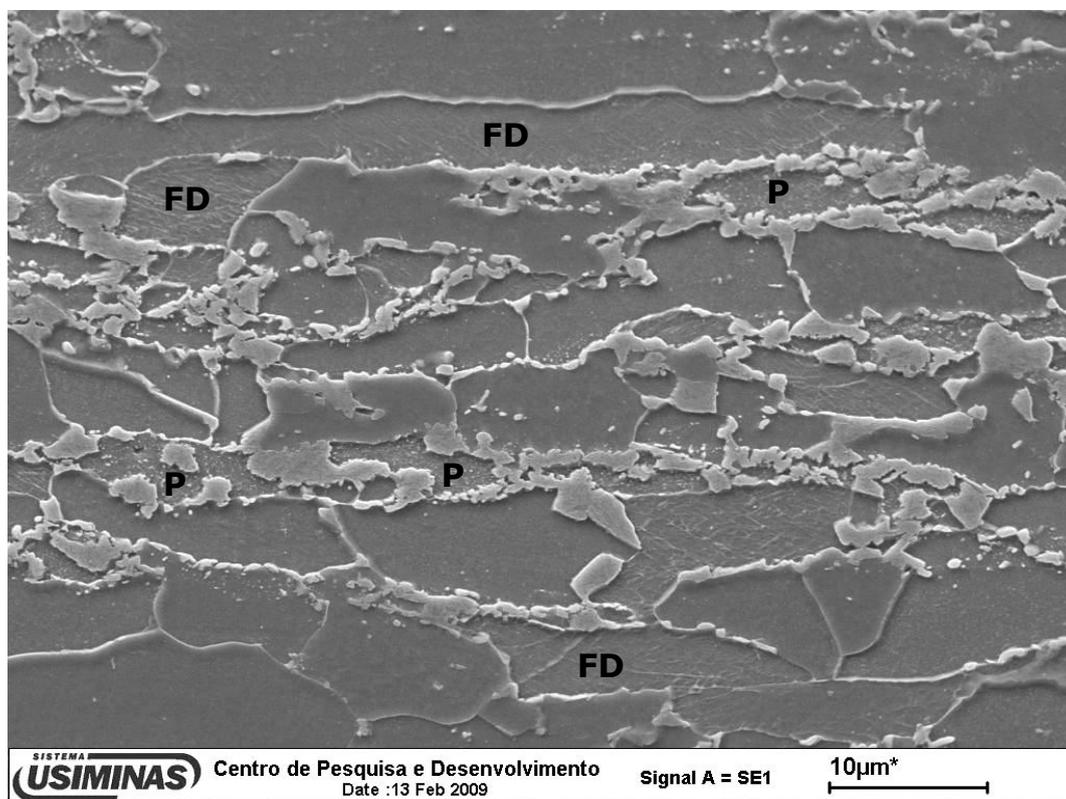
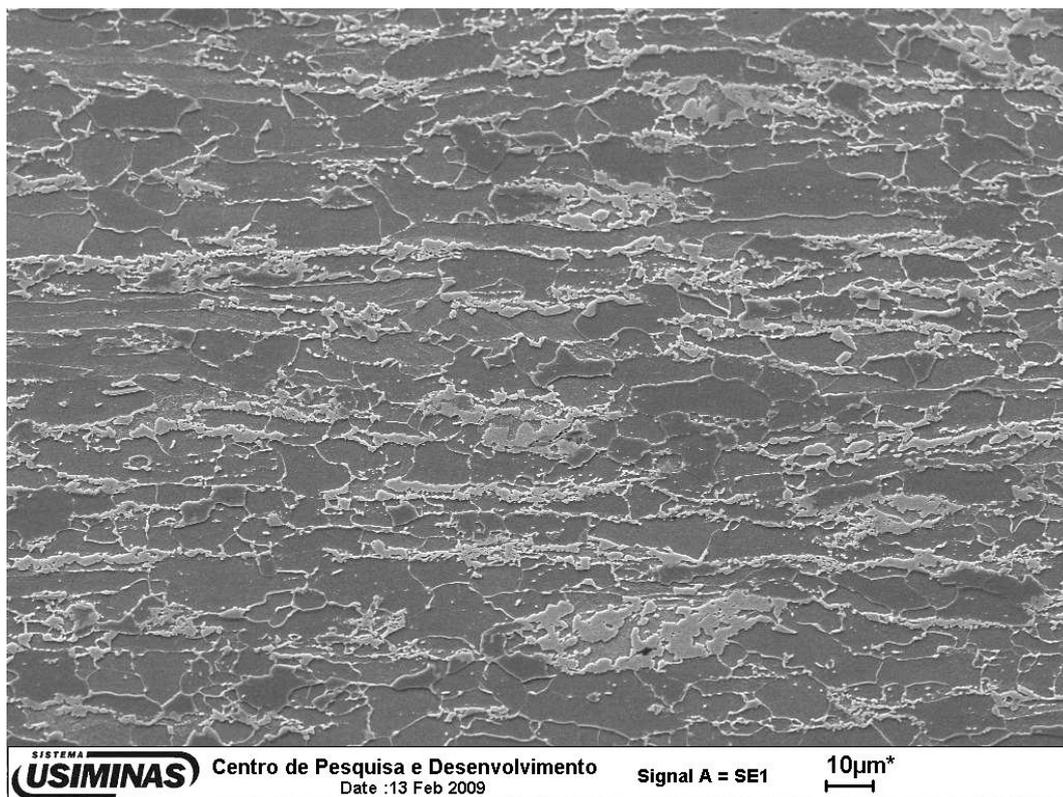


Figura 5.17 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 740°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. P – perlita em dissolução, FD – ferrita não-recristalizada.

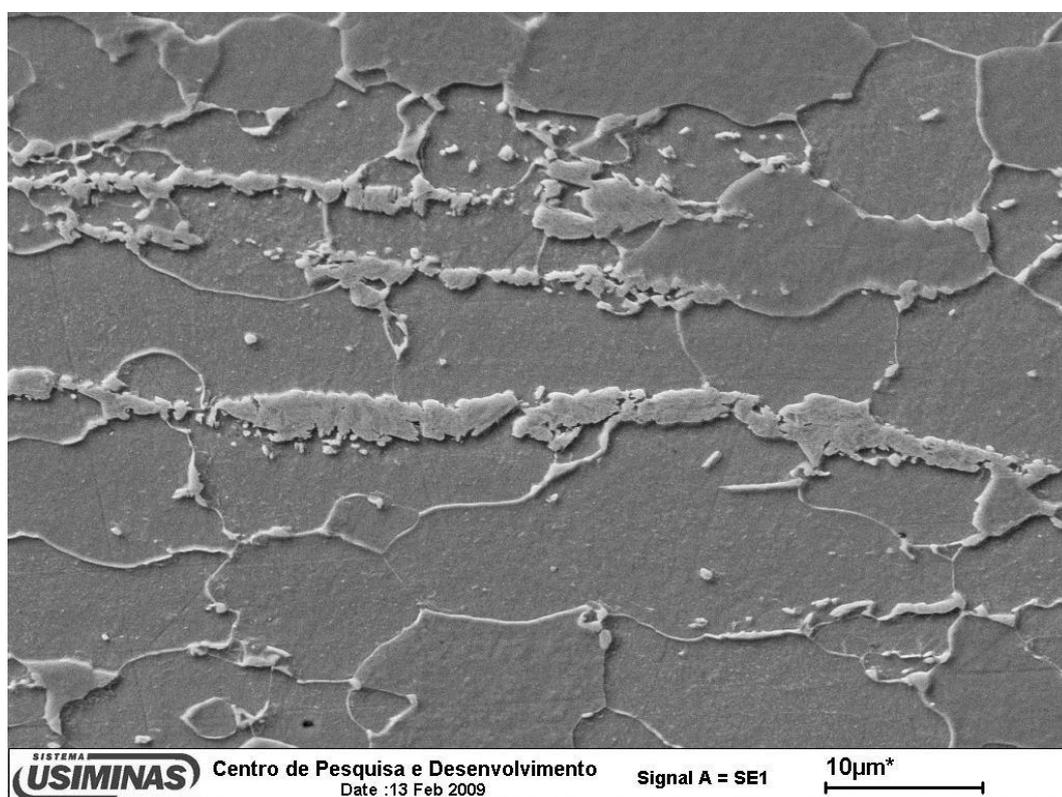
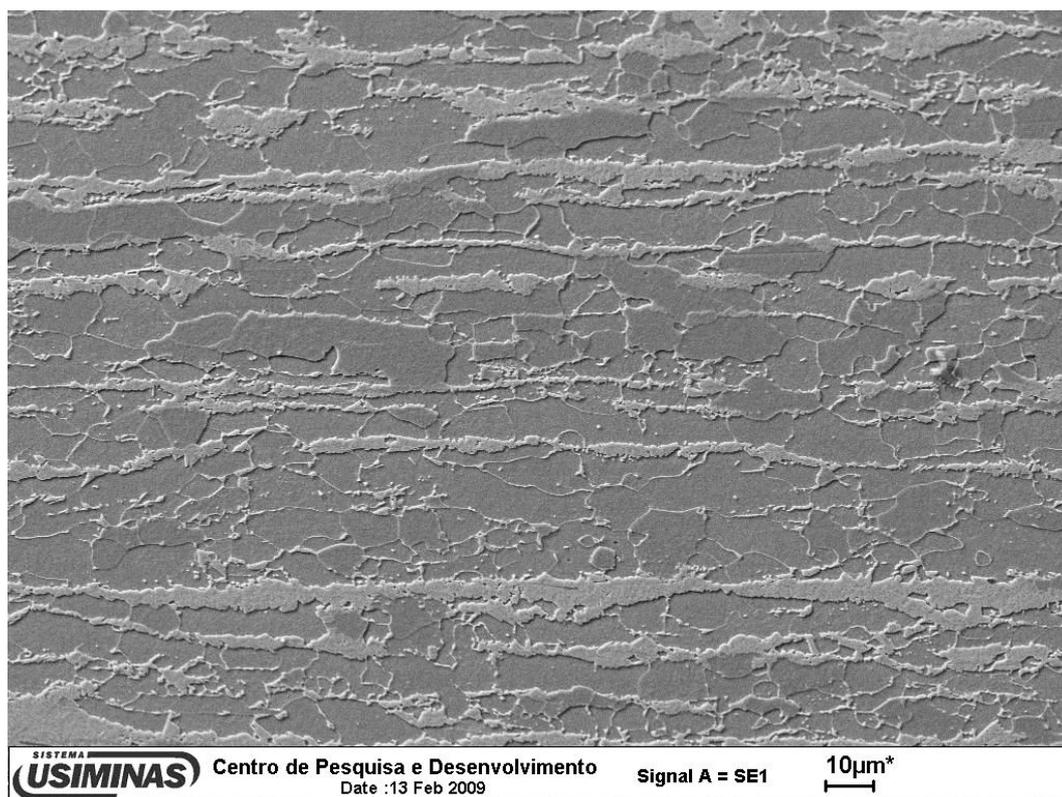


Figura 5.18 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 760°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%.

### 5.3.3. Análises por EBSD

A recristalização da ferrita também foi investigada em análises por EBSD. As amostras, para estas análises especificamente, foram preparadas a partir de corpos de prova processados na *Gleeble*, de acordo com o seguinte esquema: aquecimento com taxa de  $3,8^{\circ}\text{C/s}$  desde a temperatura ambiente até  $650^{\circ}\text{C}$ , com tempos de permanência nesta temperatura de 10s, 30s e 300s. Em seguida as amostras foram temperadas, mediante o uso de jato d'água, com o objetivo de congelar sua microestrutura. Como referência, foi analisada, também, uma amostra na condição como laminado a frio. As análises foram conduzidas em um MEV-FEG, em condição de alta resolução, de acordo com o seguinte arranjo instrumental:

- tensão de aceleração: 20kV;
- distância de trabalho: 11,5mm;
- *step size*:  $0,2\mu\text{m}$ ;
- ampliação original: 5000x.

O *software* dedicado Channel 5, fornecido pela HKL, disponibiliza várias opções de mapeamento. Nas análises realizadas no presente estudo foram selecionadas as seguintes ferramentas: *band contrast* (BC), *band slope* (BS), *local misorientation* (LM) e *inverse pole figure* (IPF). Definições mais detalhadas e exemplos de aplicação destas, e de outras ferramentas de mapeamento, podem ser encontradas na literatura (MAITLAND, *et al.* 2006). Em favor da clareza da exposição, no entanto, é conveniente apresentar, ainda que em rápidas palavras, uma idéia geral destes aplicativos:

- *Band Contrast* (BC) – É um parâmetro matemático associado à qualidade do padrão de difração obtido, que descreve a intensidade média das bandas de Kikuchi, podendo assumir valores entre 0 a 255. Os mapas permitem a visualização do aspecto geral da microestrutura, mediante um contraste de natureza puramente cristalográfica. As regiões de contorno de grão, por exemplo, que tendem a apresentar padrão de difração de baixa qualidade,

propiciando com isso BCs próximos de 0, aparecem delineadas por linhas escurecidas nos mapeamentos de *band contrast*.

- *Band Slope* (BS) – É também um parâmetro matemático, cuja faixa de variação ocorre entre 0 e 255, associado à qualidade do padrão de difração. Seu valor, no entanto, corresponde ao gradiente máximo de intensidade nas margens das bandas de Kikuchi. O mapeamento de *band slope* também permite visualizar os contornos de grão. Sua principal aplicação, porém, é para a diferenciação das estruturas ferrítica, bainítica e martensítica, uma vez que quanto maior a quantidade de defeitos na rede cristalina, tais como deslocamentos por exemplo, menor é o valor numérico assumido pelo parâmetro *band slope*.
- *Local Misorientation* (LM) – Permite calcular diferenças de orientação cristalográfica entre cada pixel e seus adjacentes. É particularmente útil na análise de subestruturas com gradientes de orientação. Seu uso tem crescido ultimamente, em especial em estudos voltados para a investigação da formação de textura e microestrutura de aços do tipo *advanced high strength steel* (AHSS) (MASIVOV, *et al.*, 2010; CALCAGNOTTO *et al.*, 2010).
- *Inverse Pole Figure* (IPF) – Representa a figura de pólo inversa projetada no triângulo estereográfico básico constituído dos planos (100), (110) e (111).

Foram analisados um mínimo de 04 campos para cada condição, tomados através da espessura das amostras, para uma melhor amostragem da microestrutura. Nas figuras 5.19 a 5.22 mostram-se alguns dos mapeamentos obtidos.

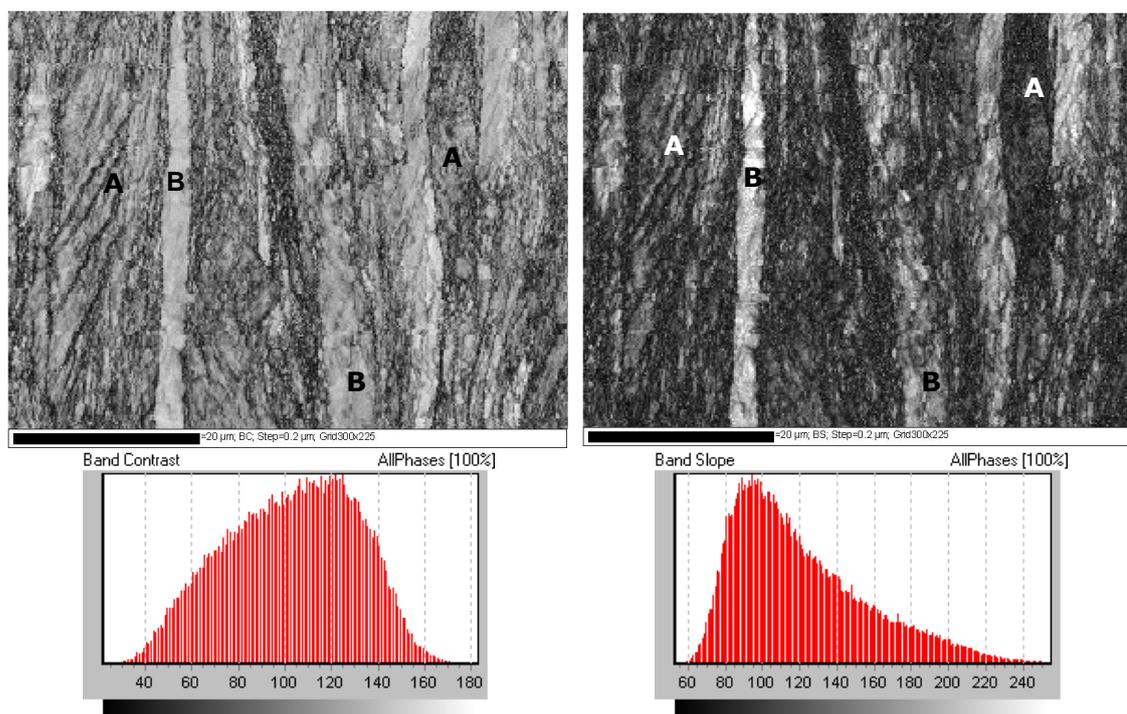
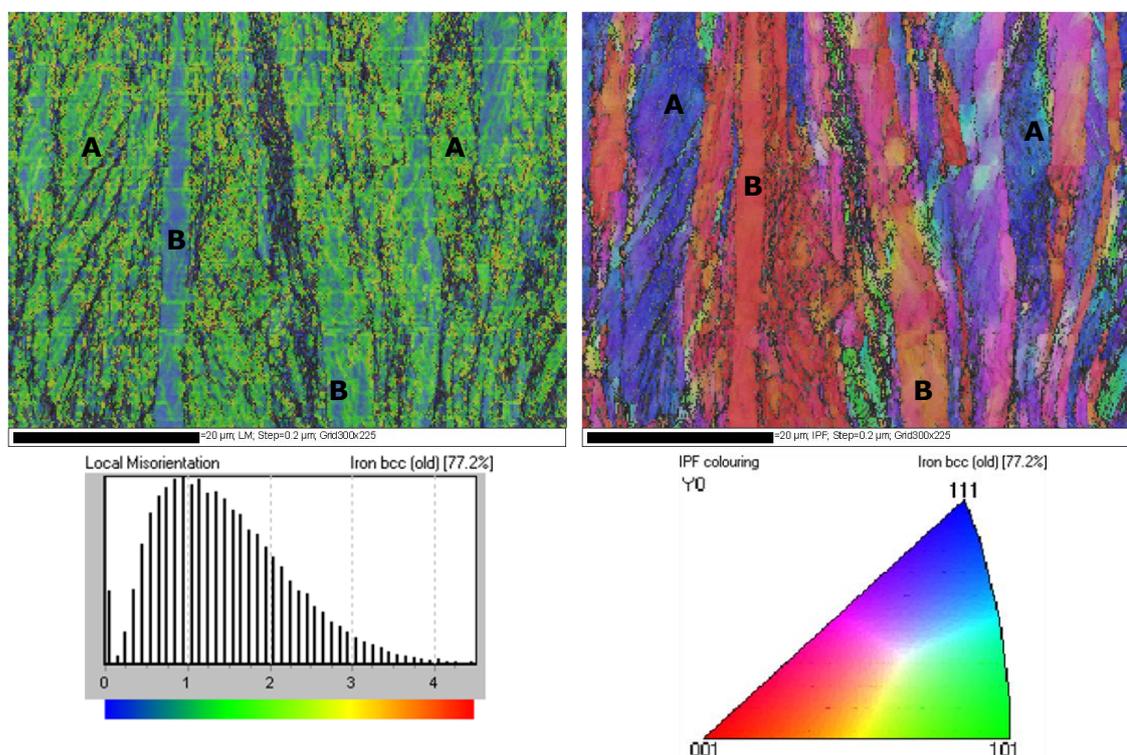
(a) *Band Contrast*(b) *Band Slope*(b) *Local Misorientation*(d) *Inverse Pole Figure*

Figura 5.19 – Análises de EBSD representativas da amostra na condição como laminado a frio. A – áreas severamente deformadas, B – regiões moderadamente deformadas.

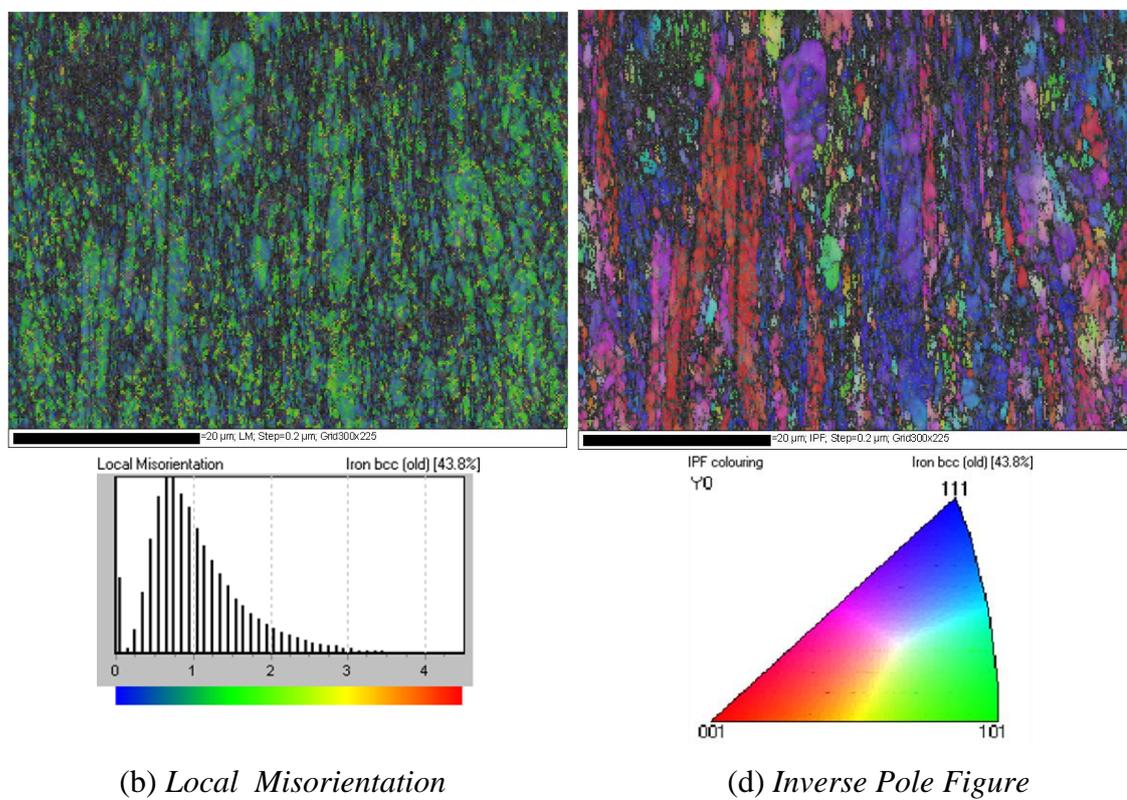
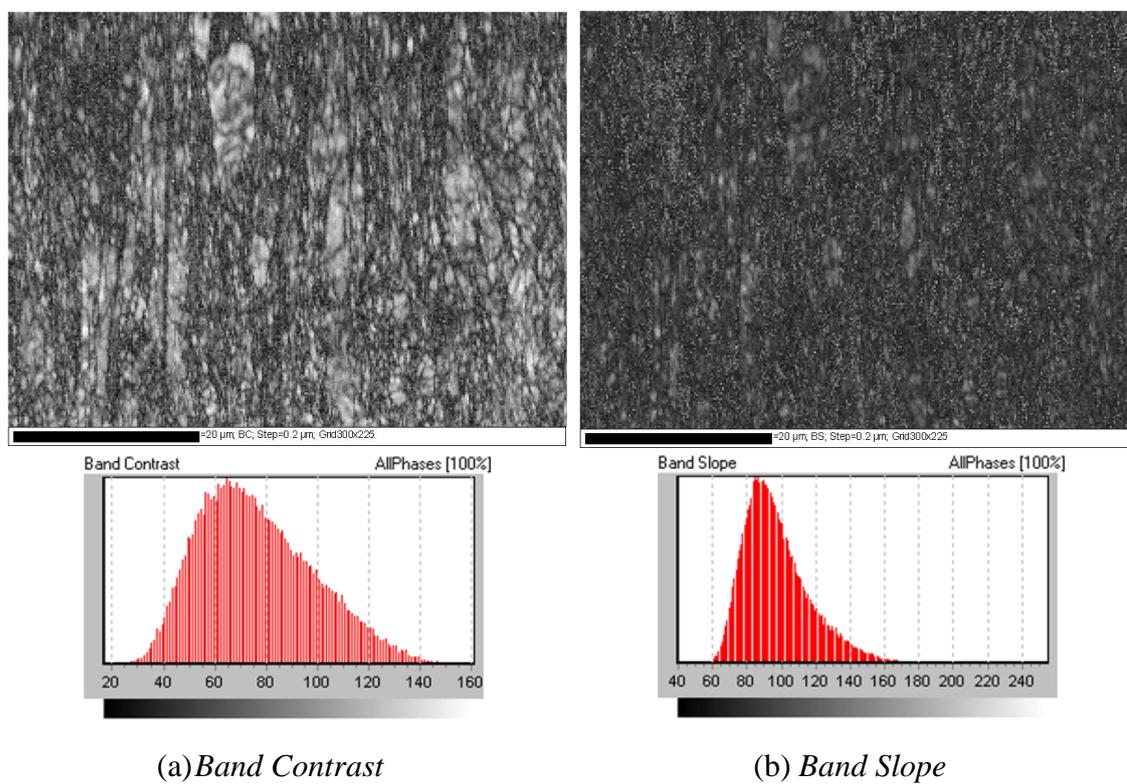


Figura 5.20 – Análises de EBSD representativas da amostra após 10s a 650°C.

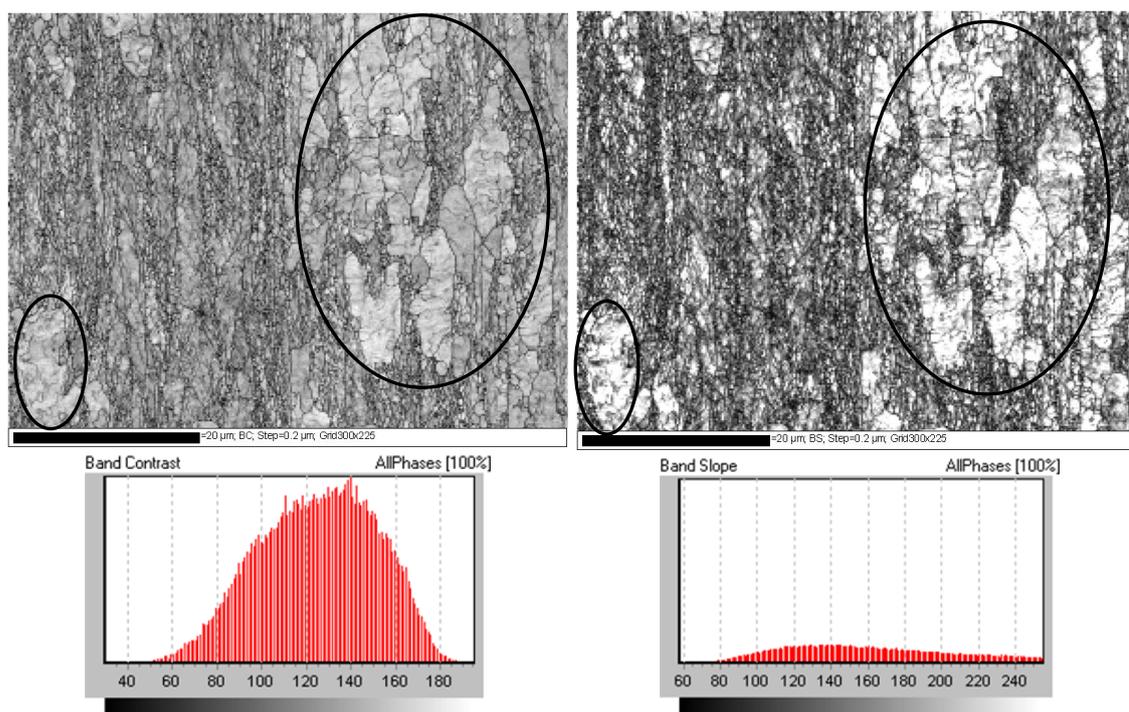
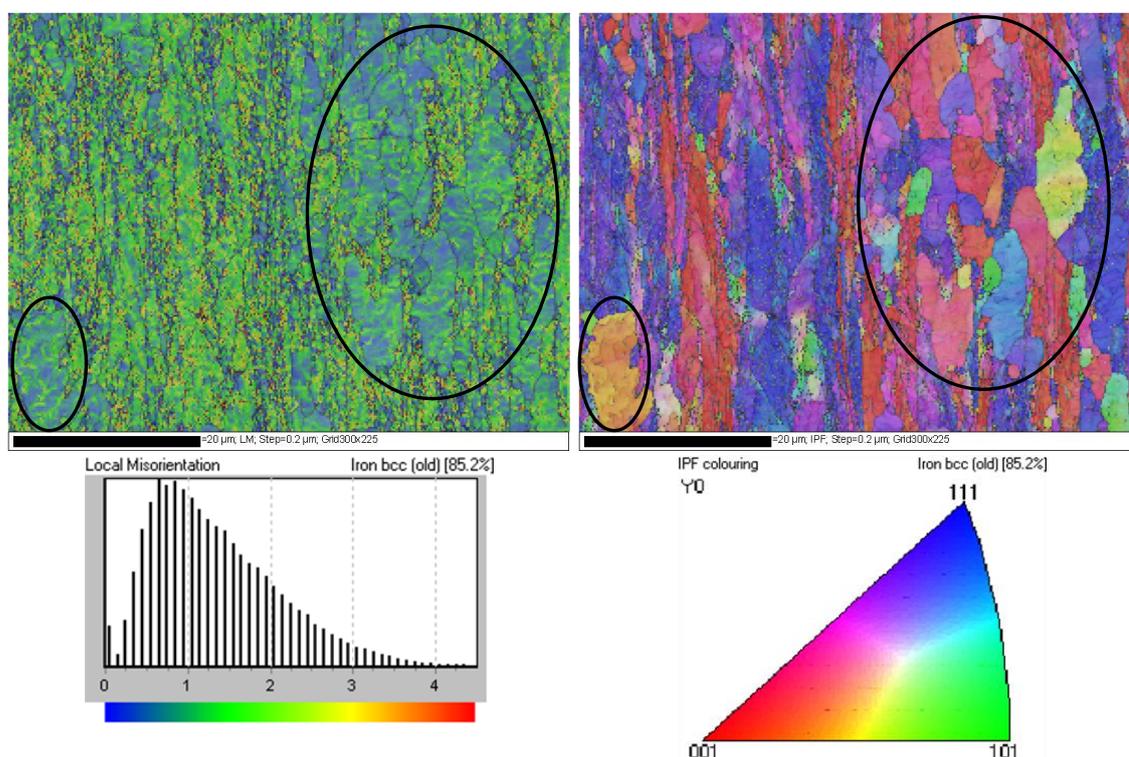
(a) *Band Contrast*(b) *Band Slope*(b) *Local Misorientation*(d) *Inverse Pole Figure*

Figura 5.21 – Análises de EBSD representativas da amostra após 30s a 650°C. As marcações destacam a ocorrência de recristalização.

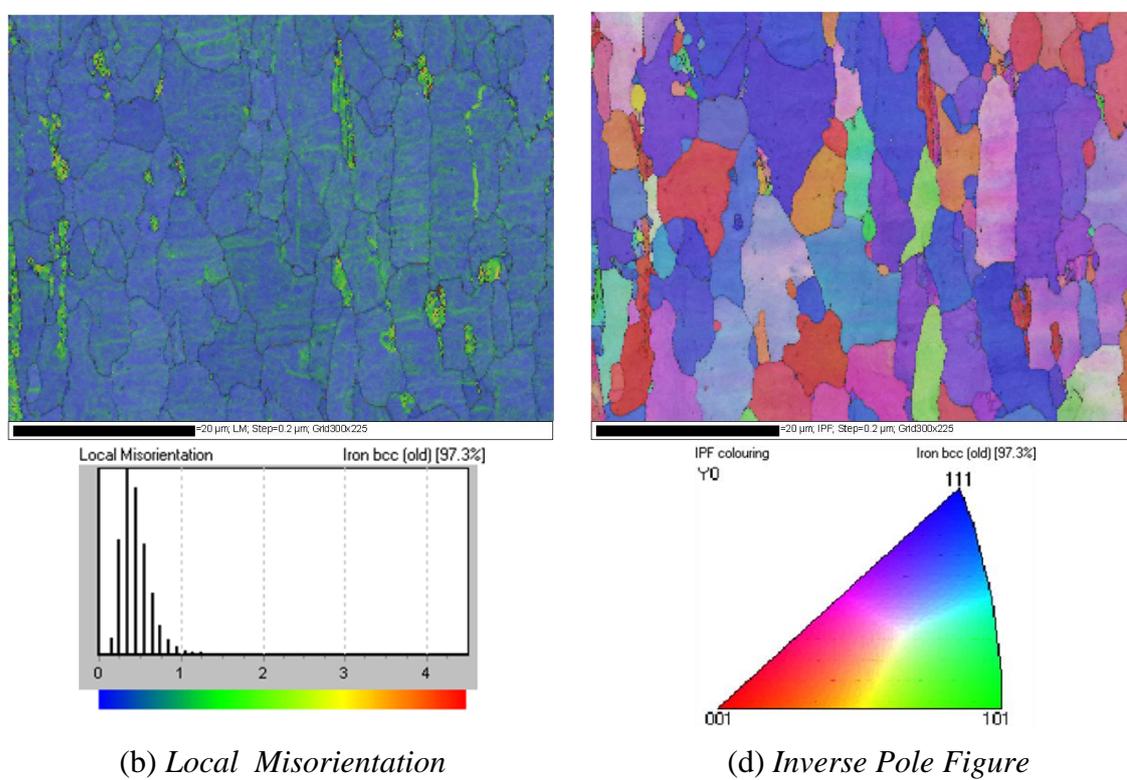
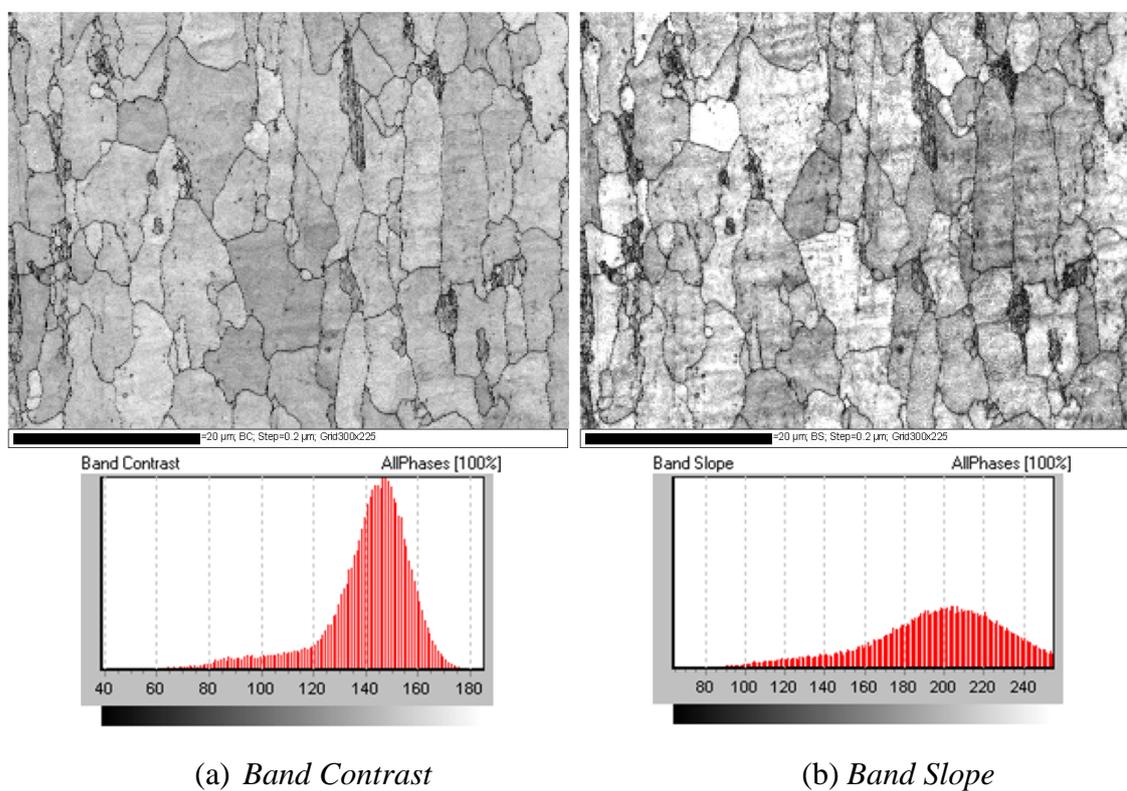


Figura 5.22 – Análises de EBSD representativas da amostra após 300s a 650°C.

A caracterização do material como laminado a frio, ilustrada na figura 5.19, permitiu identificar localmente a existência de gradientes de deformação na estrutura ferrítica. Algumas das regiões severamente deformadas foram identificadas com a letra A e as moderadamente deformadas, com a letra B, conforme se observa nos mapas de *band contrast*, de *band slope* e de *local misorientation*. A análise do mapeamento de *inverse pole figure*, possibilita identificar que as regiões A estão orientadas segundo a fibra gama, plano (111)//plano de laminação, enquanto as regiões B, em sua maioria, são mais próximas da fibra cúbica, plano (100)//plano de laminação.

O pequeno patamar isotérmico de 10s a 650°C parece não ter sido suficiente para promover o surgimento de grãos recristalizados, pelo menos nas regiões analisadas, conforme se observa na figura 5.20. Os mapas de *band contrast* e de *band slope*, mostrados na figura 5.20(a) e (b), respectivamente, indicam que a microestrutura ainda se encontra em estado encruado. Por outro lado, o histograma do mapa de *local misorientation*, mostrado na figura 5.20(c), quando comparado ao do material na condição como laminado a frio, mostrado na figura 5.19(c), indica que a distribuição se deslocou ligeiramente para ângulos menores, o que parece indicar a atuação de mecanismos de recuperação estática.

Após 30s a 650°C, já se percebe a presença de grãos recristalizados, como se pode verificar nas áreas circuladas da figura 5.21. Como foram poucos os grãos amostrados, não foi possível estabelecer uma distribuição estatística de sua orientação cristalográfica. Os resultados levantados no presente estudo indicam que a nucleação dos grãos recristalizados ocorreu mais intensamente nas regiões orientadas segundo a fibra gama, onde a deformação plástica foi mais severa. Resultados semelhantes estão registrados na literatura (PETROV *et al.*, 2001 e CHOWDHURY, 2008). Após 300s a 650°C, a estrutura já se encontra praticamente toda recristalizada, conforme se observa na figura 5.22. A distribuição de valores de *local misorientation* se deslocou, em sua maioria, para menos de 0,5°. Segundo Zaefferer e colaboradores (ZAEFFERER *et al.*, 2008), valores inferiores a 0,5° podem ser usados para determinar quantitativamente a fração de ferrita recristalizada neste tipo de mapa.

#### 5.4. Formação da Austenita

Historicamente, a decomposição da austenita sempre recebeu maior atenção da parte dos vários autores, em comparação com a sua formação. Todavia, no processamento de aços multifásicos laminados a frio, dentre eles os do tipo *dual phase*, a formação da austenita, que ocorre durante as etapas de aquecimento e de encharque do ciclo de recozimento intercrítico, é efetivamente determinante no tocante à evolução da microestrutura do material. De sua fração volumétrica e distribuição ao longo da microestrutura e de seu enriquecimento em elementos que possam afetar sua estabilidade, em combinação com a taxa de resfriamento empregada na sequência do ciclo de recozimento, dependerão as características físicas e as frações volumétricas relativas dos constituintes microestruturais oriundos de sua decomposição, notadamente martensita e bainita, os quais exercem influência direta nas propriedades mecânicas em tração e de conformação do produto final.

Nesta seção serão discutidos os resultados de diversas simulações na *Gleeble* e no dilatômetro, a fim de monitorar a formação da austenita durante as etapas de aquecimento e de encharque de um ciclo de recozimento intercrítico. As taxas de aquecimento empregadas foram de 3,8°C/s, que é tipicamente aplicada em processamento industrial, e ainda 10°C/s e 100°C/s. O emprego da última taxa, em especial, teve como objetivo avaliar a formação da austenita numa condição em que não se permitiu tempo suficiente para ocorrer completa recristalização da ferrita, previamente.

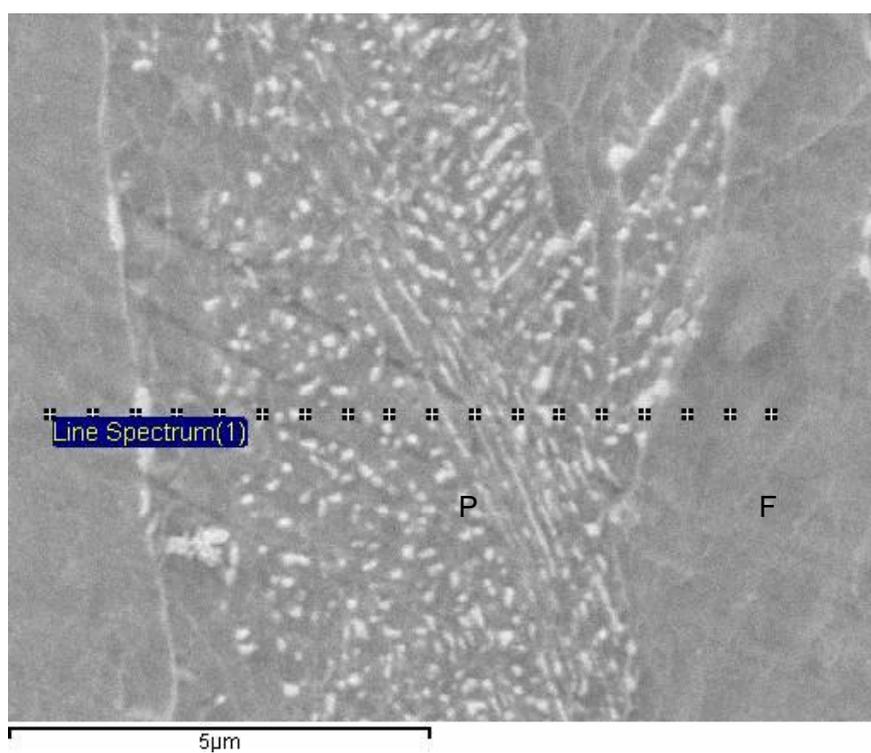
Serão apresentados também os resultados da medição da partição de manganês, realizada no material na condição de como laminado a frio e após o encharque a 780°C (780° x 72s).

### 5.4.1. Partição de manganês

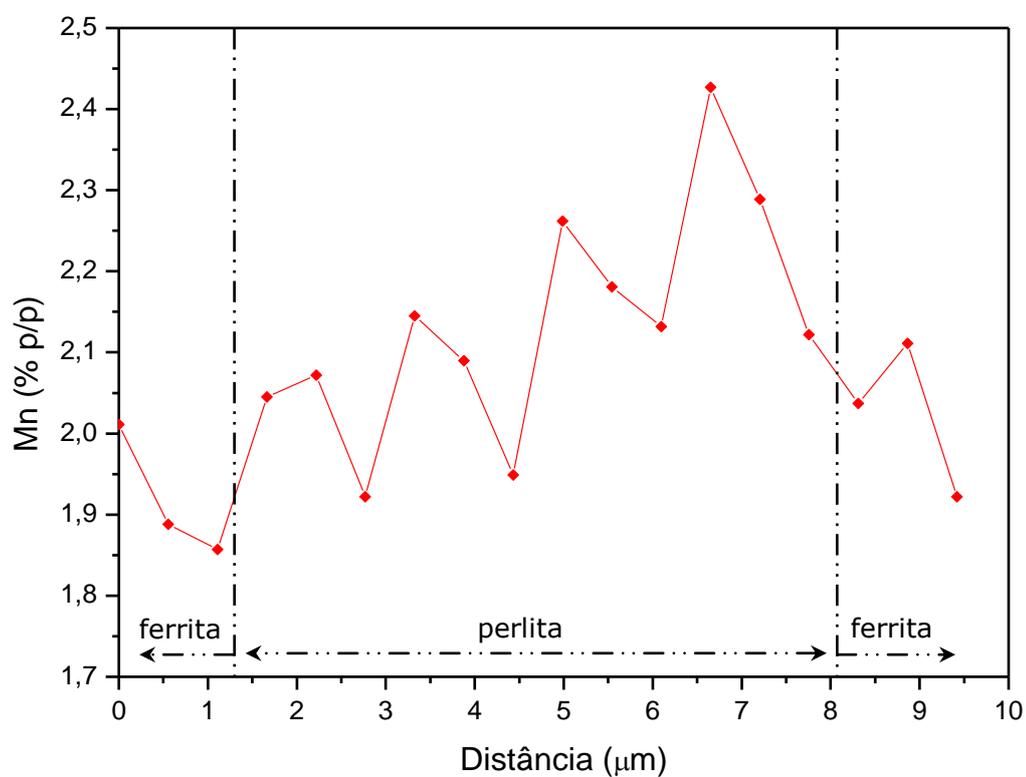
No presente estudo foram feitas medições quantitativas da concentração de manganês na ferrita e na perlita presentes na microestrutura do material na condição de como laminado a frio. Foram feitas medições também na condição referente ao final do encharque a 780°C, quando a microestrutura é constituída de ferrita e de austenita. Foram empregadas técnicas de microanálise, mediante o uso de EDS e WDS.

As condições experimentais nas quais as análises foram realizadas estão apresentadas na seção 4.4.3.

Nas figuras 5.23 e 5.24, estão mostrados resultados de análises quantitativas de manganês feitas por EDS ao longo das linhas indicadas na parte (a) destas figuras. Esta modalidade de análise é denominada *linescan*. As análises são referentes, respectivamente, ao produto como laminado a frio e no final do encharque a 780°C.

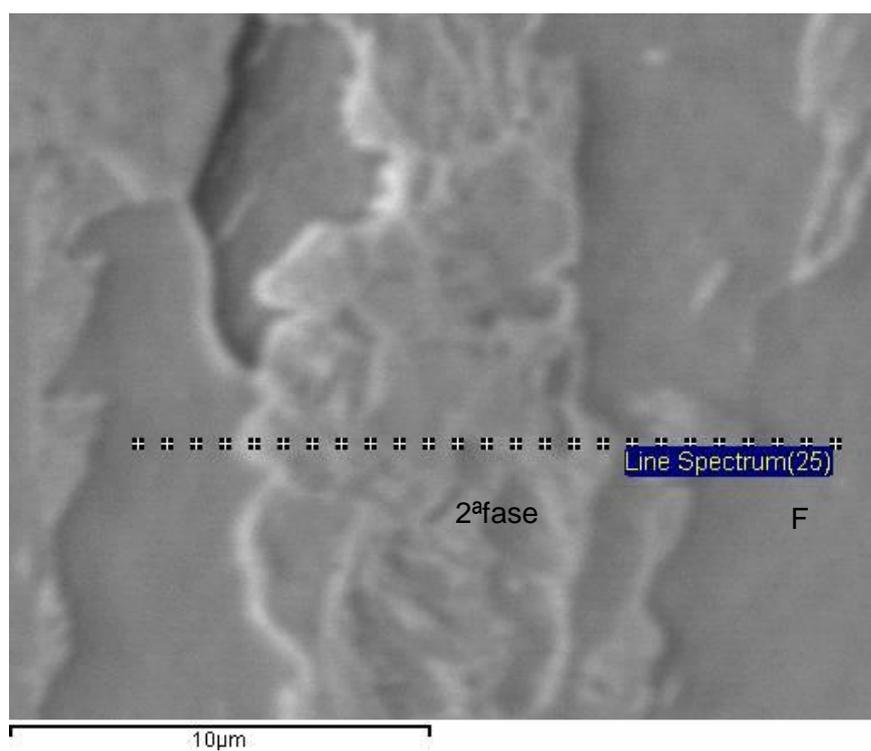


(a)

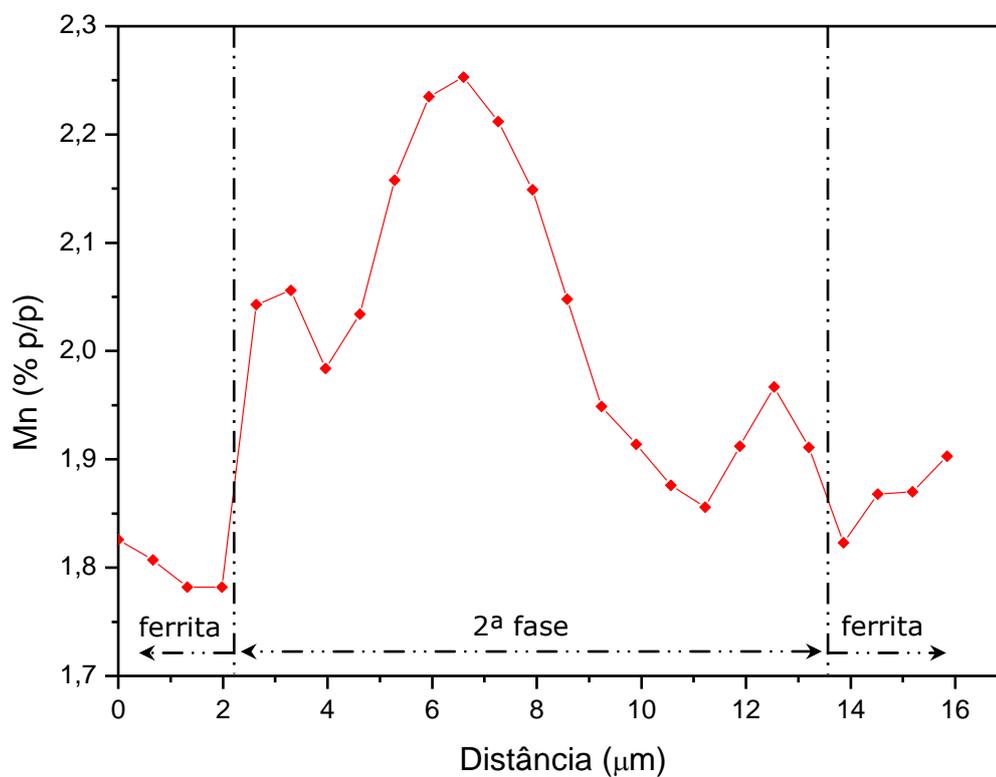


(b)

Figura 5.23 – (a) Aspecto típico da microestrutura, constituída de ferrita (F) e perlita (P), da amostra na condição como laminado a frio, conforme observado via MEV após ataque com nital a 4%; (b) *linescan* quantitativo de manganês levantado por EDS.



(a)



(b)

Figura 5.24 – (a) Aspecto típico da microestrutura, constituída de ferrita (F) e 2ª fase (austenita a 780°C), da amostra no final do encharque a 780°C conforme observado via MEV após ataque com nital a 4%; (b) *linescan* quantitativo de manganês levantado por EDS.

Conforme se observa na figura 5.23, a concentração de manganês não está distribuída uniformemente ao longo da microestrutura prévia, mas já apresenta partição no produto como laminado a frio. Em média, seu teor é mais elevado na perlita em relação à ferrita. O padrão, em formato serrilhado, apresentado pela concentração de manganês na perlita, é compatível com o fato de que este elemento tende a segregar nas lamelas de cementita (RICKS, 1981).

O padrão da distribuição de concentração de manganês na microestrutura no final do encharque a 780°C, mostrado na figura 5.24, evidencia sua partição. Sua quantidade não é uniforme na austenita, mas sua distribuição é mais homogênea quando comparada com a da perlita. Considerando que o teor médio de manganês na liga é de 2,06% em peso, alguns pontos no interior da austenita apresentaram teor abaixo deste valor.

Além das análises do tipo *linescan* quantitativo por EDS, foram também realizadas medições por EDS e por WDS, em pequenas regiões, tomadas aleatoriamente na ferrita e na perlita, no caso do material como laminado a frio, e na ferrita e na 2ª fase (austenita a 780°C) para o material no final do encharque a 780°C. Os resultados obtidos a partir de medições em 10 áreas diferentes, para cada constituinte microestrutural de interesse, estão mostrados na tabela V.4.

Tabela V.4 – Teor médio de manganês no material como laminado a frio (LF) e no final do encharque a 780°C (FE-780), em medições por MEV-EDS e MEV-WDS, o desvio padrão (s) e o erro estimado a partir da distribuição *t* de *Student* para 10 medições com intervalo de confiança de 95%.

Técnica analítica	Condição da amostra	Constituinte	Teor de manganês		
			C <sub>Mn</sub> (% p/p)	s	erro
EDS	LF	ferrita	1,98	0,10	0,07
		perlita	2,22	0,16	0,10
	FE-780	ferrita	1,99	0,12	0,07
		austenita	2,19	0,10	0,06
WDS	LF	ferrita	1,78	0,07	0,05
		perlita	2,26	0,12	0,08
	FE-780	ferrita	1,84	0,14	0,09
		austenita	2,20	0,22	0,13

De acordo com os resultados mostrados na tabela V.4, as duas técnicas de microanálise utilizadas apresentaram valores semelhantes para o teor de manganês nos respectivos constituintes microestruturais. Além disso, estes resultados mostram que o perfil da partição de manganês apresentado pelo material não sofreu alteração até o final do encharque a 780°C, mantendo o mesmo de aproximadamente 2,2% registrado na perlita no material como laminado a frio. Estes resultados são compatíveis com os reportados por Toji e colaboradores (TOJI, *et al.*, 2011). Estes autores investigaram a partição de manganês e de silício em um aço *dual phase* com 0,13%C-1,98%Mn-1,40%Si, submetidos a uma temperatura de 800°C e um tempo de encharque de até 1.000s. Eles verificaram que o teor de manganês na austenita atingiu o valor de saturação 2,58% após 600s. Após 100s a 800°C, no entanto, este teor era próximo de 2,2%.

Conforme está mostrado na tabela V.4, a concentração média de manganês nos constituintes no final do encharque a 780°C foi de aproximadamente 2,20% na austenita e variando entre 1,85 e 2,00% na ferrita. Quando estes resultados são comparados com as concentrações deste elemento no equilíbrio a 780°C, mostradas na figura 5.3 da seção 5.1.1, que são de 1,15% na ferrita e 2,6% na austenita, verifica-se que nas condições experimentais em que as amostras avaliadas foram processadas no presente estudo, não houve tempo suficiente para que a partição de manganês se aproximasse dos respectivos teores de equilíbrio previstos pelo *Thermo-Calc*.

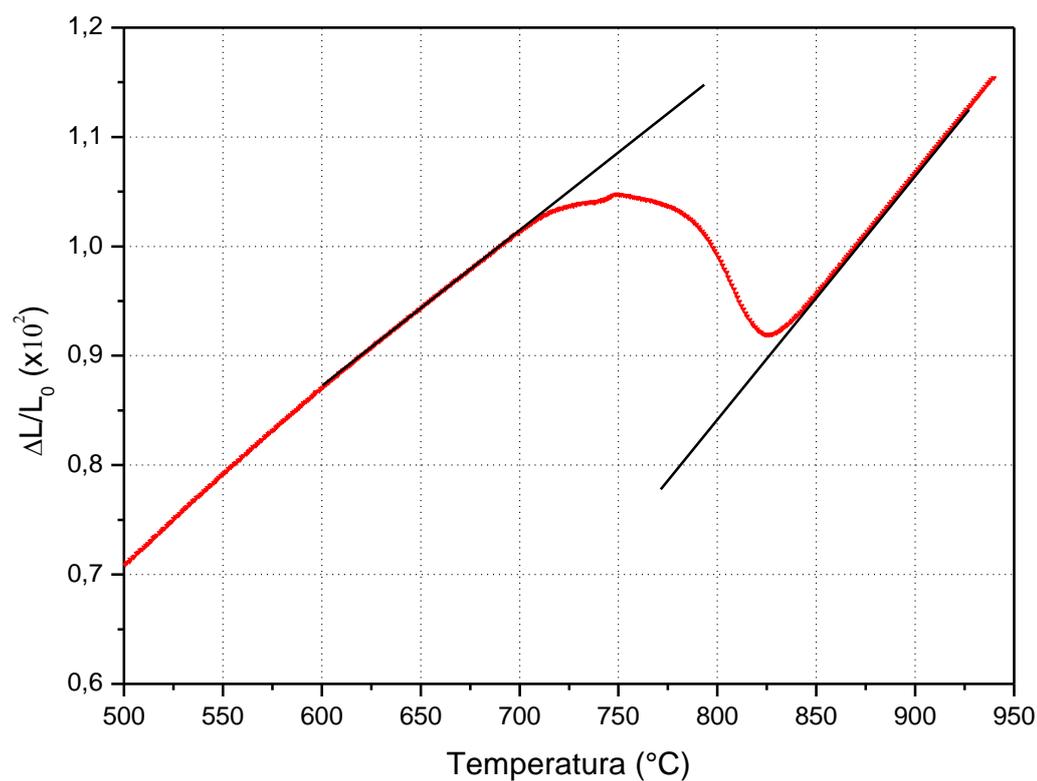
#### **5.4.2. Pontos alotrópicos e etapa de aquecimento**

Conforme se afirmou anteriormente, em um de tratamento térmico intercrítico, a formação da austenita ocorre desde a rampa de aquecimento até o final da etapa de encharque. Dessa forma, para estabelecer os parâmetros de um ciclo de recozimento intercrítico, do tipo empregado na fabricação industrial de aços *dual phase*, e cujo objetivo é a obtenção de uma microestrutura constituída de ferrita e austenita ao final do encharque, é fundamental conhecer as temperaturas  $Ac_1$  e  $Ac_3$ , de início e fim de formação da austenita.

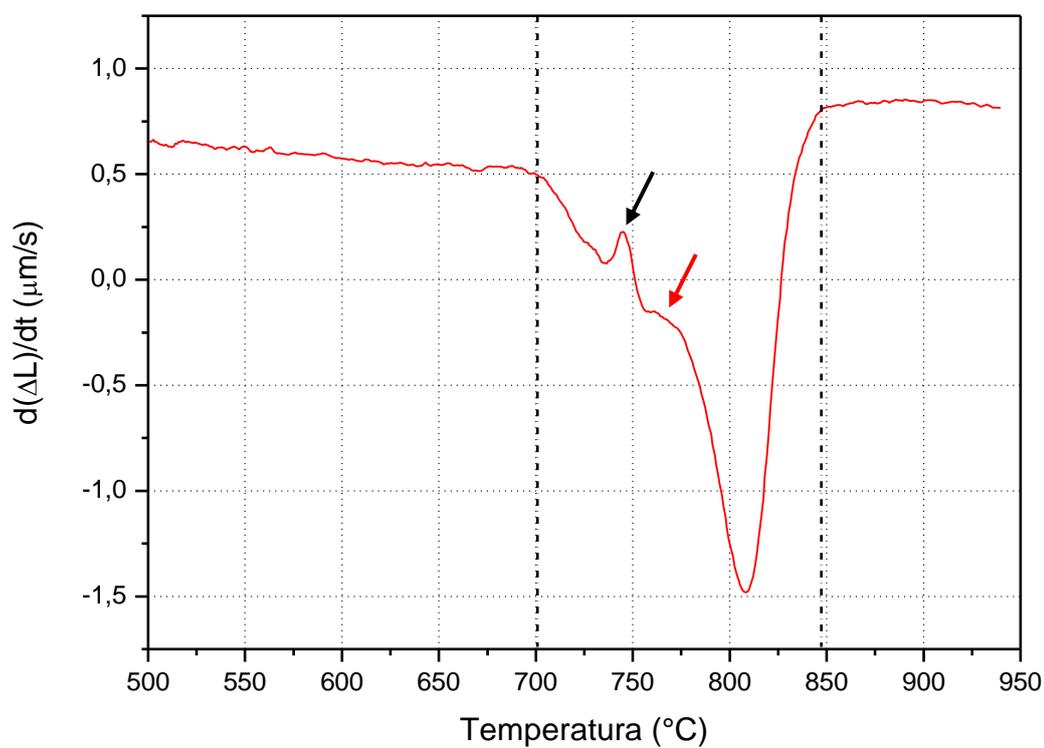
Nas figuras 5.25 a 5.27 estão representadas graficamente a variação relativa do comprimento do corpo de prova (CP) e a derivada temporal de sua variação dimensional em função da temperatura, para cada uma das taxas de aquecimento empregadas. Estas figuras permitem monitorar toda a transformação da austenita, e suas temperaturas de início e fim de transformação. As linhas tangentes mostradas na parte (a) das figuras e as linhas verticais mostradas na parte (b) ilustram o modo pelo qual as temperaturas críticas de início e fim de formação da austenita podem ser determinadas. A determinação destes valores, todavia, foi feita empregando-se diretamente o *software* dedicado, instalado no dilatômetro, o qual possibilita maior precisão.

As setas negras na parte (b) das figuras 5.25 a 5.27, indicam a temperatura  $Ac_0$  que, segundo San Martín e colaboradores (SAN MARTÍN, *et al.*, 2008), marca o término da transformação de perlita em austenita. De acordo com estes autores, a temperatura  $Ac_0$  representa um bom critério para separar as faixas de temperatura de transformação de perlita em austenita e de ferrita em austenita, para valores extremamente baixos de taxa de aquecimento, inferiores, por exemplo, a  $0,05^\circ\text{C/s}$ . Em taxas mais elevadas, a ferrita começa a se transformar em austenita em temperaturas abaixo de  $Ac_0$ .

A evolução da fração de austenita formada com a temperatura, para as três taxas de aquecimento utilizadas, está mostrada na figura 5.28.

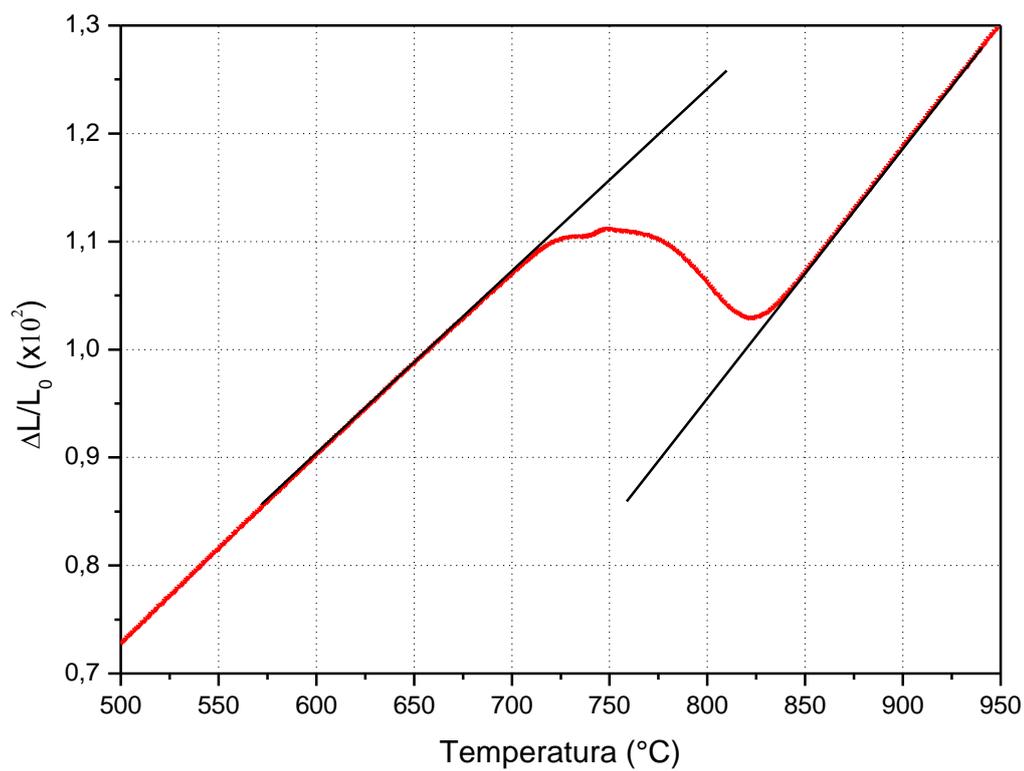


(a)

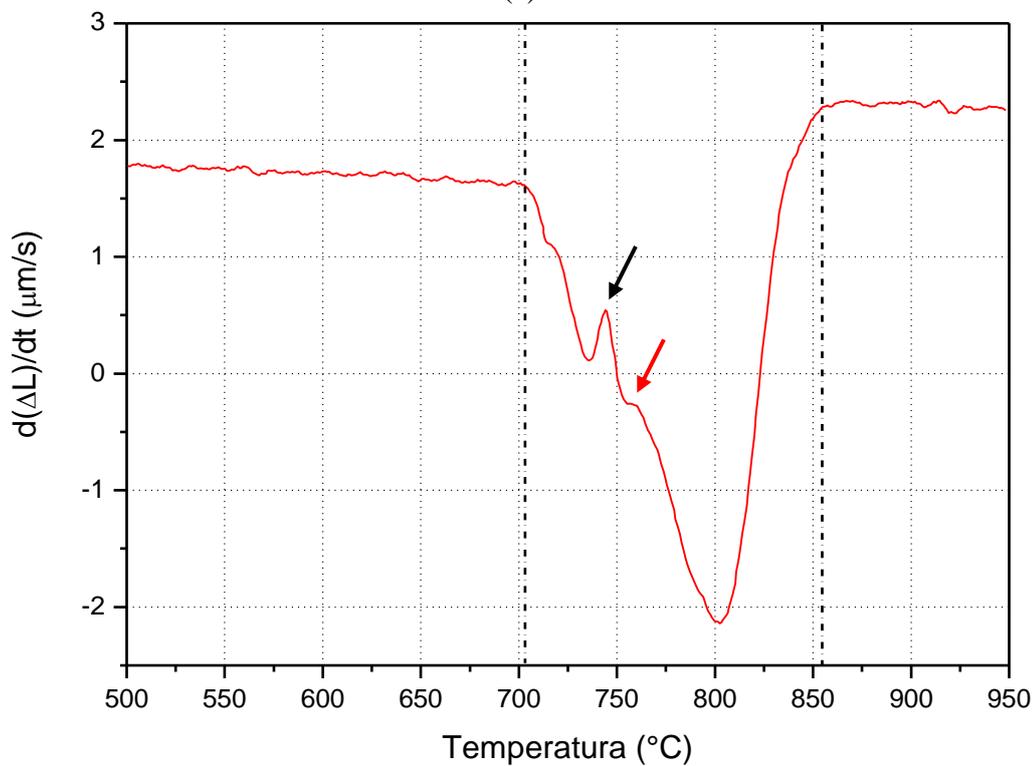


(b)

Figura 5.25 – Variação dimensional do corpo de prova (a) e sua derivada (b) em ensaio dilatométrico, por aquecimento contínuo com taxa de  $3,8^{\circ}\text{C/s}$ . A seta preta indica o fim da transformação da perlita em austenita. A vermelha, um quase patamar na expansão da austenita para o interior da ferrita.



(a)



(b)

Figura 5.26 – Variação dimensional do corpo de prova (a) e sua derivada (b) em ensaio dilatométrico, por aquecimento contínuo com taxa de  $10^{\circ}\text{C/s}$ . A seta preta indica o fim da transformação da perlita em austenita. A vermelha, um quase patamar na expansão da austenita para o interior da ferrita.

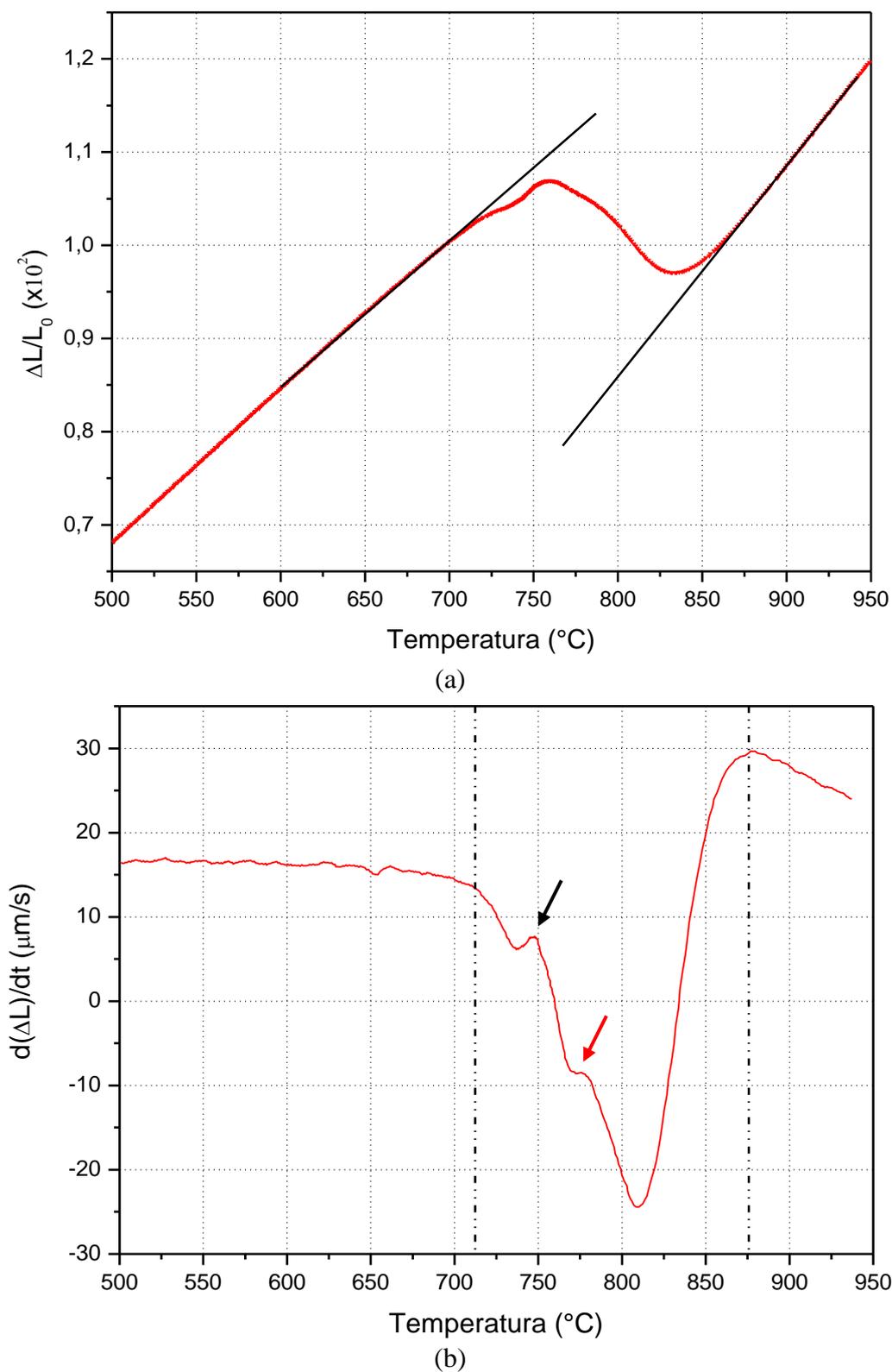


Figura 5.27 – Variação dimensional do corpo de prova (a) e sua derivada (b) em ensaio dilatométrico, por aquecimento contínuo com taxa de  $100^{\circ}\text{C}/\text{s}$ . A seta preta indica o fim da transformação da perlita em austenita. A vermelha, um quase patamar na expansão da austenita para o interior da ferrita.

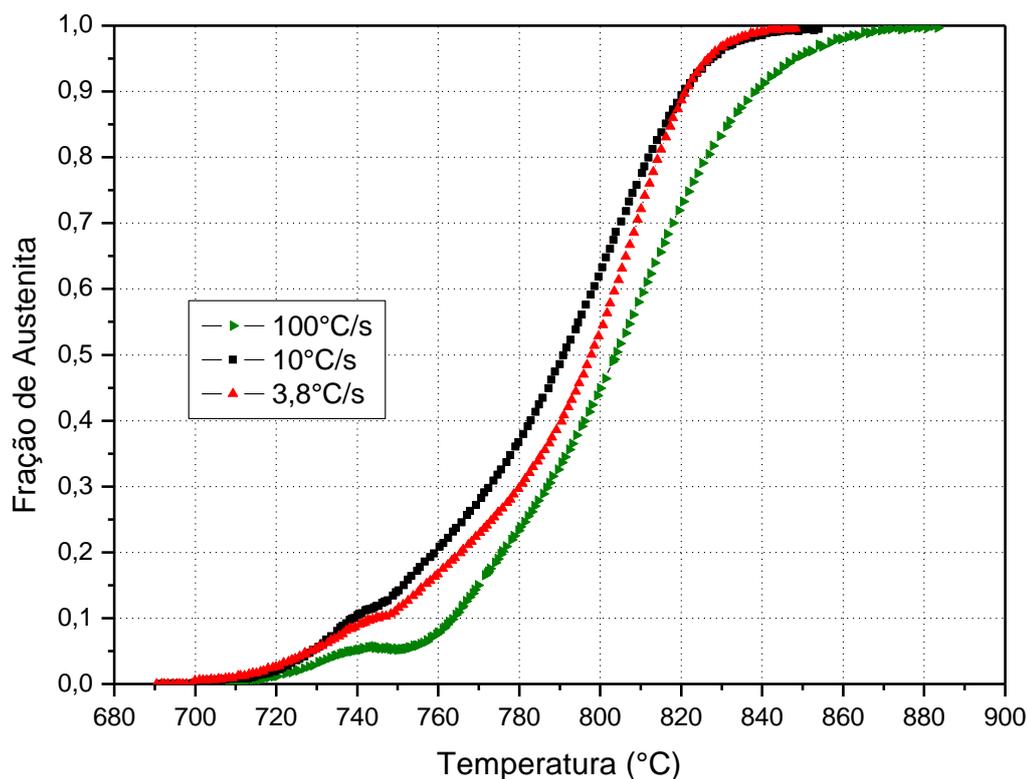


Figura 5.28 – Fração de austenita formada, determinada mediante o uso da regra da alavanca, em função da temperatura para as três taxas de aquecimento empregadas.

Os valores encontrados para as temperaturas  $Ac_1$ ,  $Ac_3$  e  $Ac_0$ , para cada uma das taxas de aquecimento empregadas, conforme indicados nas figuras 5.25 a 5.27, em comparação com valores previstos mediante o uso do *Thermo-Calc*, estão mostrados na tabela V.5.

Tabela V.5 – Valores das temperaturas  $Ac_1$ ,  $Ac_3$  e  $Ac_0$ , para cada uma das taxas de aquecimento empregadas e previsão segundo *Thermo-Calc*.

Temperatura	Taxa de Aquecimento (°C/s)			<i>Thermo-Calc</i>
	3,8	10	100	
$Ac_1$	700°C	703°C	711°C	651°C
$Ac_0$	745°C	744°C	745°C a 750°C	672°C
$Ac_3$	847°C	854°C	876°C	813°C

De acordo com os resultados mostrados nas figuras 5.25 a 5.27 e na tabela V.5, os valores de  $Ac_1$  não foram afetados de modo significativo pela taxa de aquecimento.  $Ac_3$ , por sua vez, apresentou variação apreciável, de 847°C para 876°C, quando a taxa de aquecimento variou, respectivamente, de 3,8°C/s para 100°C/s. No tocante aos valores

de  $Ac_0$ , verificou-se que, para  $3,8^\circ\text{C/s}$  e  $10^\circ\text{C/s}$ , não houve variação, sendo registrados valores muito próximos. Porém, quando o material foi aquecido com taxa de  $100^\circ\text{C/s}$ , não se registrou um único valor, senão um ligeiro patamar de temperaturas entre  $745^\circ\text{C}$  e  $750^\circ\text{C}$ , que se refletiu na evolução da formação de austenita, como se observa na figura 5.28.

Como a formação da austenita é um processo termicamente ativado, que ocorre por nucleação e crescimento, deveria se esperar, a princípio, um deslocamento das temperaturas alotrópicas para valores mais elevados com o aumento da taxa de aquecimento. No entanto, para  $Ac_1$  este efeito é mínimo. De acordo com a Azizi-Alizamini e colaboradores (ALIZAMINI, *et al.*, 2011), que investigaram a cinética de formação da austenita em um aço com  $0,17\%C-0,74\%Mn$  como laminado a quente e após 80% de redução a frio, a relativa insensibilidade de  $Ac_1$  com a taxa de aquecimento para estruturas deformadas a frio é decorrente do condicionamento da microestrutura do material, em função da taxa de aquecimento, previamente ao processo de formação da austenita. Assim sendo, em taxas moderadas, como a de  $3,8^\circ\text{C/s}$  aplicada neste estudo, o tempo disponível até o início da formação da austenita é suficiente para uma extensa recristalização da ferrita, conforme foi discutido na seção 5.3 deste relatório. Por outro lado, em taxas de aquecimento mais elevadas, como por exemplo,  $100^\circ\text{C/s}$ , a microestrutura ainda se encontra severamente encruada, propiciando muitos mais sítios para a nucleação da austenita, evitando assim seu superaquecimento, que resultaria na elevação de  $Ac_1$ .

No tocante à transformação da perlita em austenita, em particular a temperatura  $Ac_0$ , Azizi-Alizamini e co-autores registraram valores muito próximos entre si, com a fração de austenita formada crescendo de modo relativamente independente da taxa de aquecimento, até o final da dissolução das colônias de perlita, mesmo para a taxa de aquecimento extremamente elevada de  $900\text{K/s}$ , aplicada pelos autores. No presente estudo, conforme está mostrado na figura 5.28, as curvas de transformação a  $3,8^\circ\text{C/s}$  e  $10^\circ\text{C/s}$  evoluem muito próximas uma à outra, até por volta de  $750^\circ\text{C}$ , enquanto a curva a  $100^\circ\text{C/s}$  se atrasa, deslocando-se para temperaturas mais elevadas. Além disso, nesta última taxa empregada, como já foi afirmado acima, não foi possível determinar um

único valor para  $A_{c0}$ . Estas diferenças, entre os resultados do presente estudo e os de Azizi-Alizamini e colaboradores, podem estar relacionadas ao grau de severidade da deformação a frio empregada no processamento do material. No presente estudo, a redução a frio foi de cerca de 70%, enquanto Azizi-Alizamini e seus colaboradores aplicaram 80% de redução a frio, o que tende a introduzir uma grande quantidade de defeitos na rede cristalina da perlita, como discordâncias e lacunas, além do tensionamento e da ruptura de sua estrutura lamelar, propiciando, assim, um número tão grande de sítios disponíveis para a nucleação da austenita, no interior da perlita, que tornaria o processo de transformação da perlita em austenita praticamente independente da taxa de aquecimento.

De acordo com a figura 5.28, à exceção do patamar próximo a  $750^{\circ}\text{C}$  verificado na curva de  $100^{\circ}\text{C/s}$ , as curvas de formação da austenita para as taxas de  $10^{\circ}\text{C/s}$  e de  $100^{\circ}\text{C/s}$  evoluem de forma praticamente paralela até a temperatura aproximada de  $820^{\circ}\text{C}$ . No entanto, isto não deve ser interpretado como um sinal inequívoco de que os mecanismos metalúrgicos atuantes na formação da austenita sejam idênticos para as duas taxas, pois a velocidade do processo de austenitização é significativamente mais elevada para a taxa de aquecimento de  $100^{\circ}\text{C/s}$  conforme se observa comparando-se a parte (b) das figuras 5.26 e 5.27.

Ainda com respeito às figuras 5.25 a 5.27, verifica-se que, após a conclusão da transformação de perlita em austenita, aproximadamente na temperatura de  $750^{\circ}\text{C}$ , passa a ocorrer contração dos corpos de prova ( $d(\Delta L)/dt < 0$ ). A partir deste ponto a austenita passa a se formar exclusivamente às expensas da ferrita, num processo cuja cinética, segundo a literatura (SPEICH, *et al.*, 1981; YANG, *et al.*, 1985; SAVRAN, *et al.*, 2010), é relativamente mais lenta do que o anterior. Especialmente na curva com taxa de  $3,8^{\circ}\text{C/s}$  se verifica um quase patamar até a temperatura aproximada de  $775^{\circ}\text{C}$ , indicado com a seta vermelha na figura 5.25(b), no qual a taxa de variação dimensional do corpo de prova fica praticamente estabilizada em cerca de  $-0,25\mu\text{m/s}$ . O aumento da taxa de aquecimento atenuou este patamar, como se pode observar nas figuras 5.26 e 5.27. Na curva com taxa de  $100^{\circ}\text{C/s}$ , ainda se verifica um pequeno patamar, indicado com a seta vermelha na figura 5.27(b), porém com taxa de variação dimensional

aproximada de  $-8,0\mu\text{m/s}$ . Ou seja, cerca de 30 vezes maior em comparação com a curva de  $3,8^\circ\text{C/s}$ . O reflexo destas variações relativas na cinética de formação da austenita, em função da taxa de aquecimento aplicada, pode se visto também na figura 5.28, na qual se observa que, na faixa aproximada de temperaturas entre  $780^\circ\text{C}$  e  $800^\circ\text{C}$ , os valores de fração de austenita formada a  $3,8^\circ\text{C/s}$  se tornam relativamente próximos aos da que se formou a  $100^\circ\text{C/s}$ .

Com o objetivo de levantar mais informações a respeito da influência da taxa de aquecimento sobre a formação da austenita, foram realizados outros ensaios no dilatômetro, aplicando um patamar isotérmico de 10 minutos a  $780^\circ\text{C}$ , conforme o esquema mostrado na figura 4.5. Estes resultados estão mostrados nas figuras 5.29 a 5.31. Foram realizados também ensaios nos quais as amostras foram temperadas com He logo no início do patamar de encharque para as três taxas de pré-aquecimento aplicadas.

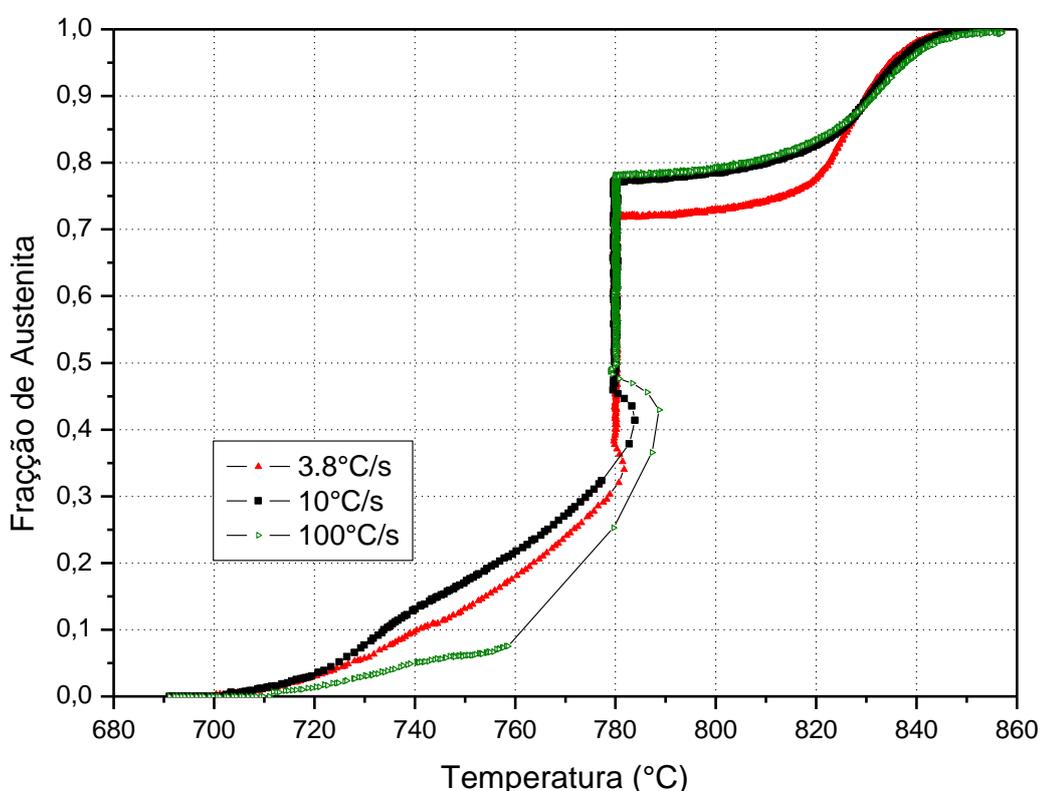


Figura 5.29 – Fração de austenita, determinada mediante o uso da regra da alavanca, formada durante o aquecimento e o patamar de 10 minutos a  $780^\circ\text{C}$ , para as três taxas de aquecimento empregadas.

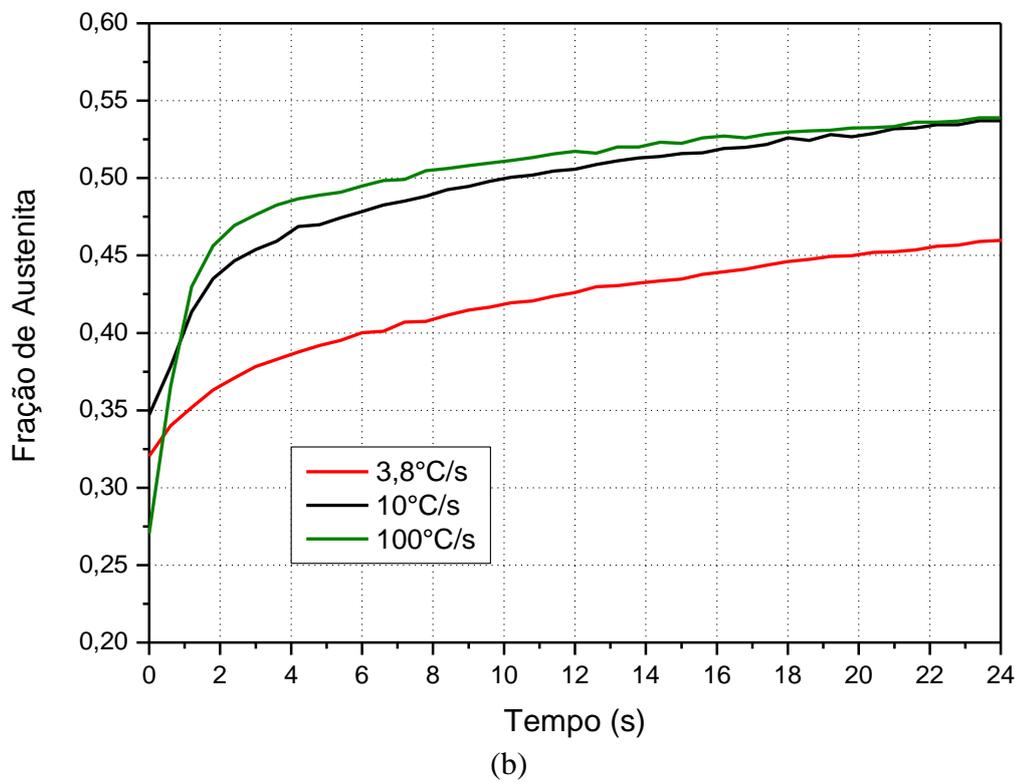
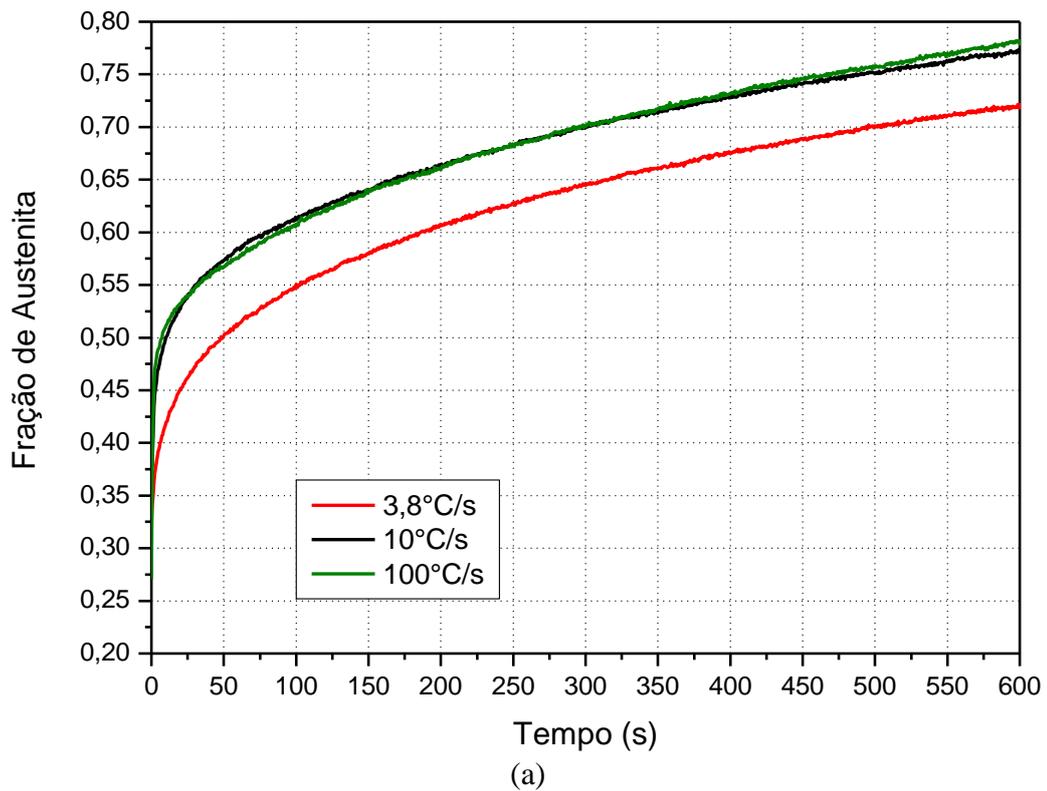


Figura 5.30 – Efeito da taxa de pré-aquecimento na fração de austenita formada em função do tempo, durante o patamar isotérmico de 10 minutos a 780°C (a). Detalhe dos primeiros 24s do patamar (b).

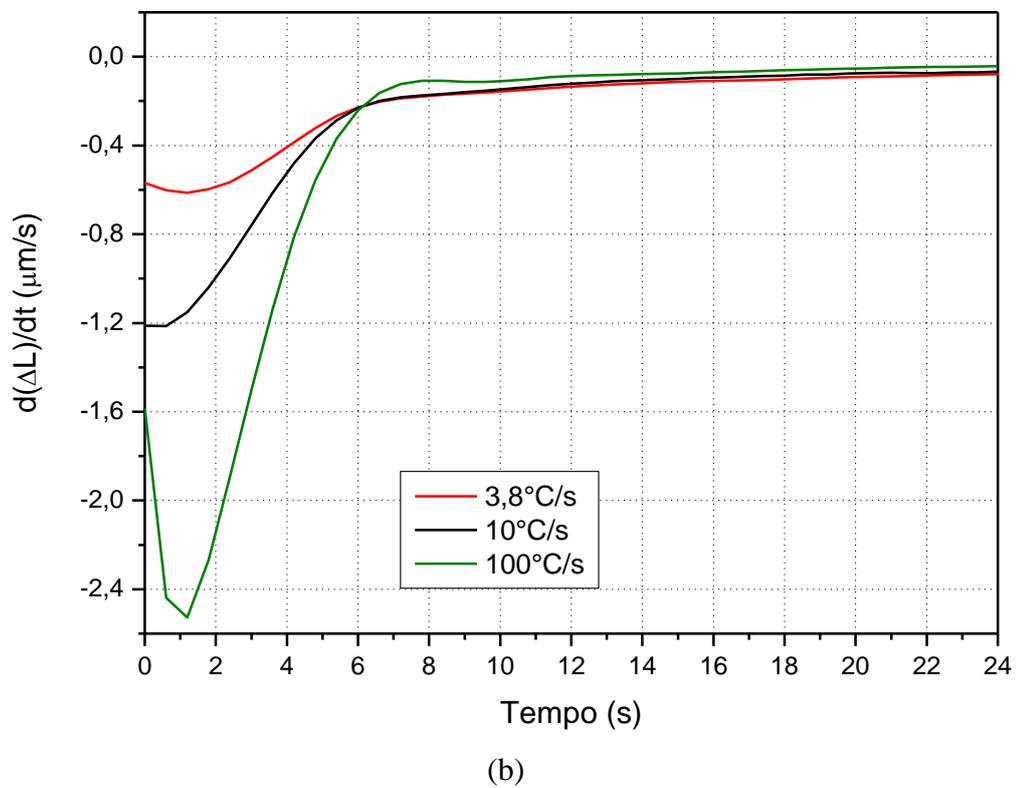
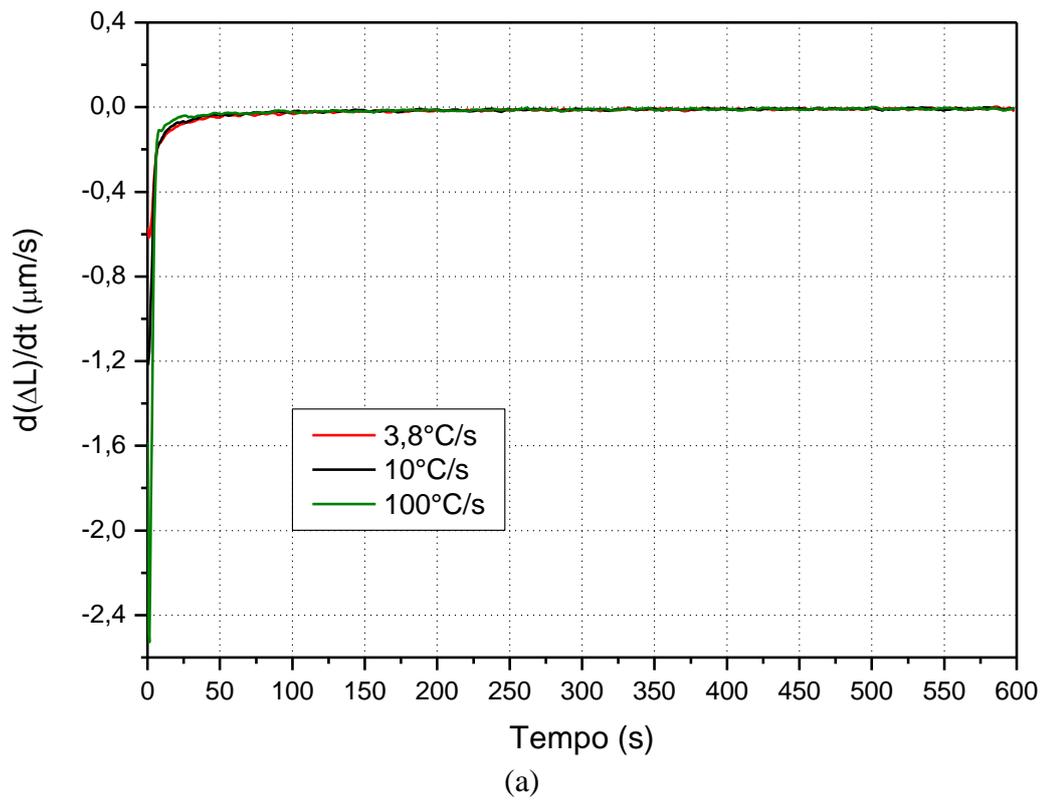


Figura 5.31 – Derivada da variação de comprimento do corpo de prova durante os primeiros 100s do patamar de 10 minutos a 780°C (a). Detalhe dos primeiros 24s do patamar (b).

De acordo com as figuras 5.29 e 5.31, ocorreu certa instabilidade nos primeiros instantes do patamar isotérmico. A análise dos dados brutos gerados no dilatômetro revelou que, com 100°C/s, a temperatura demorou 3,6s para estabilizar em 780°C, chegando a atingir o valor de pico de 789°C. A 10°C/s, estes valores foram, respectivamente, 3,3s e 784°C, enquanto que a 3,8°C houve 2,3s de instabilidade térmica, com a temperatura atingindo o valor máximo de 782°C.

A taxa de formação de austenita com o tempo, no início do patamar, é tão elevada quanto maior a taxa de pré-aquecimento, como revela uma rápida inspeção nas figuras 5.30(b) e 5.31(b). Na figura 5.31(b) mostra-se ainda que decorridos 6 segundos de ensaio isotérmico, a taxa de variação dimensional se estabiliza em um valor de cerca de -0,2µm/s, tendendo assintoticamente para o valor de -0,01µm/s no final do tempo de 10 minutos, conforme ilustra a figura 5.31(a), independentemente da taxa de aquecimento. Isto significa que a maior parte da diferença relativa em termos de fração de austenita formada, que se observa entre as diferentes taxas de aquecimento aplicadas, mostrada na figura 5.30, se estabeleceu neste pequeno intervalo de tempo de 6s, como consequência de diferenças na taxa de formação da austenita e de instabilidades inerentes ao ensaio, ligadas à interrupção do aquecimento para a realização do patamar isotérmico. Daí em diante, até o final do patamar de 10 minutos, a taxa de transformação da austenita evolui praticamente com o mesmo valor, independente da taxa de pré-aquecimento. Ou seja, durante todo o tempo restante do patamar isotérmico, os mecanismos prevalentes na formação da austenita atuam numa dinâmica bem diferente da que se observa numa condição de aquecimento contínuo até a completa austenitização da microestrutura. Na tabela V.6, mostra-se o valor da fração da austenita formada no início, a 6s e no final do patamar, a 600s, para cada uma das taxas de aquecimento empregadas.

Tabela V.6 – Fração de austenita formada durante o patamar isotérmico, determinada mediante o uso da regra da alavanca.

Taxa de Aquecimento (°C/s)	Fração de austenita durante o encharque		
	0s	6s	600s
3,8	0,32	0,40	0,72
10	0,35	0,48	0,77
100	0,27	0,49	0,78

A figura 5.29 mostra ainda que a execução do patamar isotérmico de 10 minutos antecipou o fim da formação da austenita quando o ensaio foi realizado com taxa de 100°C/s, mas não alterou sensivelmente a conclusão deste processo nas demais taxas de pré-aquecimento.

De acordo com a figura 5.30, 10 minutos de tempo de encharque a 780°C não foi tempo suficiente para promover a formação da fração volumétrica de austenita de equilíbrio, uma vez que a transformação ainda continua ocorrendo, como se pode inferir pelo fato das curvas apresentarem inclinação positiva. Embora a taxa de transformação esteja num ritmo bastante lento, como indica a taxa de variação dimensional relativamente baixa, de -0,01µm/s, no final do encharque.

Mohanty e co-autores (MOHANTY, *et al.*, 2011) investigaram a formação da austenita em um aço *dual phase* com uma composição química à base de 0,08%C-1,90%Mn e com adições de Cr, Mo Si e Nb. Os autores empregaram taxas de aquecimento de 10K/s e 50K/s, registrando aumento na fração de austenita com a taxa de pré-aquecimento, de modo semelhante ao encontrado no presente estudo. Segundo Mohanty e colaboradores, o aumento da fração de austenita foi causado pela predominância de seu processo de crescimento sobre o de nucleação, o qual, por outro lado, prevalece quando a taxa de pré-aquecimento é relativamente mais baixa.

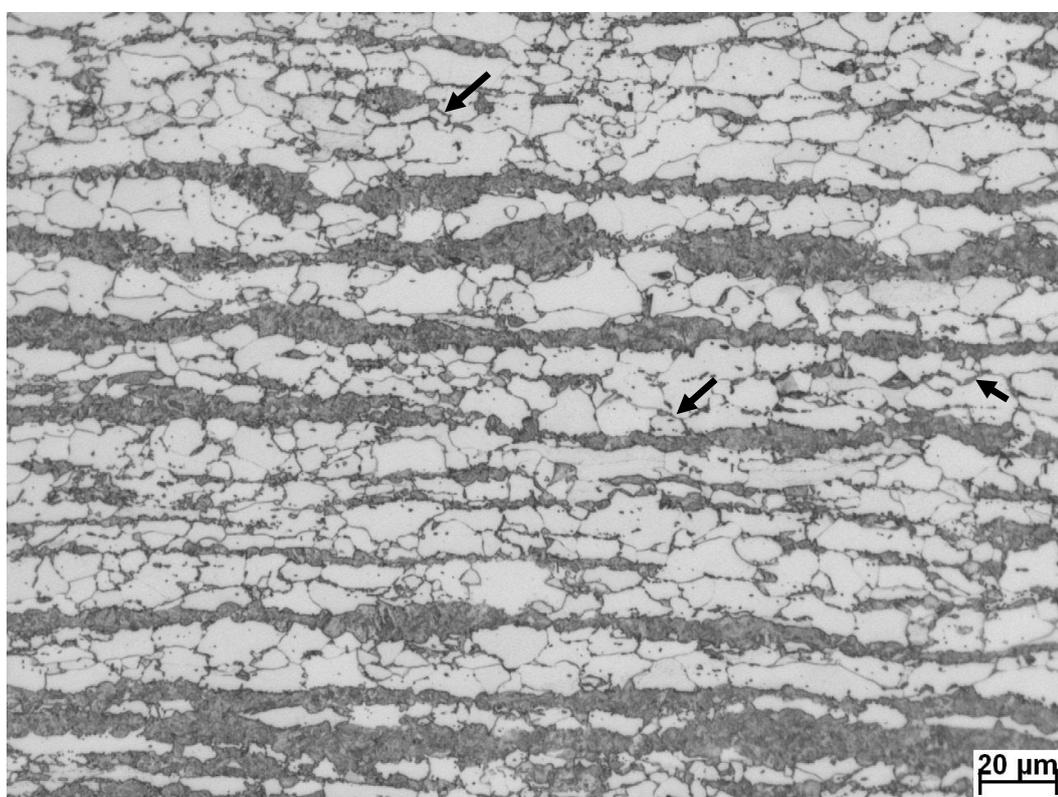
Resultados similares aos encontrados no presente estudo também foram reportados por Huang e colaboradores (HUANG, *et al.*, 2004), em trabalho no qual foi investigada a formação de austenita em um aço *dual phase* do tipo C-Mn-Mo, submetido a 55% de redução a frio. Seu argumento para justificar as diferenças na cinética de formação da austenita se fundamentou na interação entre este processo e a recristalização da ferrita. Eles verificaram que, ao empregarem 100°C/s de taxa de aquecimento, aproximadamente 90% dos grãos ferríticos permaneciam não-recristalizados ao iniciarem o patamar isotérmico, que em seu trabalho foi de 750°C. Por outro lado, com taxa de aquecimento de 1°C/s, empregada por eles, a ferrita já se encontrava totalmente recristalizada no início do patamar. Os autores argumentaram então, que, com taxa de 100°C/s, os contornos de grãos ferríticos não ofereciam sítios adequados para a

nucleação da austenita, em virtude de sua mobilidade motivada pelo processo de recristalização da ferrita. Dessa forma, a formação da austenita se deu a partir do alongamento e engrossamento de seus próprios grãos, formados previamente onde antes se encontrava a perlita, num processo de rápido crescimento. Por outro lado, Yang e colaboradores (YANG, *et al.* 1985), num meticoloso trabalho de caracterização metalográfica, reportaram a ocorrência de formação de austenita em contornos de grãos ferríticos durante o processo de recristalização, o que, em princípio, parece contradizer o argumento de Huang e co-autores.

O aspecto típico da microestrutura das amostras, avaliadas no presente estudo, no início do patamar isotérmico, e do produto como laminado a frio para comparação, está mostrado na figuras 5.32 a 5.35.

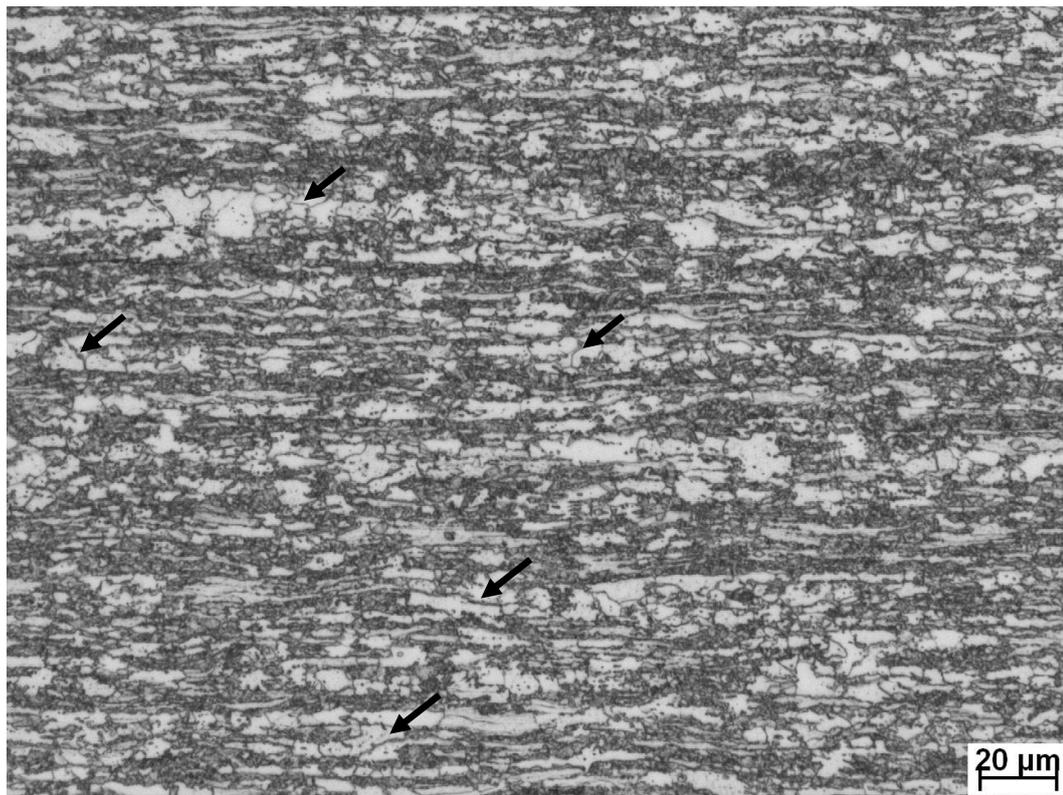


(a)

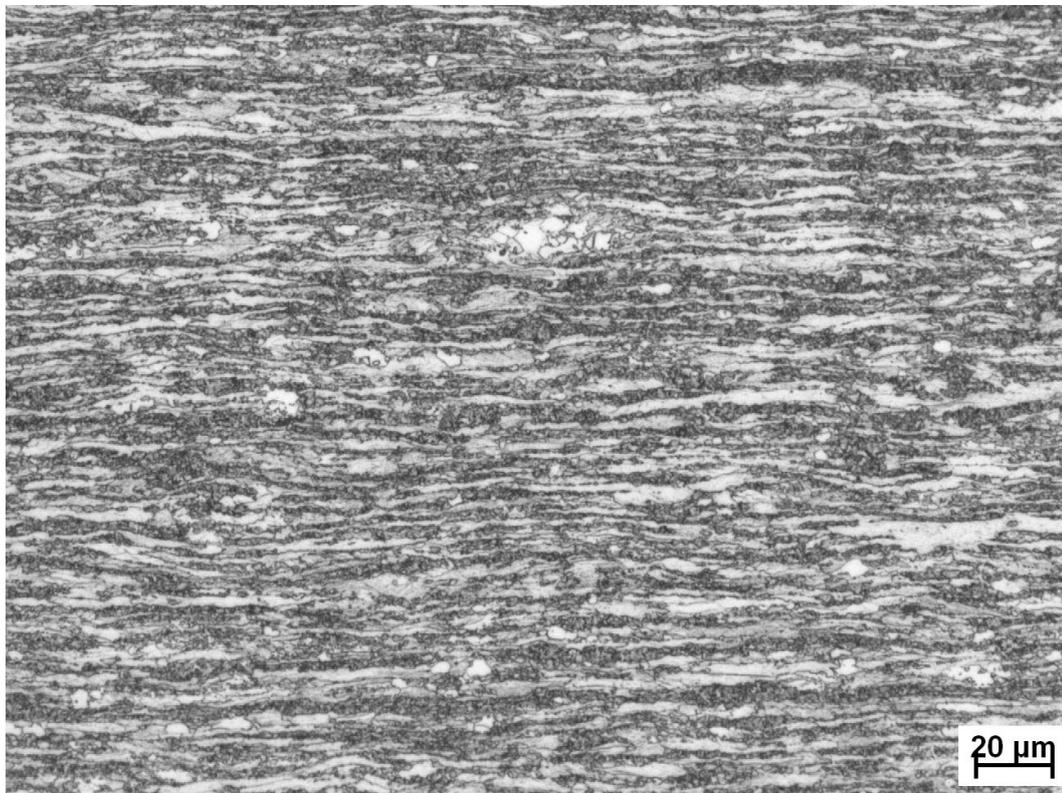


(b)

Figura 5.32 – Aspecto da microestrutura do produto como laminado a frio (a) e a 780°C, após pré-aquecimento com 3,8°C/s (b). Microscopia óptica. Nital 4%. As setas indicam 2ª fase em contornos de grão da ferrita.

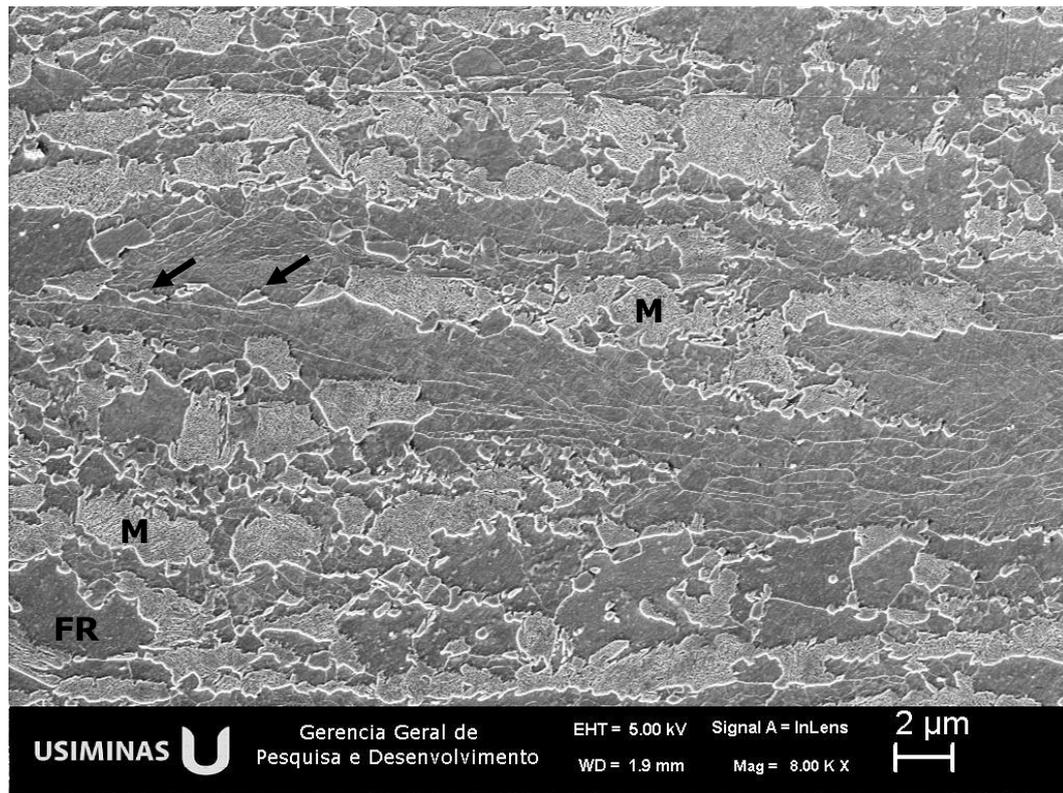


(a)

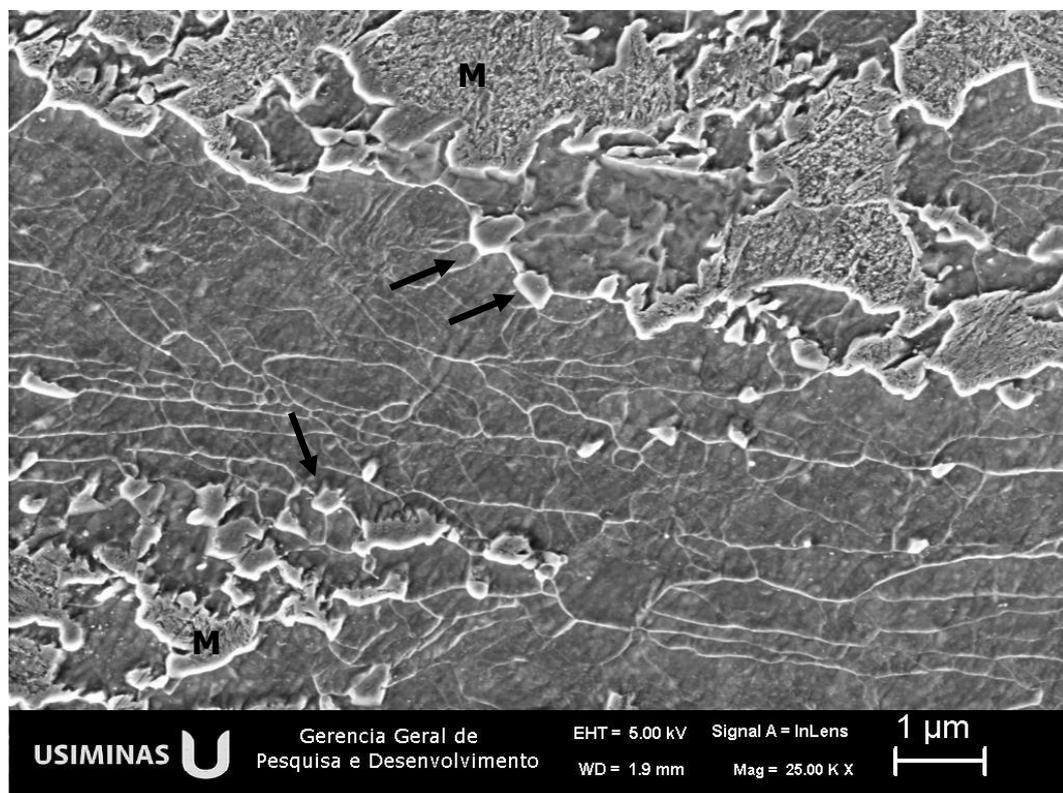


(b)

Figura 5.33 – Aspecto da microestrutura do produto a 780°C após pré-aquecimento com 10°C/s (a) e com 100°C/s (b). Microscopia óptica. Nital 4%. As setas indicam 2ª fase em contornos de grão da ferrita.

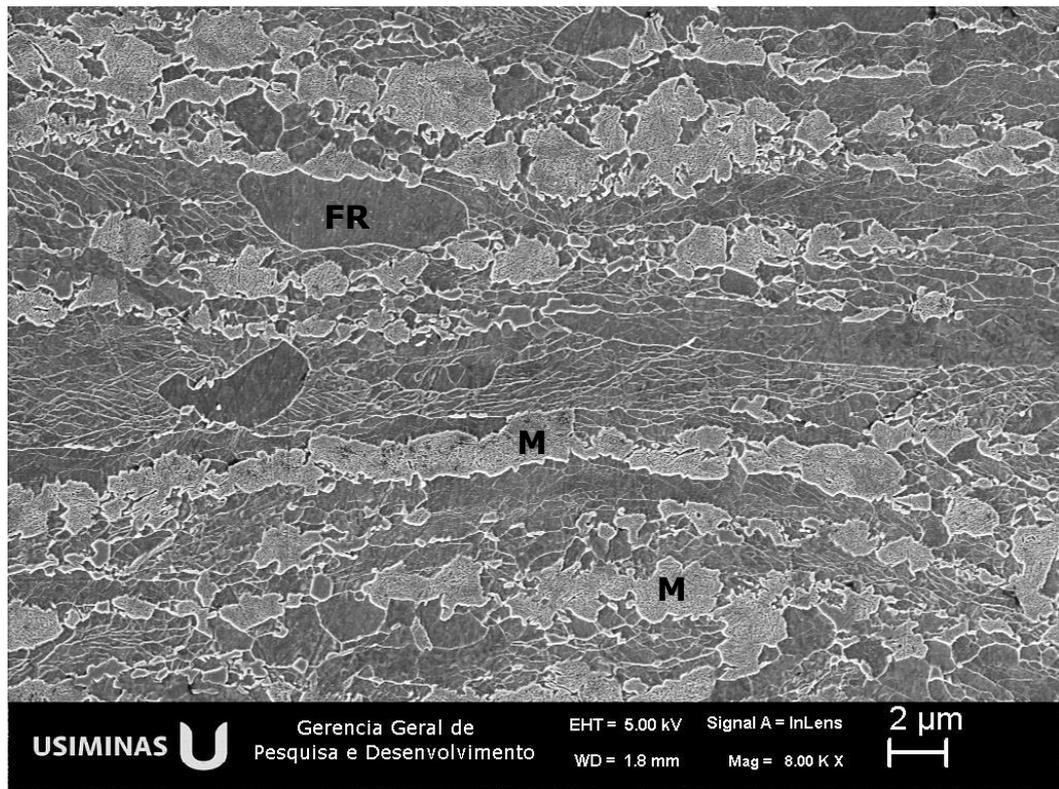


(a)

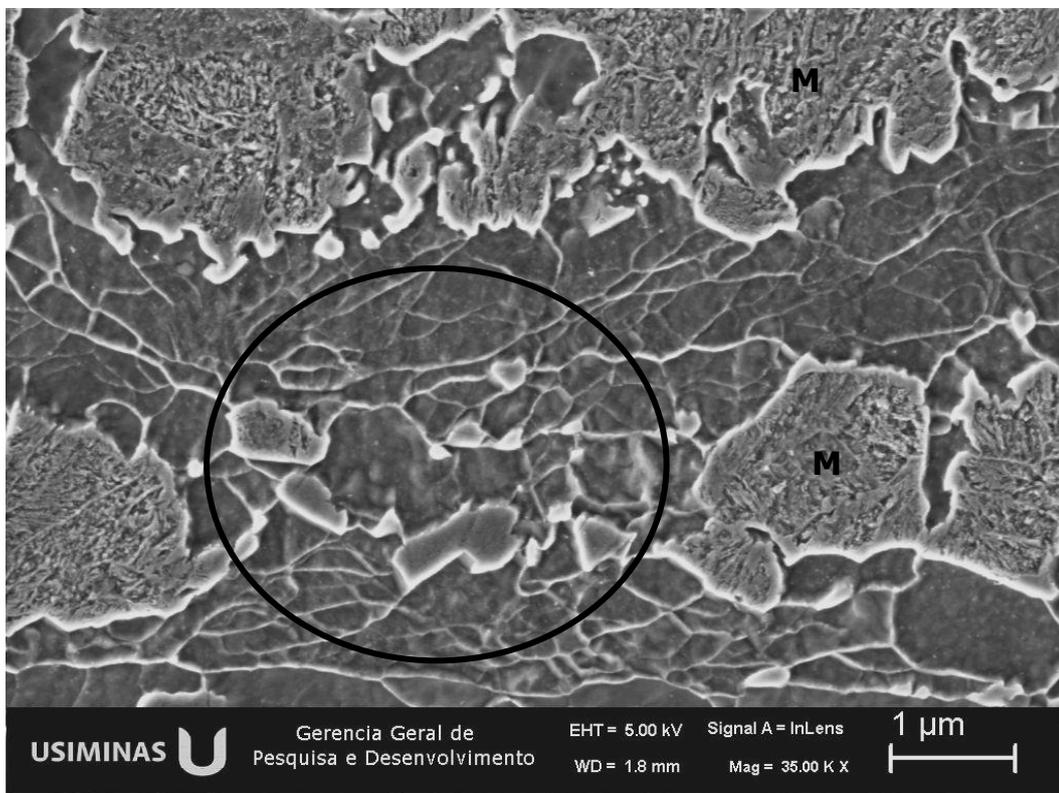


(b)

Figura 5.34 – Aspecto da microestrutura do produto a 780°C após pré-aquecimento com 10°C/s. MEV após Nital 4%. As setas indicam 2ª fase em contornos de grão da ferrita. FR - ferrita recristalizada, M – martensita.



(a)



(b)

Figura 5.35 – Microestrutura do produto a 780°C após pré-aquecimento com 100°C/s. MEV após Nital 4%. FR – ferrita recristalizada, M – martensita. O círculo destaca partículas de 2ª fase em contornos de grão da ferrita.

Conforme havia sido apresentado e discutido na seção 5.3, com taxa de aquecimento de  $3,8^{\circ}\text{C/s}$ , a ferrita já se encontra totalmente recristalizada a  $780^{\circ}\text{C}$ , como se pode ver uma vez mais na figura 5.32(b). As setas nesta figura ilustram a presença de austenita ocupando os contornos de grão da ferrita, como se pode ver também em outras regiões ao longo de toda a microestrutura.

Conforme se observa nas figuras 5.34 e 5.35, a  $780^{\circ}\text{C}$  a austenita já consumiu todas as regiões onde antes se encontravam as colônias de perlita em dissolução. Isto confirma os resultados mostrados nas figuras 5.25 a 5.27, que indicaram que a temperatura  $A_{c0}$  não foi afetada pela taxa de aquecimento. Estas figuras mostram também que houve uma considerável sobreposição entre a recristalização da ferrita e a formação da austenita, especialmente com  $100^{\circ}\text{C/s}$  de taxa de aquecimento, condição na qual a recristalização ainda se encontra em estágio incipiente a  $780^{\circ}\text{C}$ . Apesar disso, a formação de austenita em contornos de grão da ferrita não foi evitada, mesmo naqueles não recristalizados. Esta observação contraria a afirmação de Huang e co-autores (HUANG, *et al.*, 2004), de que os grãos ferríticos não-recristalizados não poderiam ser sítios para a nucleação da austenita.

A figura 5.33 mostra que o aumento da taxa de aquecimento exacerbou sistematicamente o grau de bandeamento da microestrutura. Este efeito não foi causado pela nucleação da austenita já que ela ocorreu tanto na perlita quanto nos contornos de grão da ferrita, conforme se afirmou acima. O efeito determinante para o aumento do grau de bandeamento foi a predominância de mecanismos de crescimento da austenita capazes de privilegiar uma rápida redistribuição de carbono, em resposta ao aumento da taxa de aquecimento. Assim sendo, com  $100^{\circ}\text{C/s}$  de taxa de aquecimento, a austenita cresceu majoritariamente consumindo as bandas achatadas e alongadas de perlita, resultando daí o bandeamento microestrutural observado.

Nos ensaios com taxa de aquecimento de  $3,8^{\circ}\text{C/s}$ , por outro lado, o crescimento da austenita nas colônias de perlita não inibiu sua formação ao longo dos contornos de grão da ferrita, uma vez que houve tempo suficiente para que ocorresse uma mais extensa

redistribuição de carbono entre as frentes de transformação de fase. A figura 5.32(b) ilustra o aspecto da microestrutura a 780°C, para esta condição.

A taxa de aquecimento de 10°C/s, por sua vez, representa uma condição intermediária, na qual ainda foi possível algum crescimento da austenita nos contornos de grão da ferrita, conforme ilustra a figura 5.33(a).

A taxa de aquecimento de 3,8°C/s possui maior interesse em aplicações industriais. Assim sendo, a formação da 2ª fase durante o aquecimento contínuo com esta taxa, foi inspecionada via MEV, em amostras obtidas interrompendo-se o aquecimento a 730°C e congelando-se sua microestrutura nesta temperatura, na qual a fração de austenita ainda é relativamente pequena. Os resultados estão mostrados na figura 5.36. O que se observa, nestas micrografias, obviamente, não é, de fato, a austenita, mas sim, o seu produto de transformação, tipicamente martensita e ou bainita. Nesta temperatura, a recristalização da ferrita já atingiu cerca de 80%, conforme ilustra a figura 5.14. A perlita, por outro lado, ainda se encontra presente na microestrutura, porém já em estágio de dissolução.

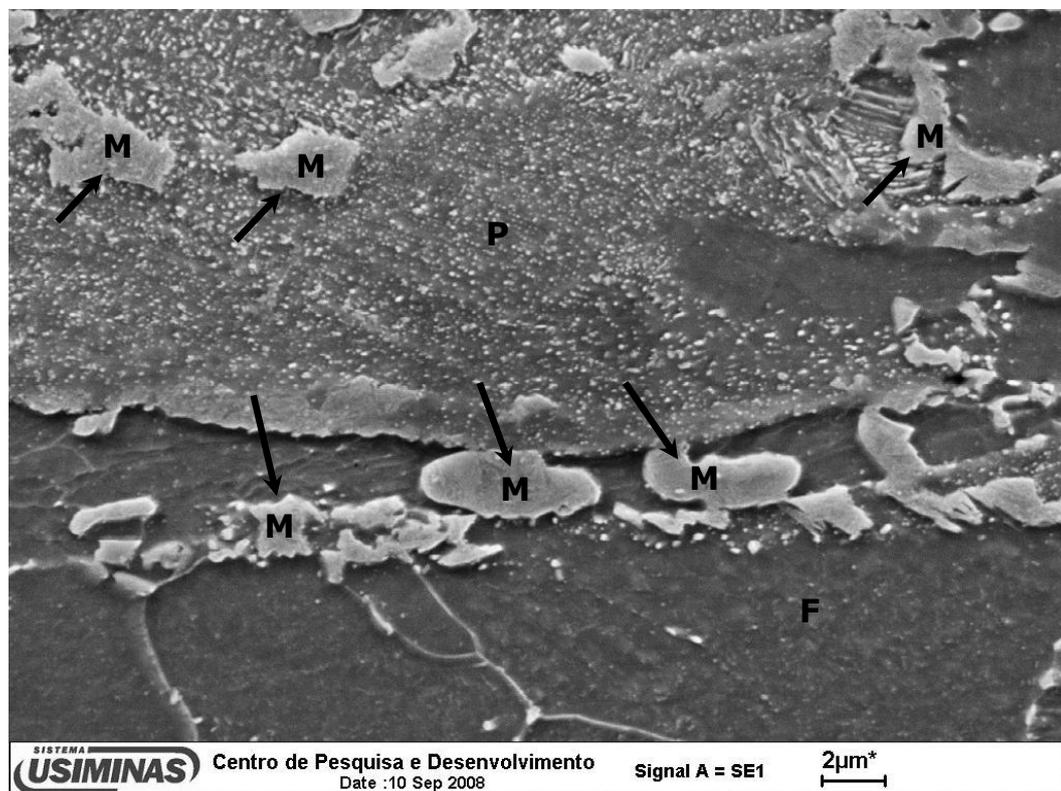
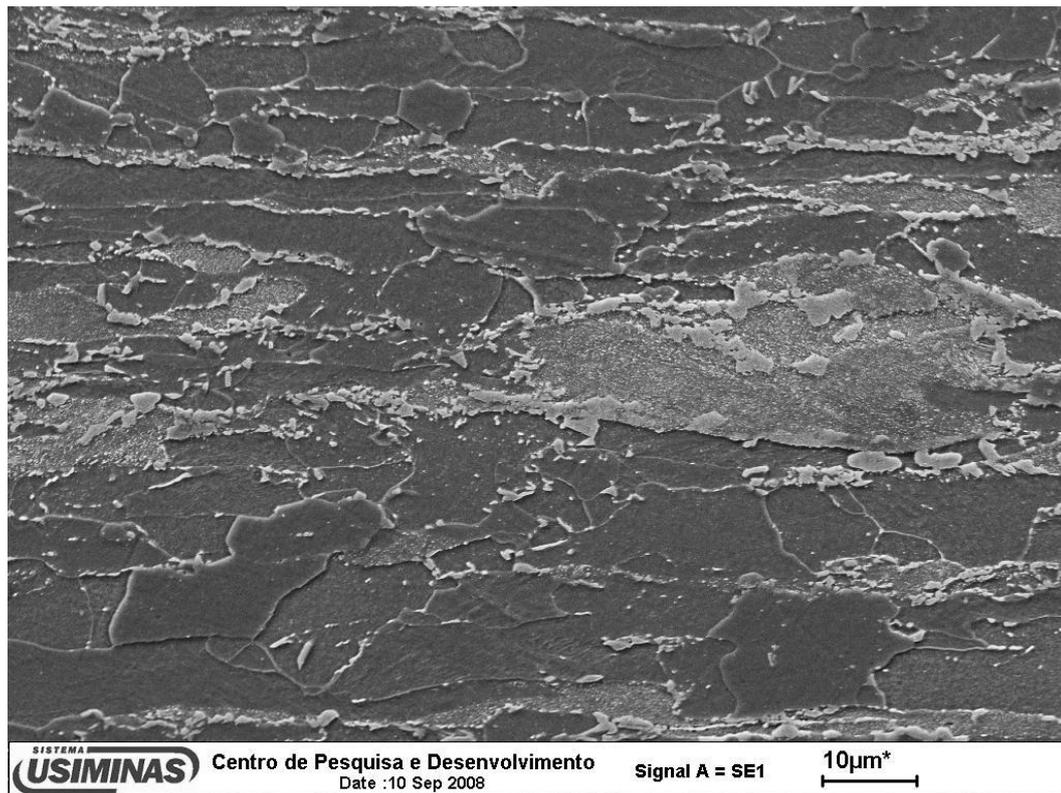


Figura 5.36 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 730°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M-martensita (austenita a 730°C); P-perlita; F-ferrita. As setas indicam os locais de formação da austenita.

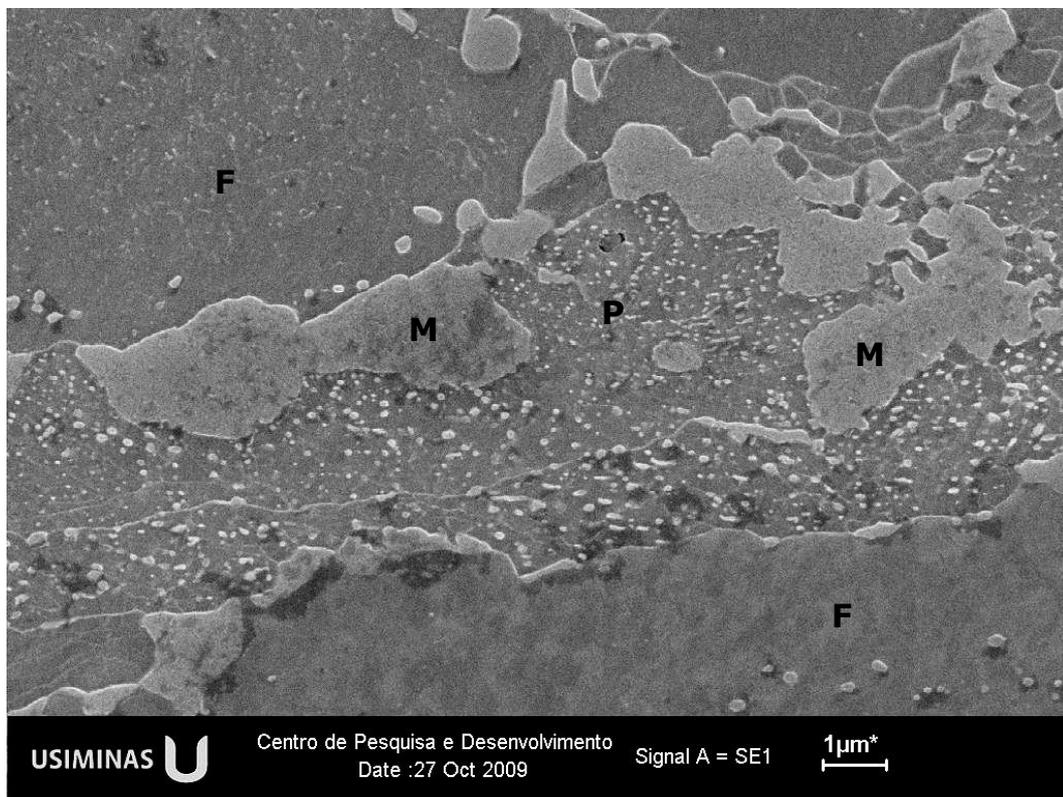
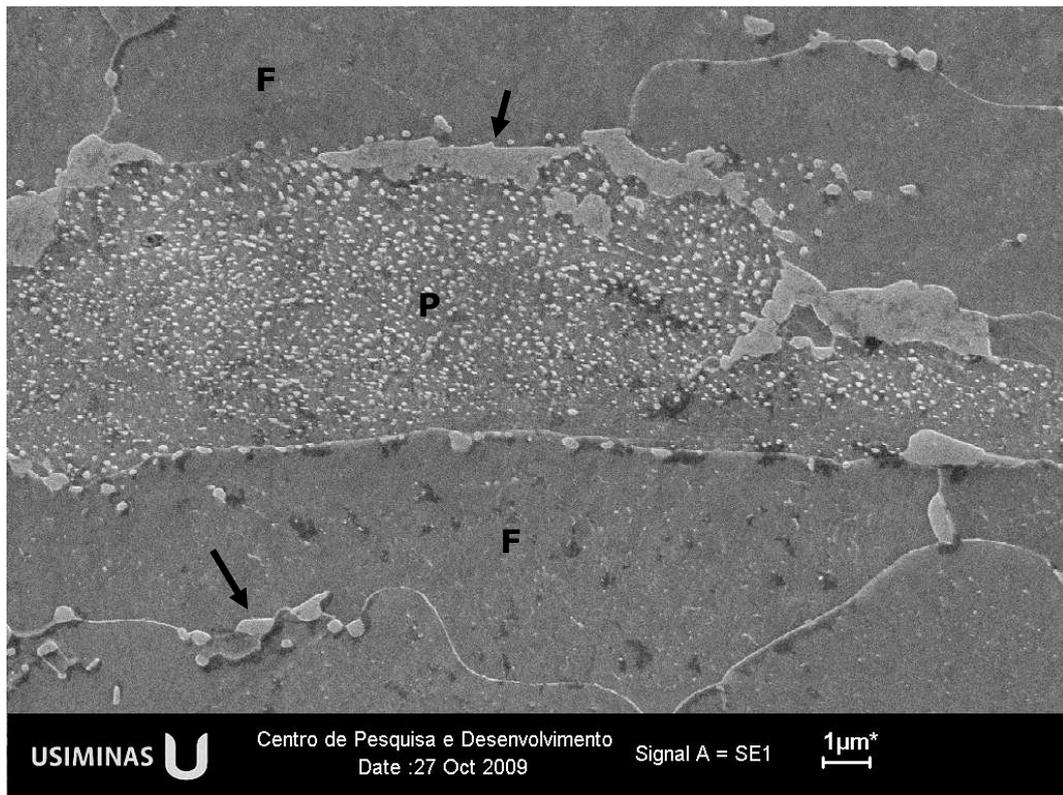


Figura 5.36 – Continuação.

De acordo com a figura 5.36, os locais preferenciais para a formação da austenita foram: (1) as interfaces perlita/ferrita; (2) os contornos de grão ferríticos; (3) interior da perlita; (4) partículas de cementita dispersas no interior de grãos ferríticos recristalizados.

Quando formada na interface ferrita/perlita, a austenita apresenta maior tendência de crescimento em direção ao interior da perlita. Tanto que, ao se atingir a temperatura de 760°C, verifica-se que, toda a perlita se transformou em austenita, conforme a figura 5.18.

Na sequência do aquecimento, a microestrutura do material foi congelada também nas temperaturas de 780°C, de 800°C e de 820°C. As micrografias estão ilustradas na figuras de 5.37 a 5.39.

Conforme se observa nas figuras de 5.37 a 5.39, com o aumento da temperatura de aquecimento verifica-se que a austenita passa a se decompor tipicamente em bainita do tipo superior, durante o resfriamento aplicado para congelar a microestrutura. Essa característica fica evidenciada, em especial, nas microestruturas obtidas a partir das temperaturas de 800°C e 820°C.

Este resultado decorre do fato de que, com o aumento da temperatura de aquecimento, cresce a fração de austenita formada, porém com menor concentração de carbono (BHADESHIA, 1999), o que tende a favorecer a formação de bainita superior durante o resfriamento subsequente. De acordo com cálculos realizados com o uso do *Thermo-Calc*, mostrados na seção 5.1, o mesmo deveria ocorrer com o manganês. Isto é, sua concentração na austenita deveria diminuir com a temperatura, o que reduziria ainda mais a temperabilidade da austenita. No entanto, as medidas feitas por micronálise, discutidas na seção anterior, revelaram que o perfil da distribuição de manganês entre ferrita e 2º constituinte praticamente não se alterou.

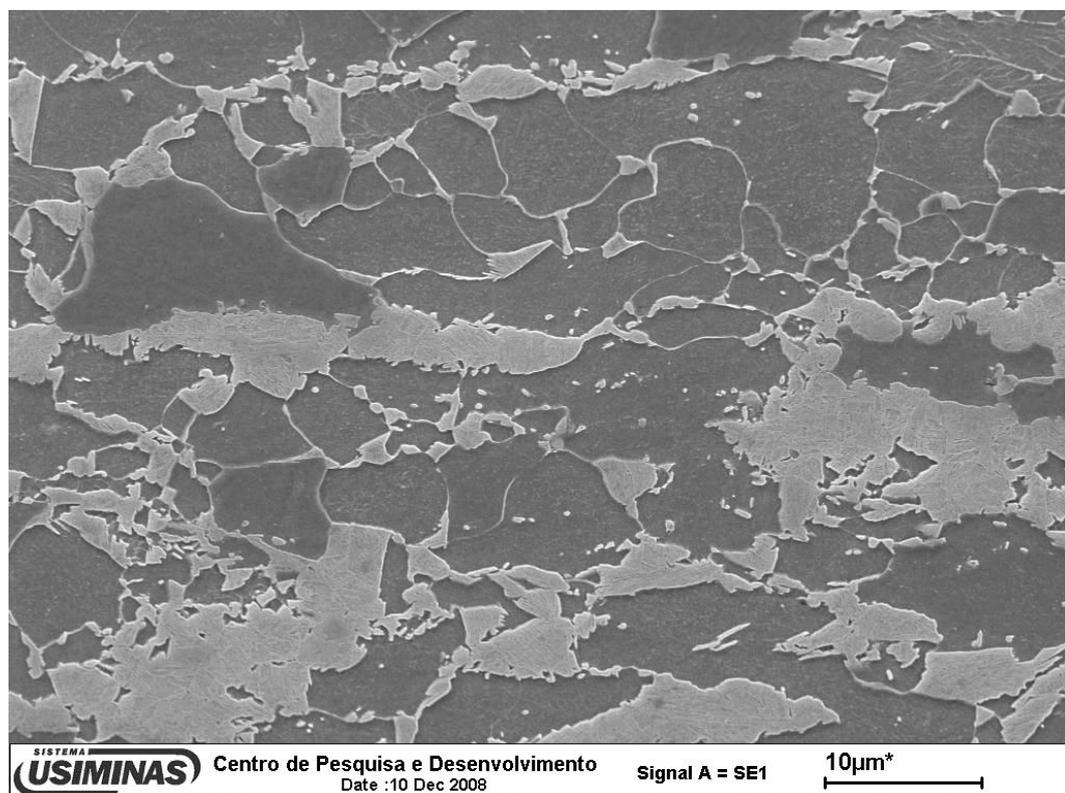
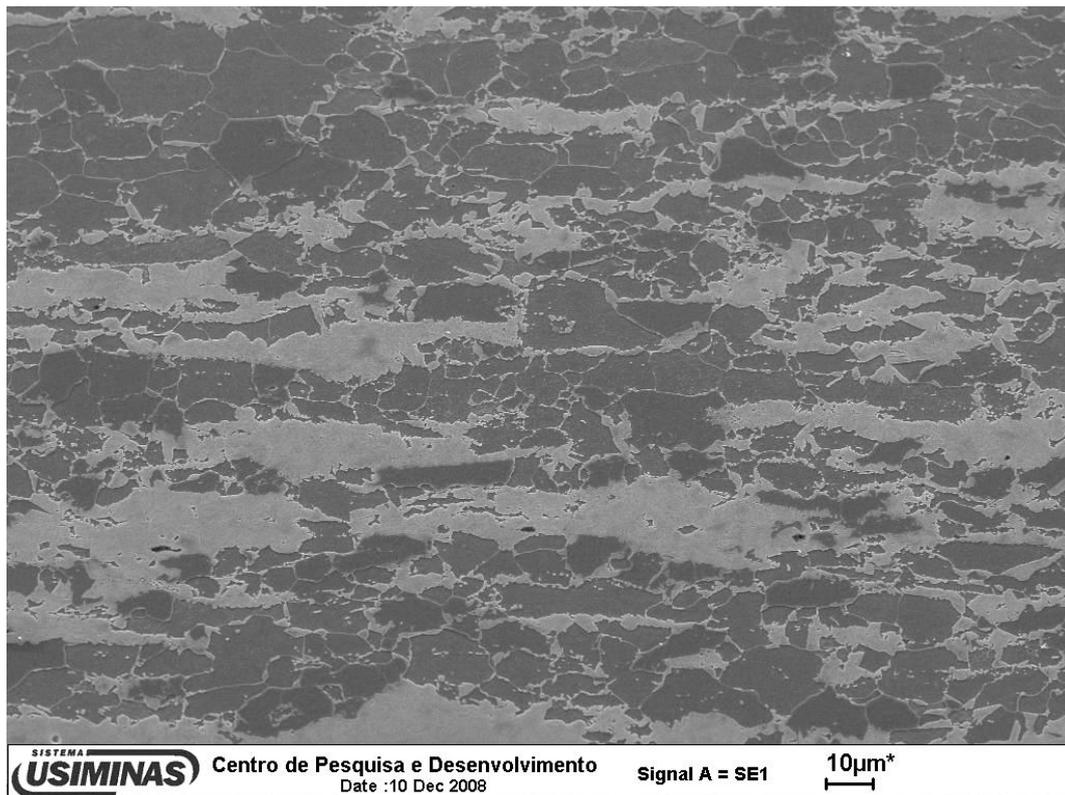


Figura 5.37 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 780°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%.

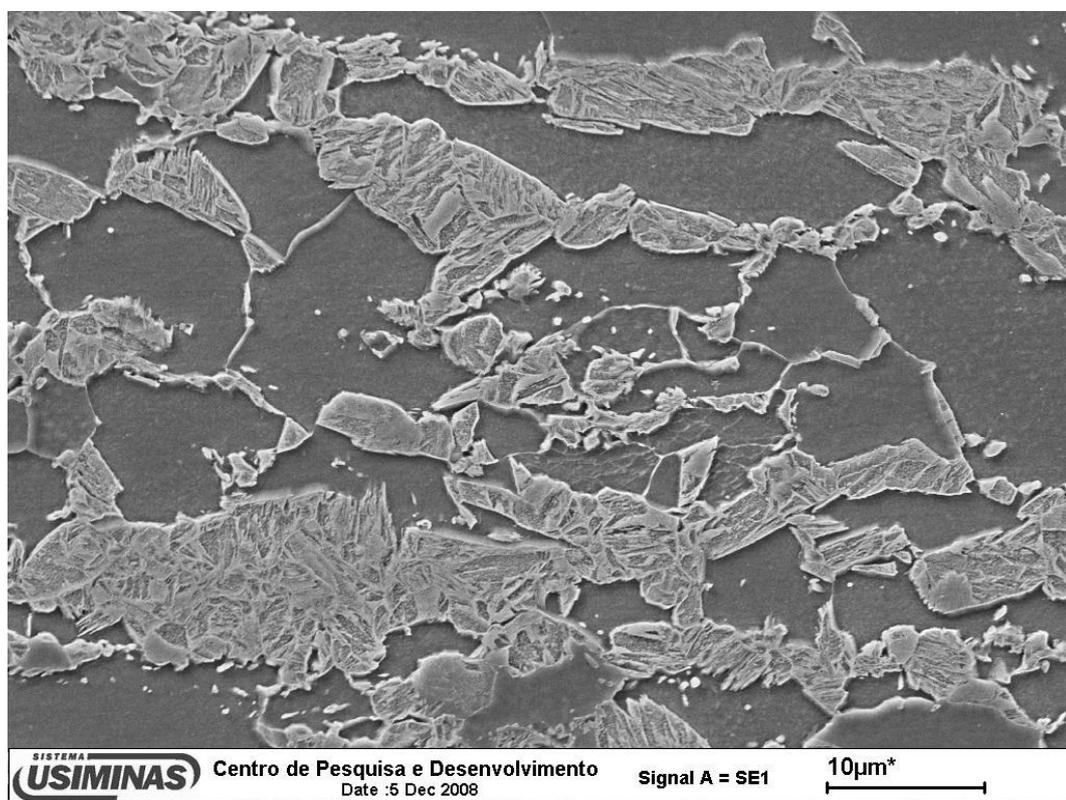
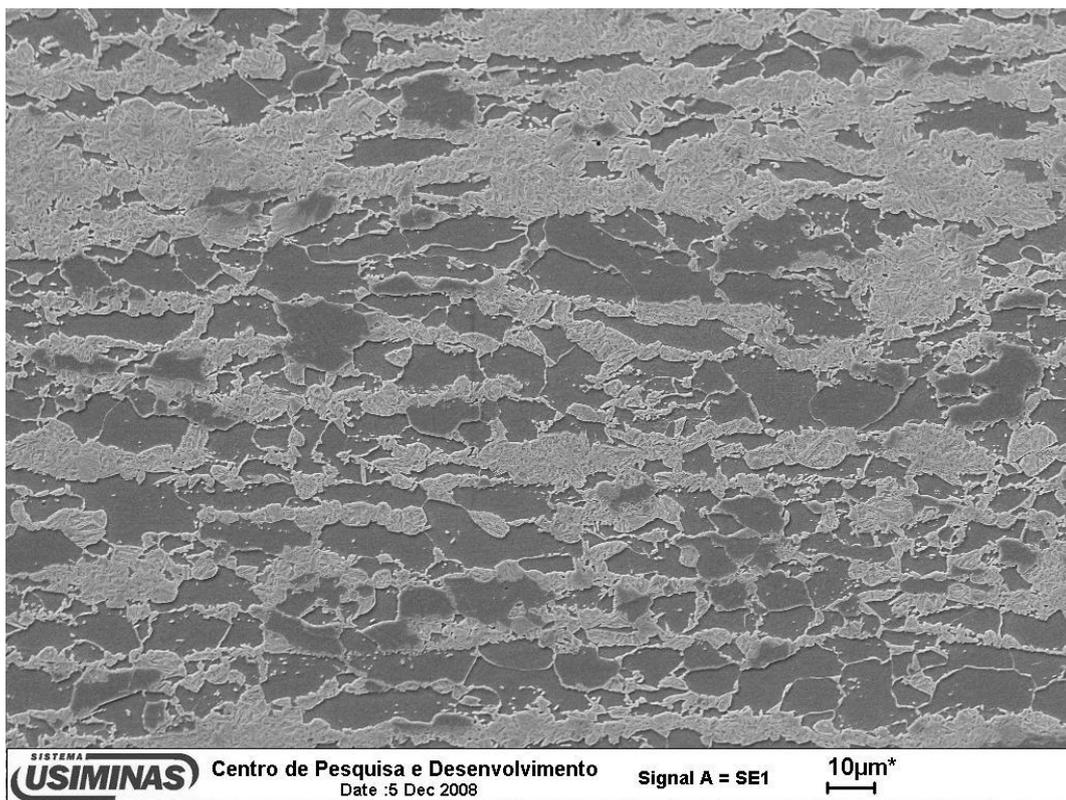


Figura 5.38 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 800°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%.

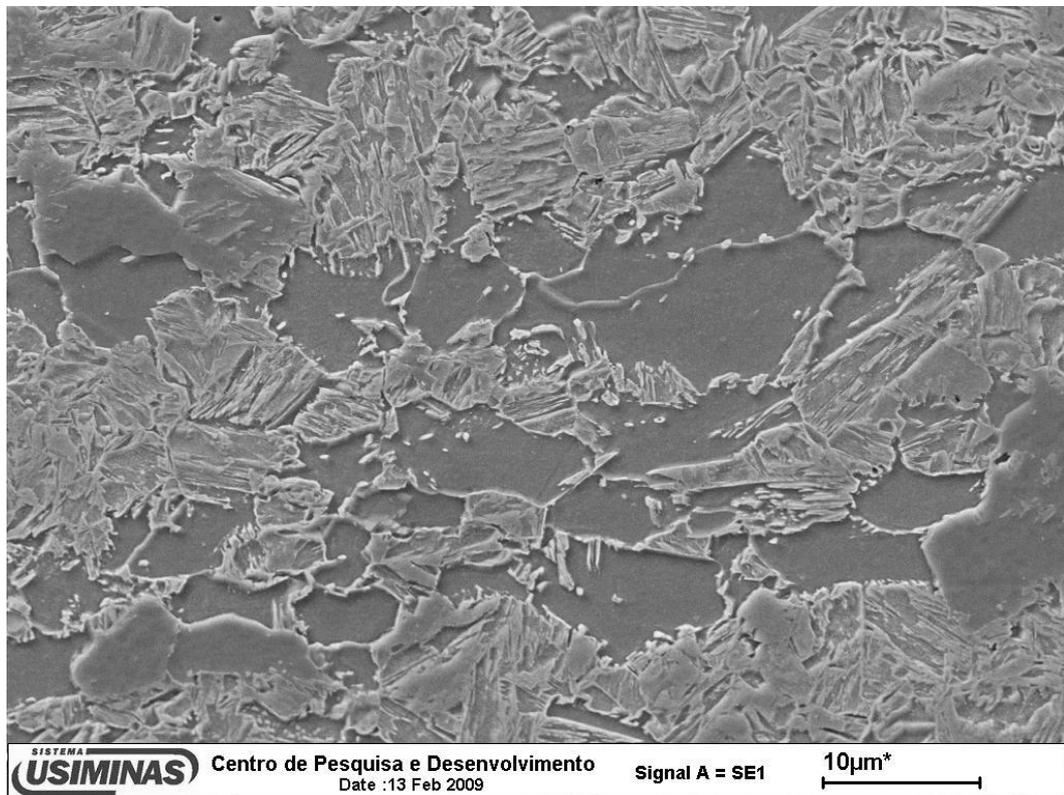
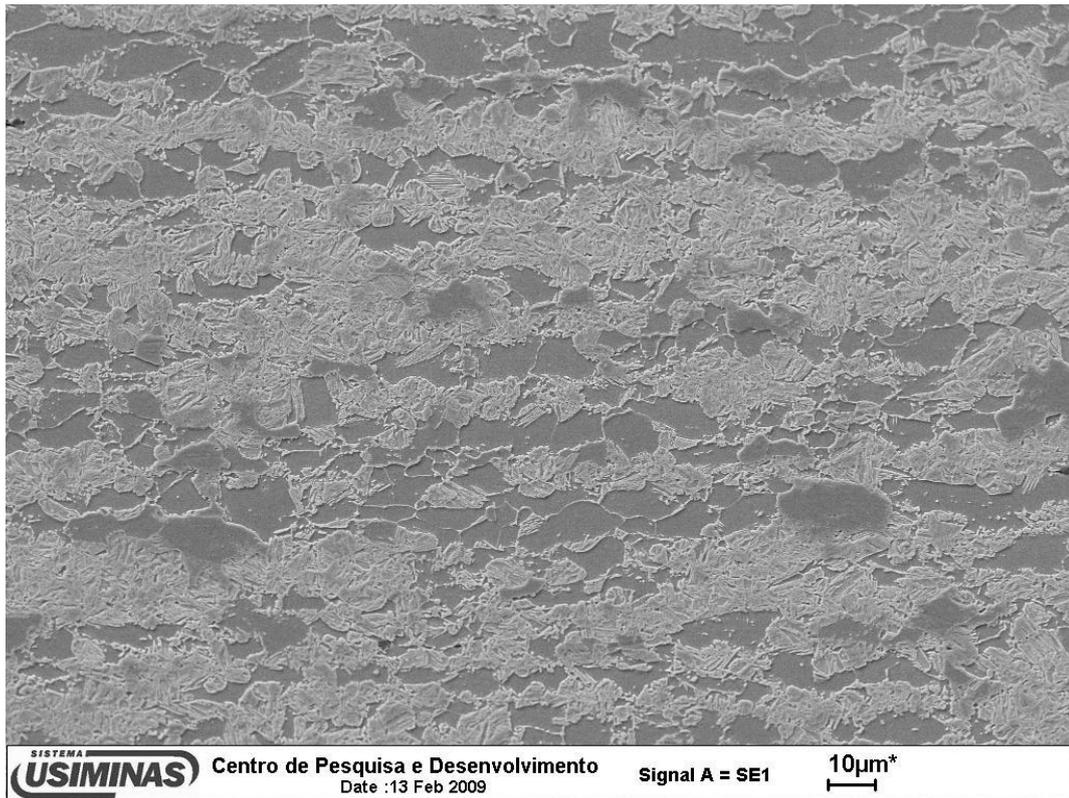


Figura 5.39 – Aspecto típico da microestrutura da amostra a 820°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%.

### 5.4.3. Etapa de encharque

Após a realização da etapa de aquecimento, o estágio seguinte do ciclo de recozimento intercrítico é o de encharque. Neste estágio, a fração de austenita, cuja formação se iniciou durante o aquecimento, aumenta segundo uma taxa relativamente lenta, conforme foi discutido na seção anterior, e está mostrado na figura 5.31.

As temperaturas selecionadas para a realização do encharque foram as seguintes: 740, 760, 780, 800 e 820°C, com pré-aquecimento a uma taxa uniforme de 3,8°C/s. O tempo de encharque foi de 72s. Como foi empregado um único e mesmo valor para a taxa de aquecimento, existe um lapso de tempo relativo ao início do encharque entre diferentes temperaturas. De acordo com o esquema de realização dos ensaios, que está descrito em detalhes na seção 4.4.2, as amostras foram temperadas em tempos pré-determinados ao longo do encharque, a fim de manter inalteradas as frações relativas de ferrita e de austenita. Como a austenita sofreu decomposição durante a têmpera, nas análises metalográficas o que se observa são os produtos de sua decomposição, tipicamente martensita e bainita.

As microestruturas foram analisadas por microscopia óptica e via MEV. Também foram feitas contagens da fração de 2ª fase ao final do encharque por meio do uso de *software* de análise de imagens geradas por microscopia óptica. Foram realizados ainda ensaios no dilatômetro, com o objetivo de estimar a fração de austenita formada durante o encharque, mediante o uso da regra da alavanca. As frações de 2ª fase obtidas com estes dois métodos foram comparadas com previsões teóricas levantadas com o *Thermo-Calc*. Finalmente, foram feitas medições de dureza do segundo constituinte formado durante o encharque. As medições foram feitas na escala Vickers com carga de 10gf.

O aspecto típico da microestrutura do material ao longo do encharque em cada uma das temperaturas, conforme observado via microscopia óptica, está ilustrado nas figuras de 5.40 a 5.44. O aspecto da microestrutura conforme observado via MEV no início e no fim do encharque, para cada uma das temperaturas empregadas, está ilustrado nas figuras 5.45 a 5.54.

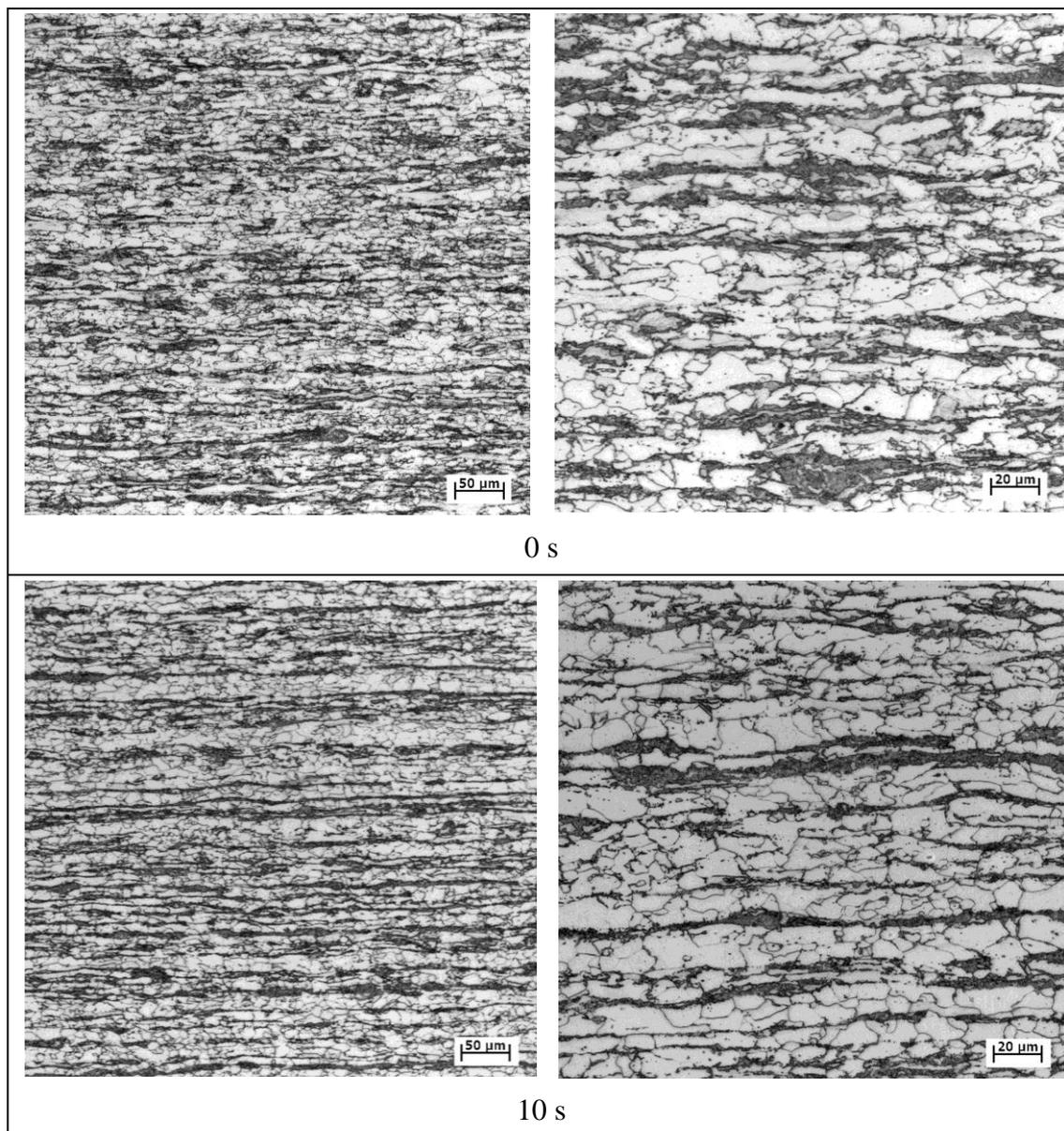


Figura 5.40 – Evolução da microestrutura com o tempo durante o encharque a 740°C, conforme observado via microscopia óptica, após ataque com nital a 4%.

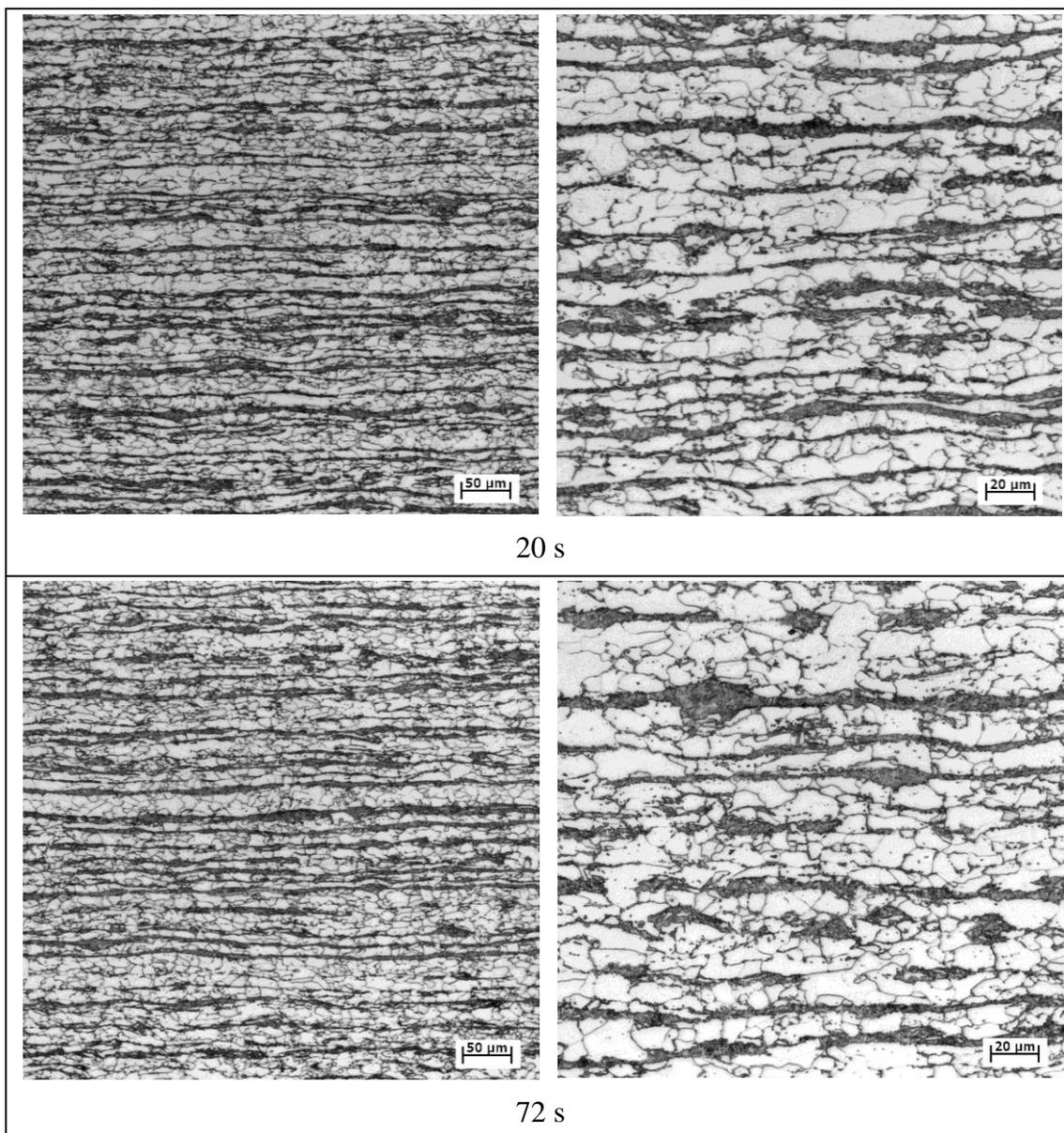


Figura 5.40 – Continuação.

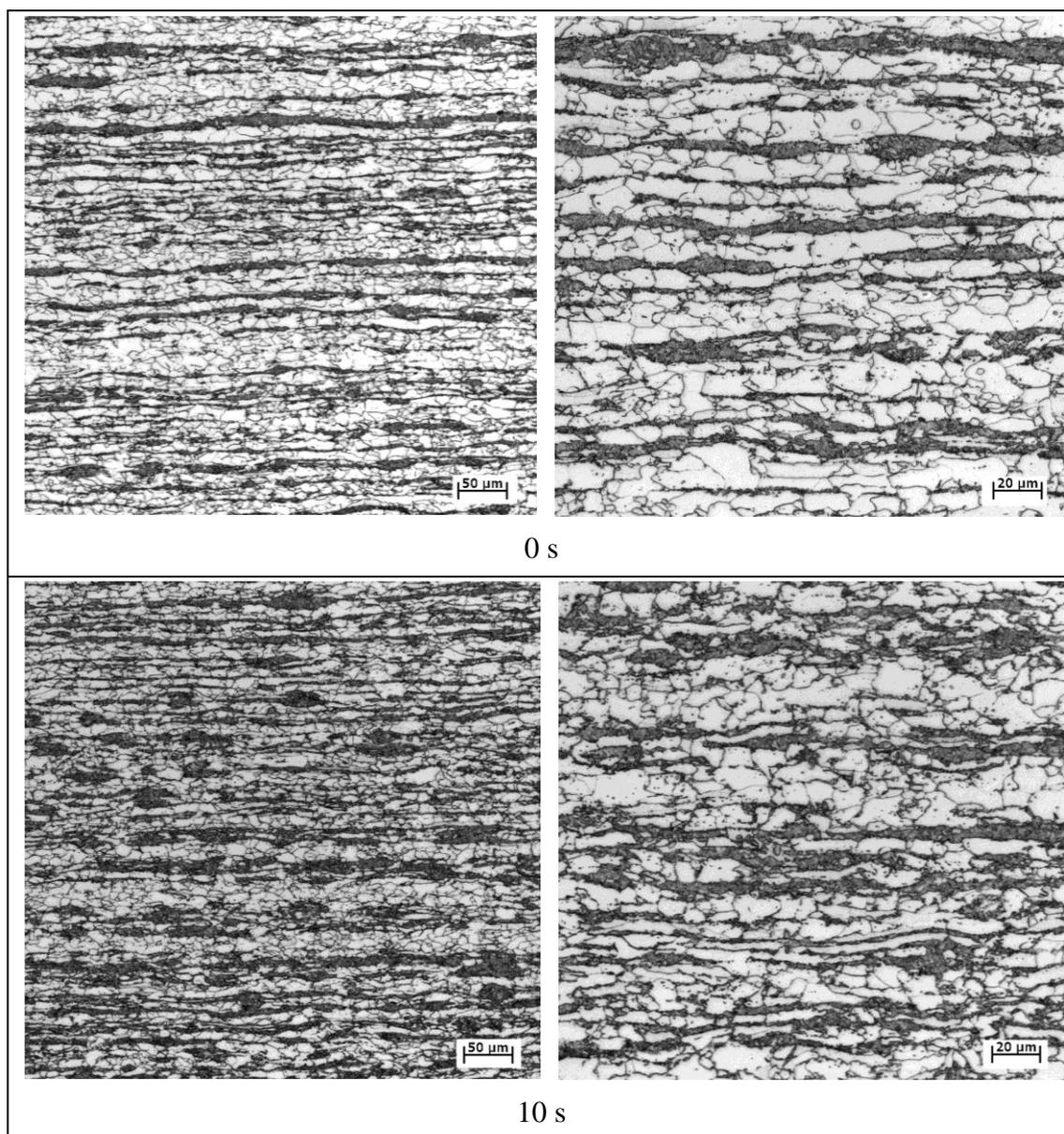


Figura 5.41 – Evolução da microestrutura com o tempo ao longo do encharque a 760°C, conforme observado via microscopia óptica, após ataque com nital a 4%.

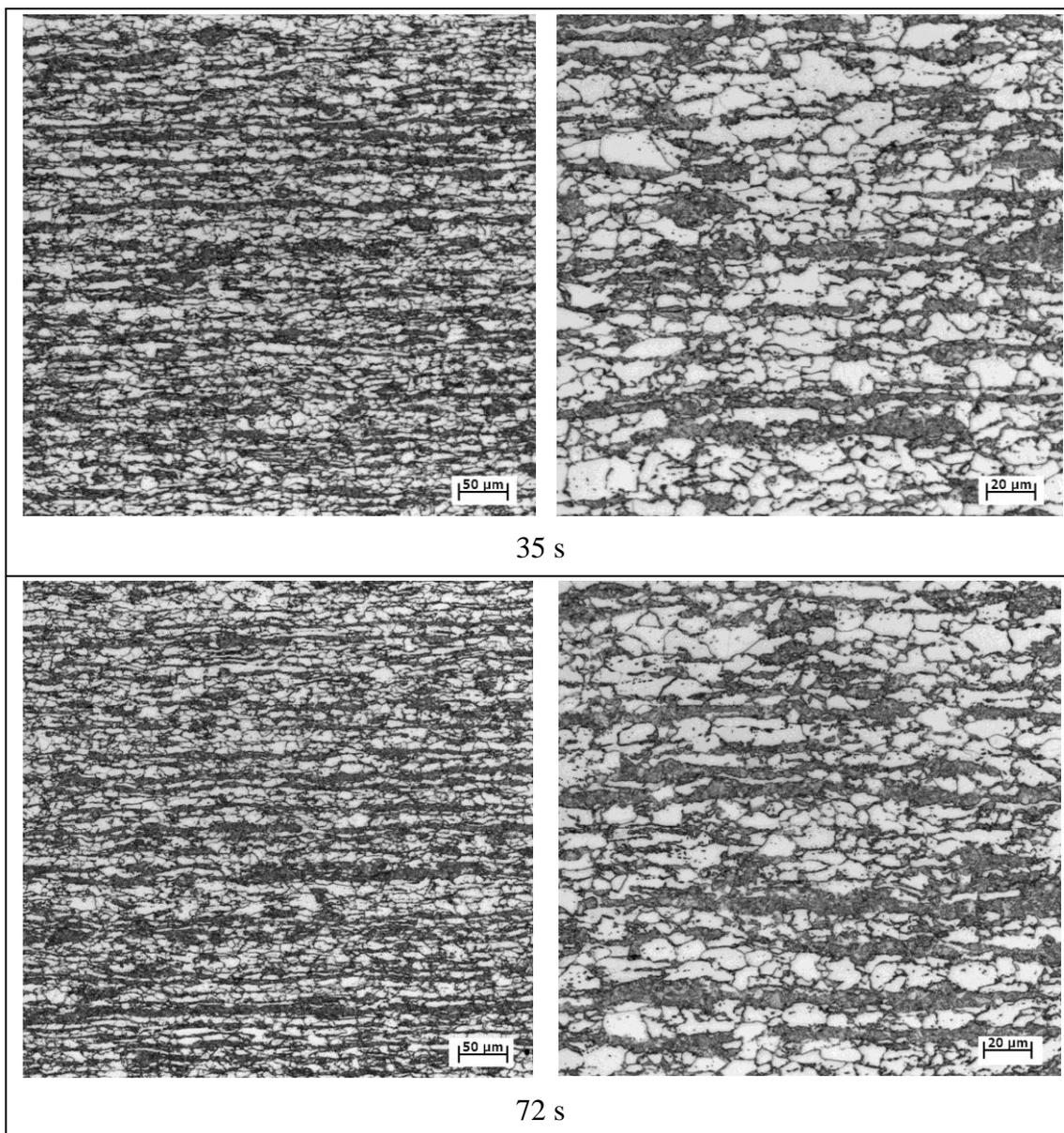


Figura 5.41 – Continuação.

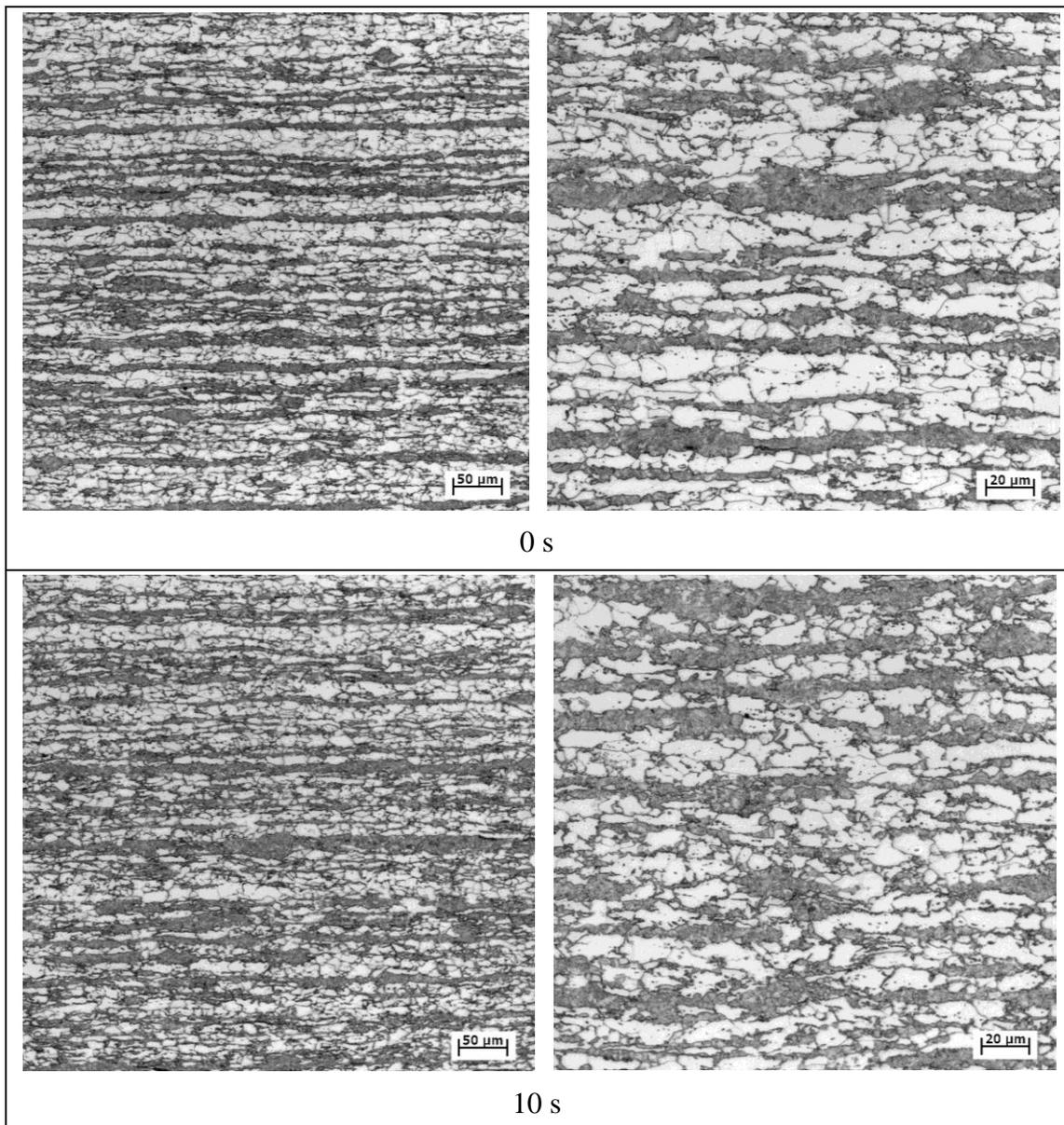


Figura 5.42 – Evolução da microestrutura com o tempo ao longo do encharque a 780°C, conforme observado via microscopia óptica, após ataque com nital a 4%.

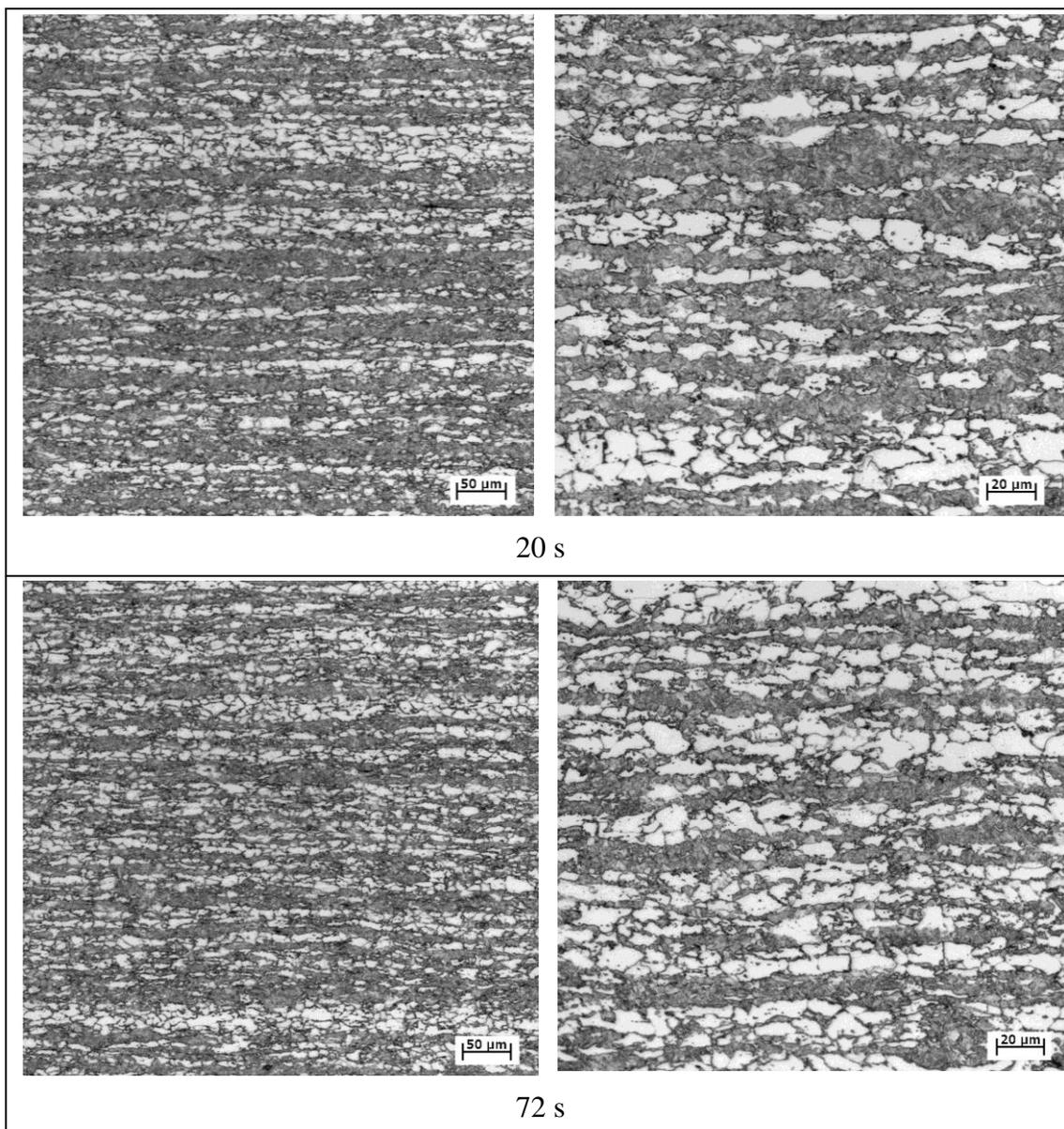


Figura 5.42 – Continuação.

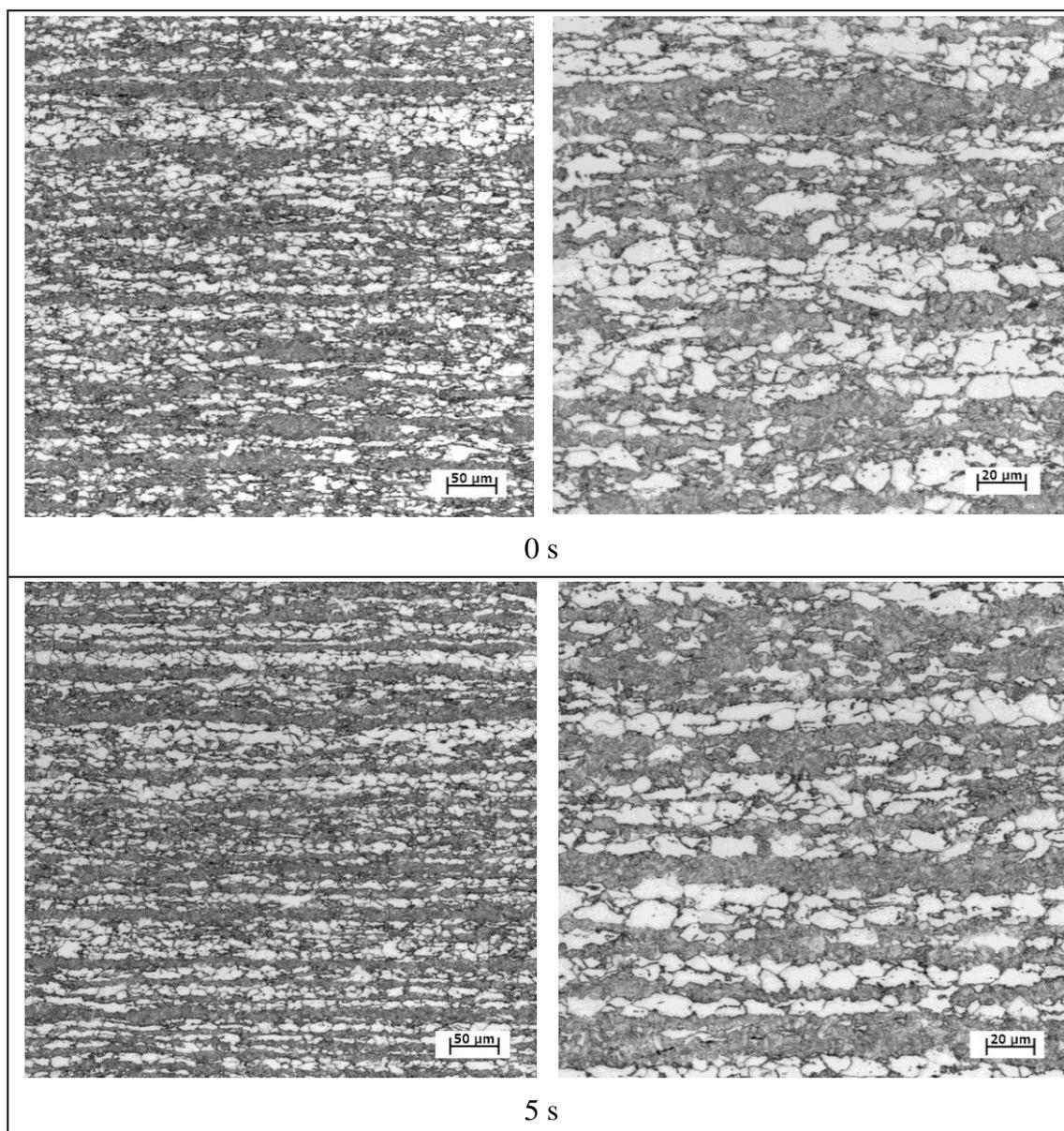


Figura 5.43 – Evolução da microestrutura com o tempo ao longo do encharque a 800°C, conforme observado via microscopia óptica, após ataque com nital a 4%.

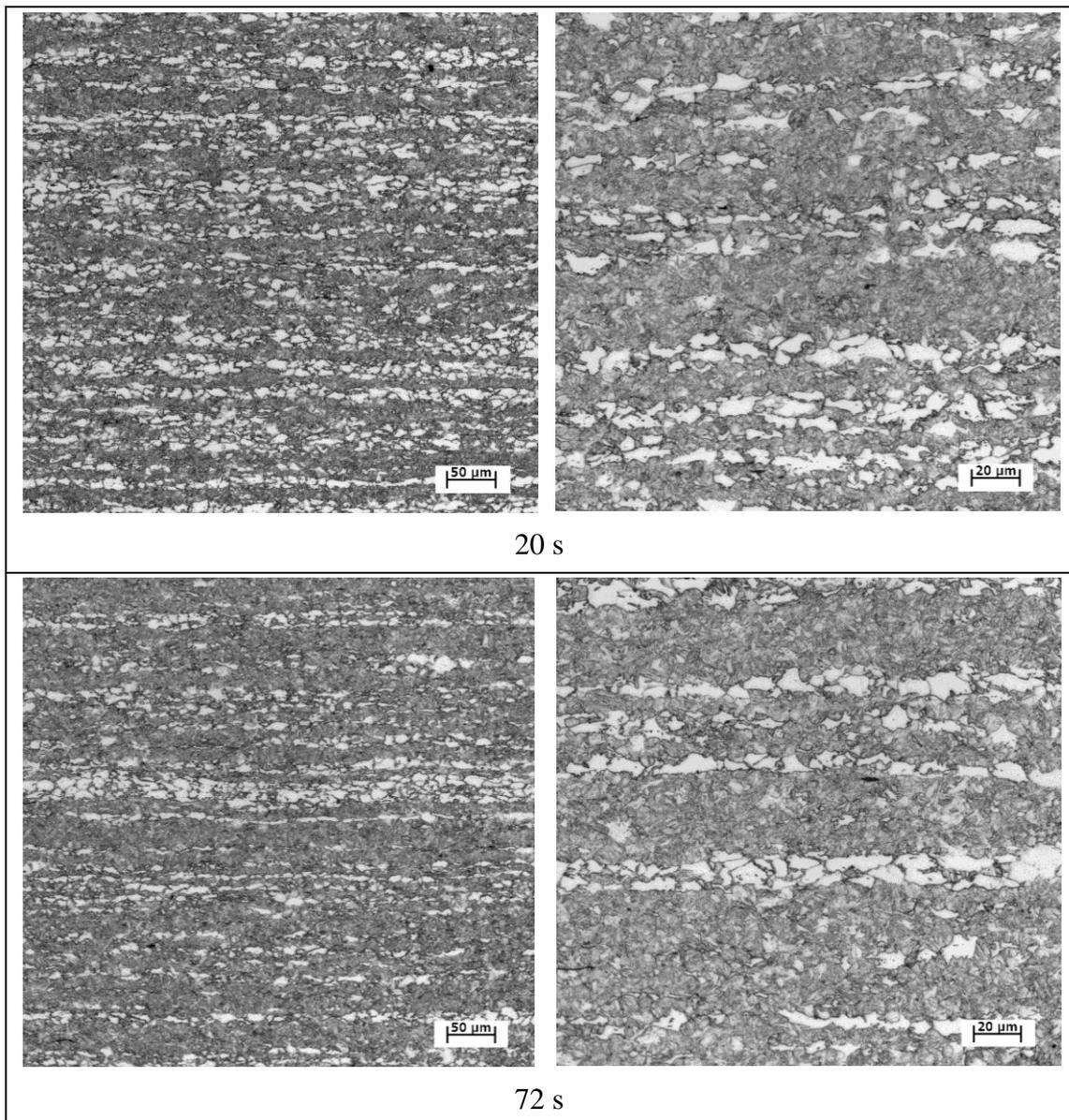


Figura 5.43 – Continuação.

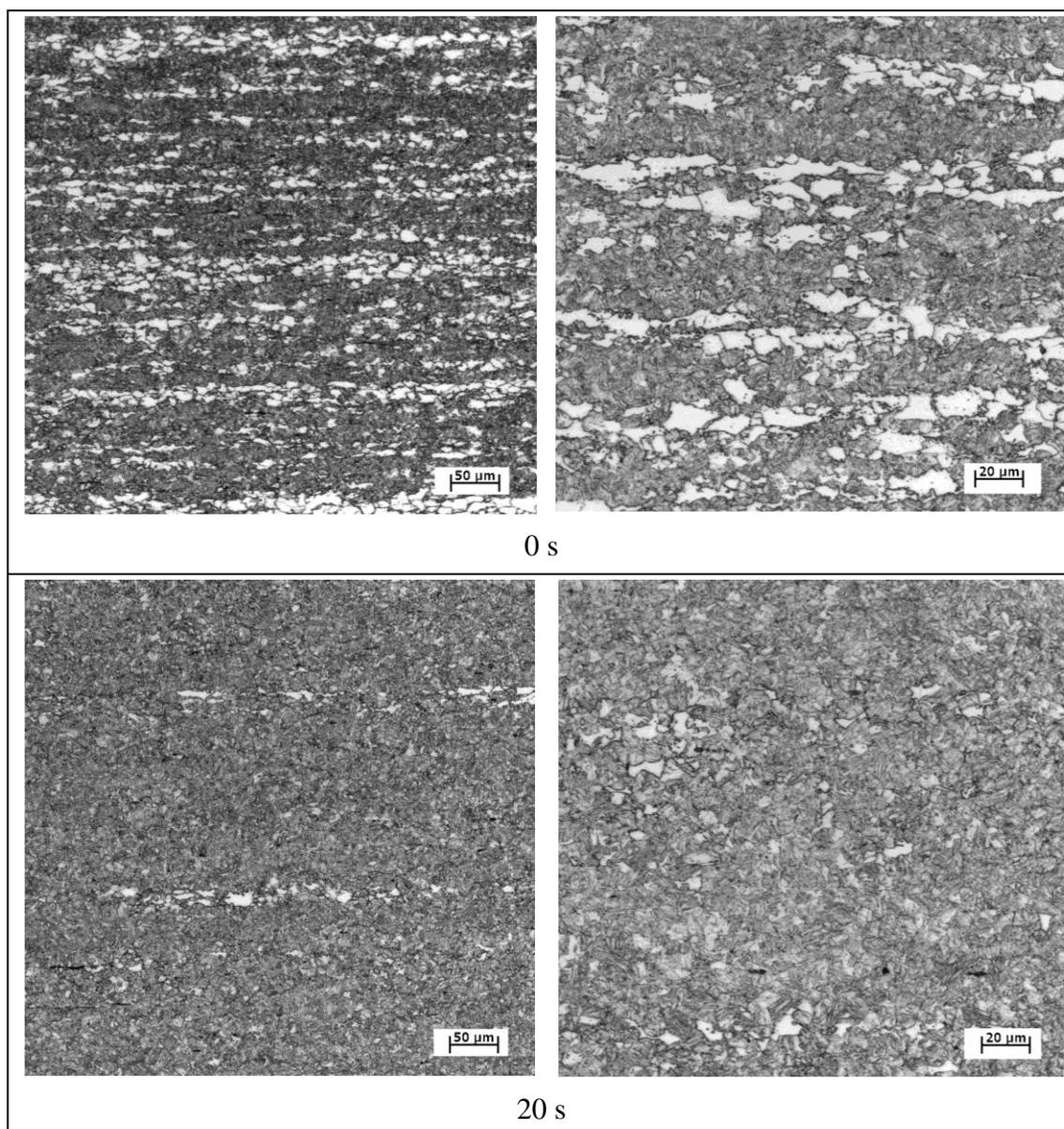


Figura 5.44 – Evolução da microestrutura com o tempo ao longo do encharque a 820°C, conforme observado via microscopia óptica, após ataque com nital a 4%.

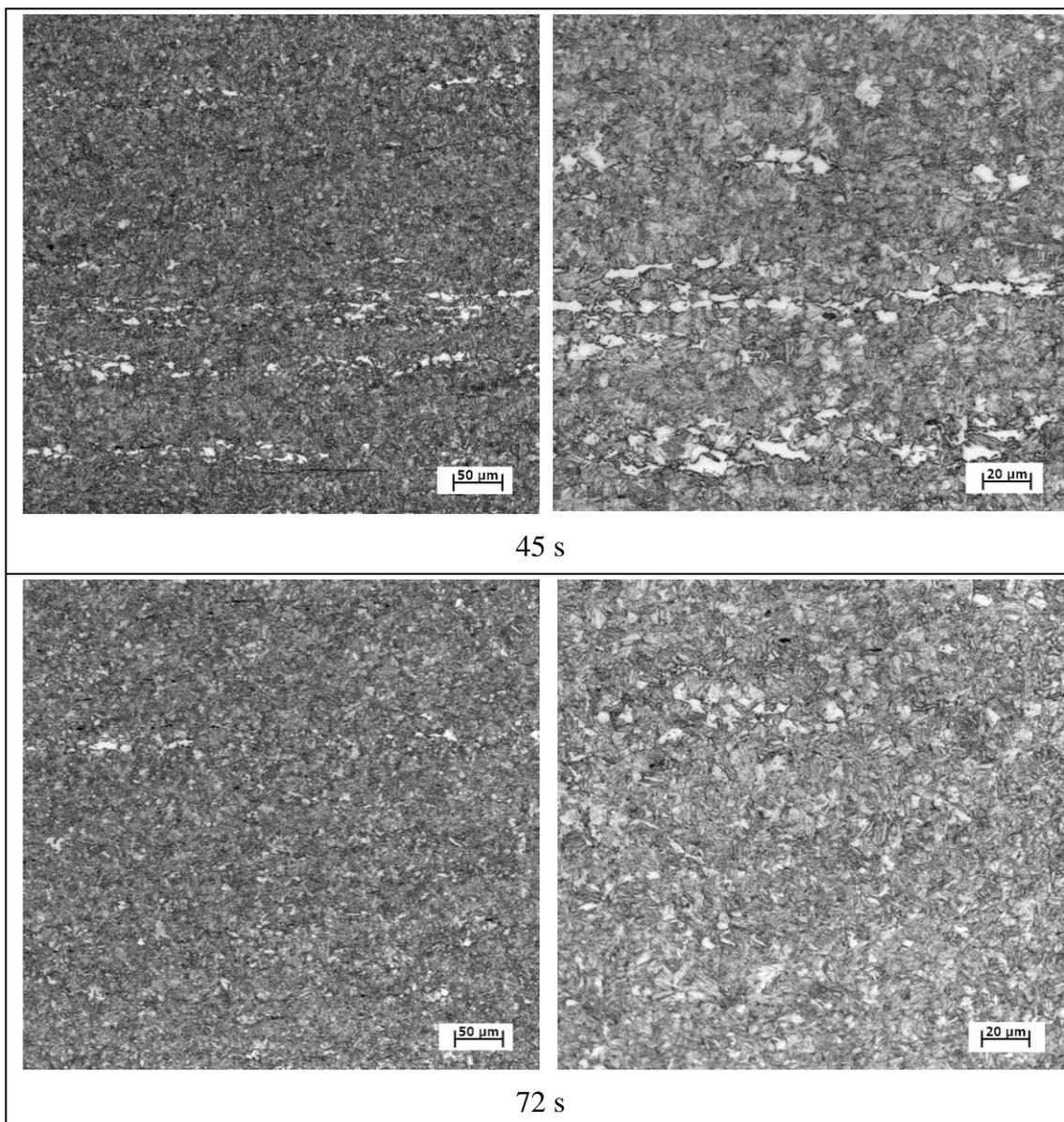


Figura 5.44 – Continuação.

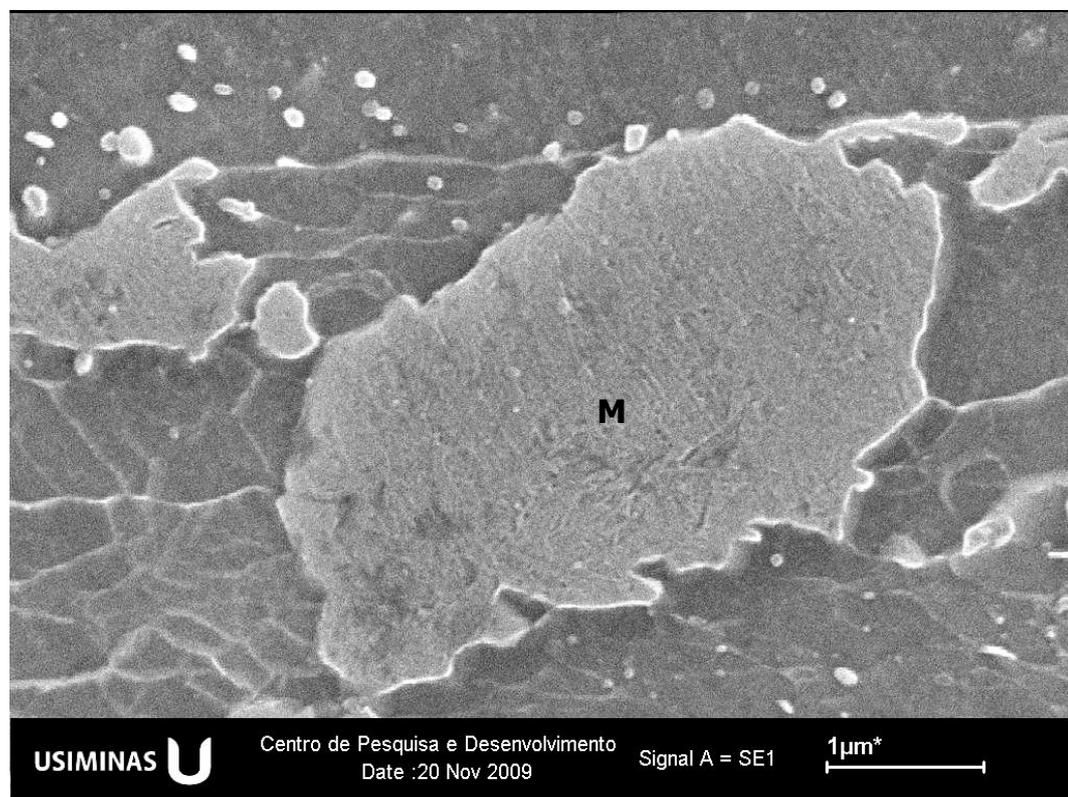
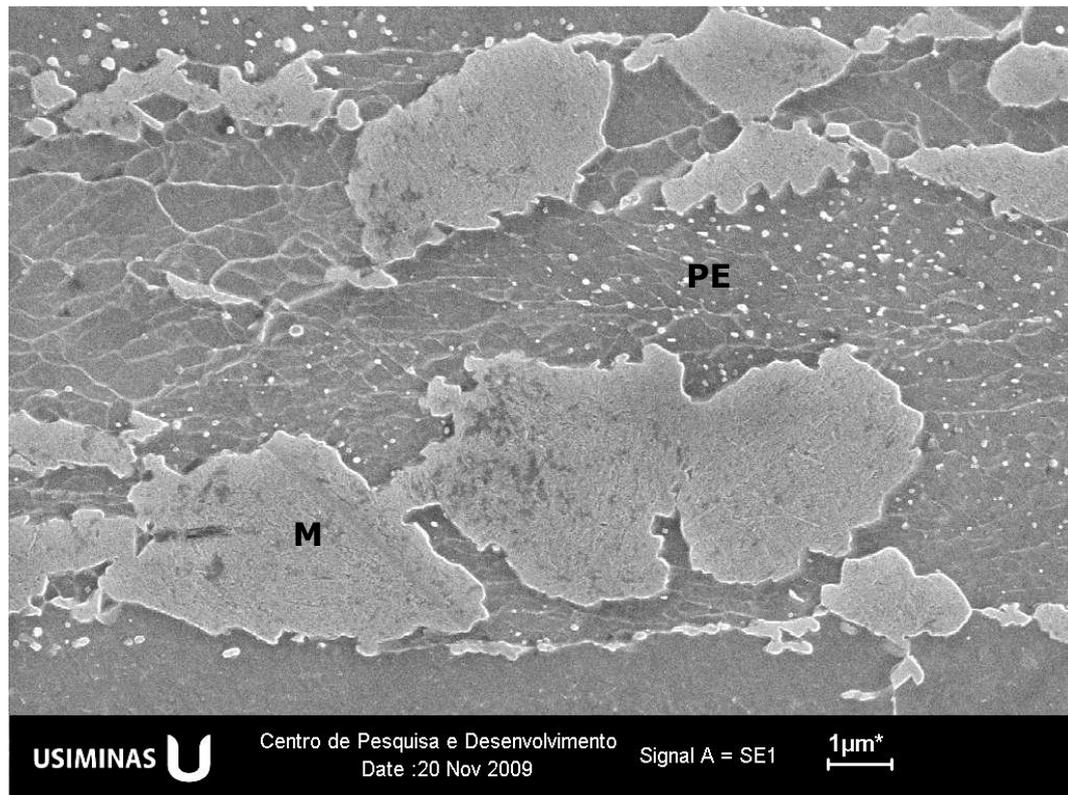


Figura 5.45 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no início do encharque a 740°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M- martensita; PE- perlita com cementita esferoidizada.

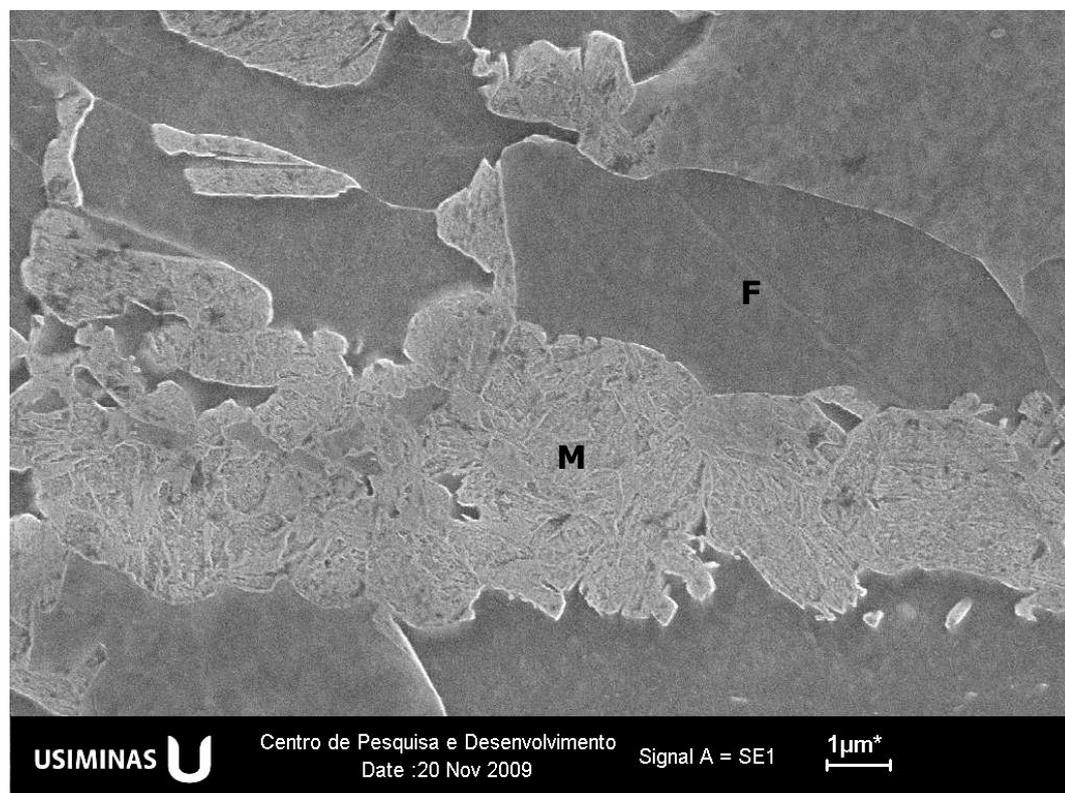
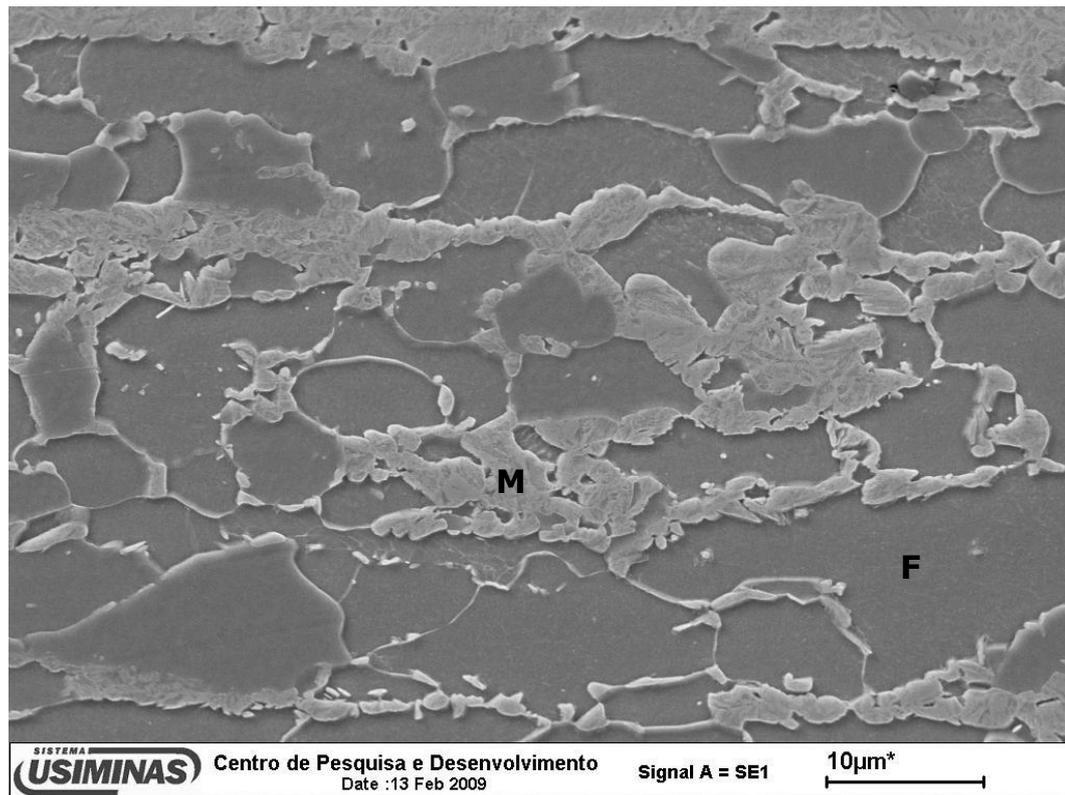


Figura 5.46 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no fim do encharque a 740°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M- martensita; F-ferrita.

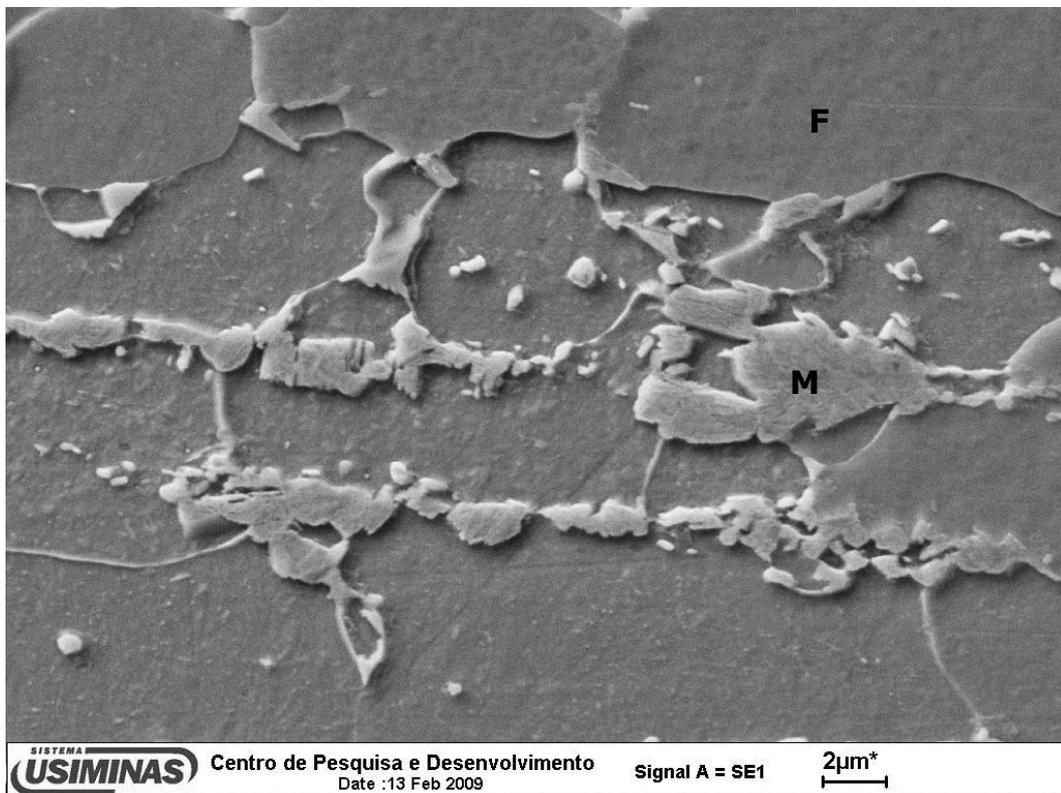
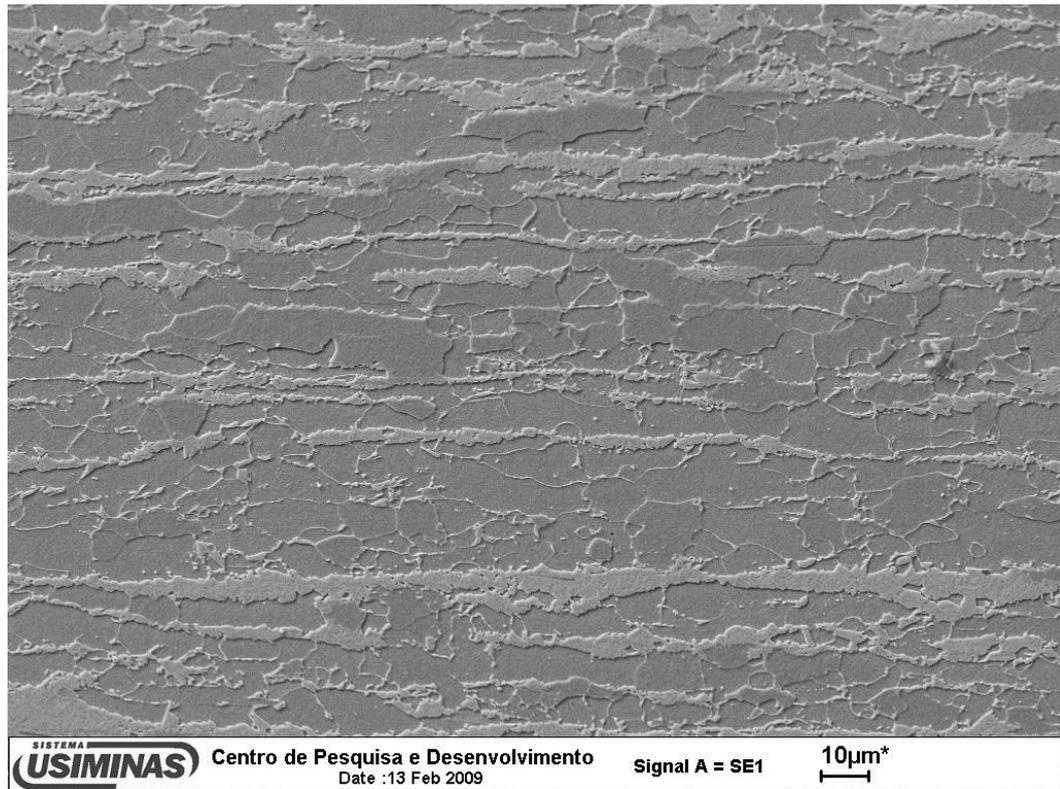


Figura 5.47 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no início do encharque a 760°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M- martensita; F-ferrita.

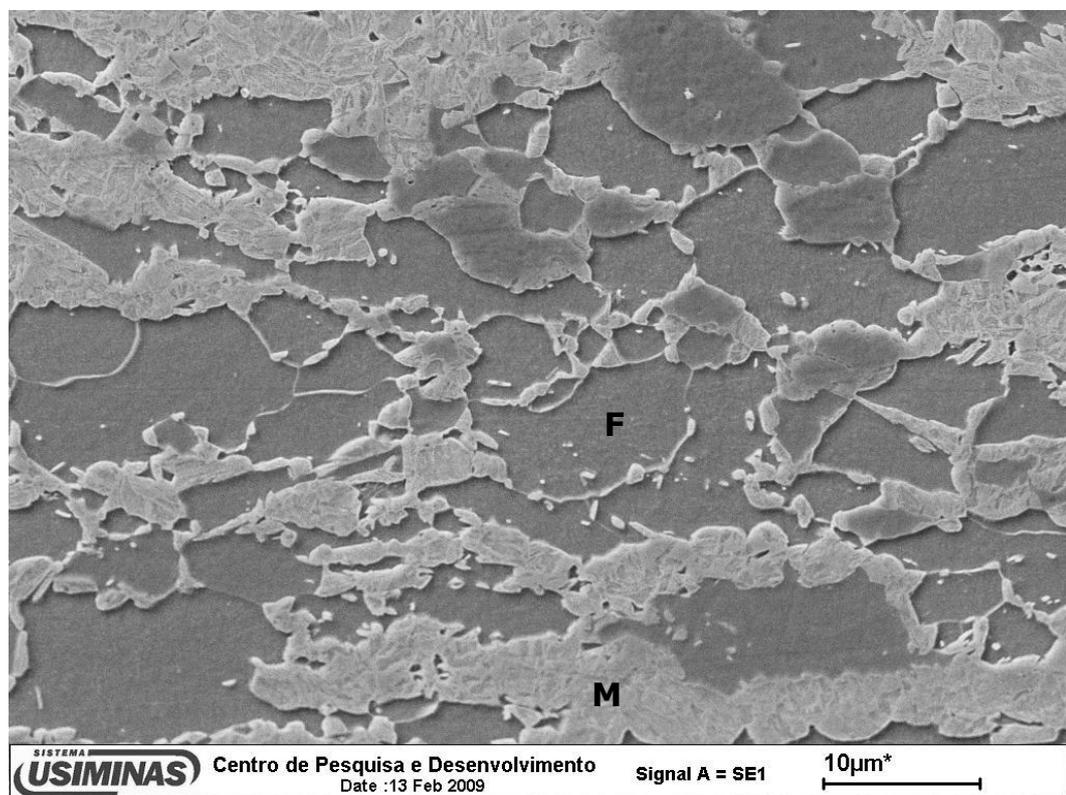
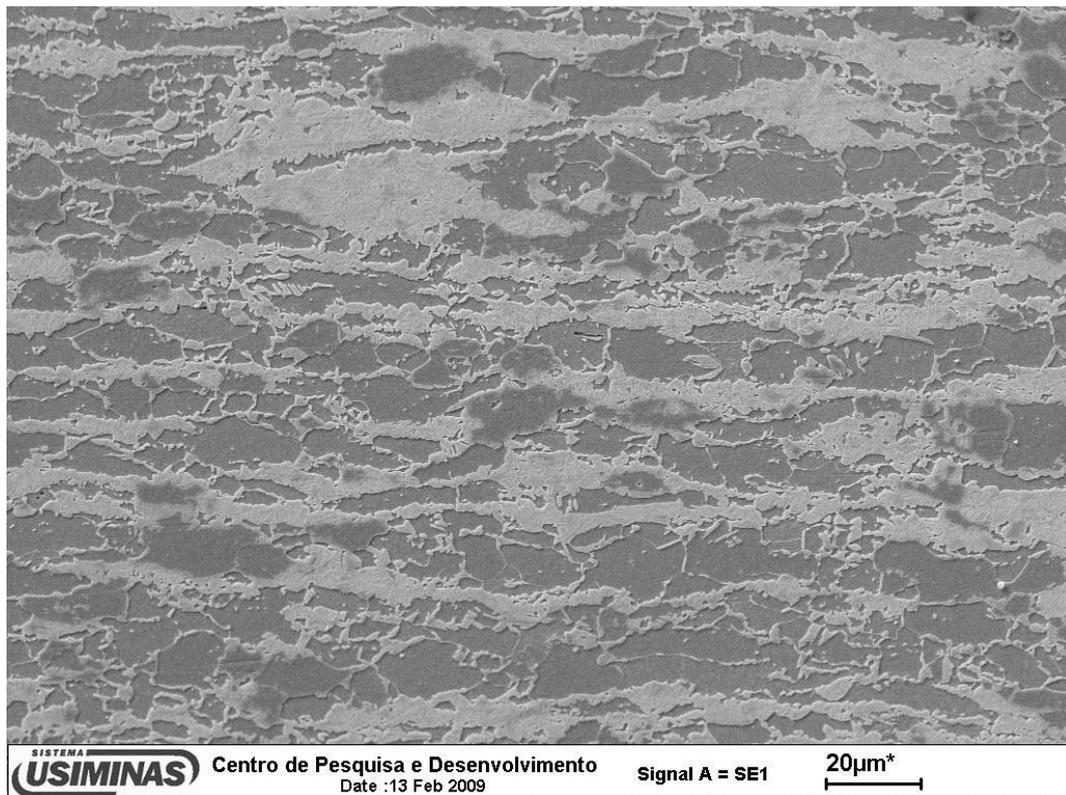


Figura 5.48 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no fim do encharque a 760°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. Ataque com nital a 4%. M-martensita; F-ferrita.

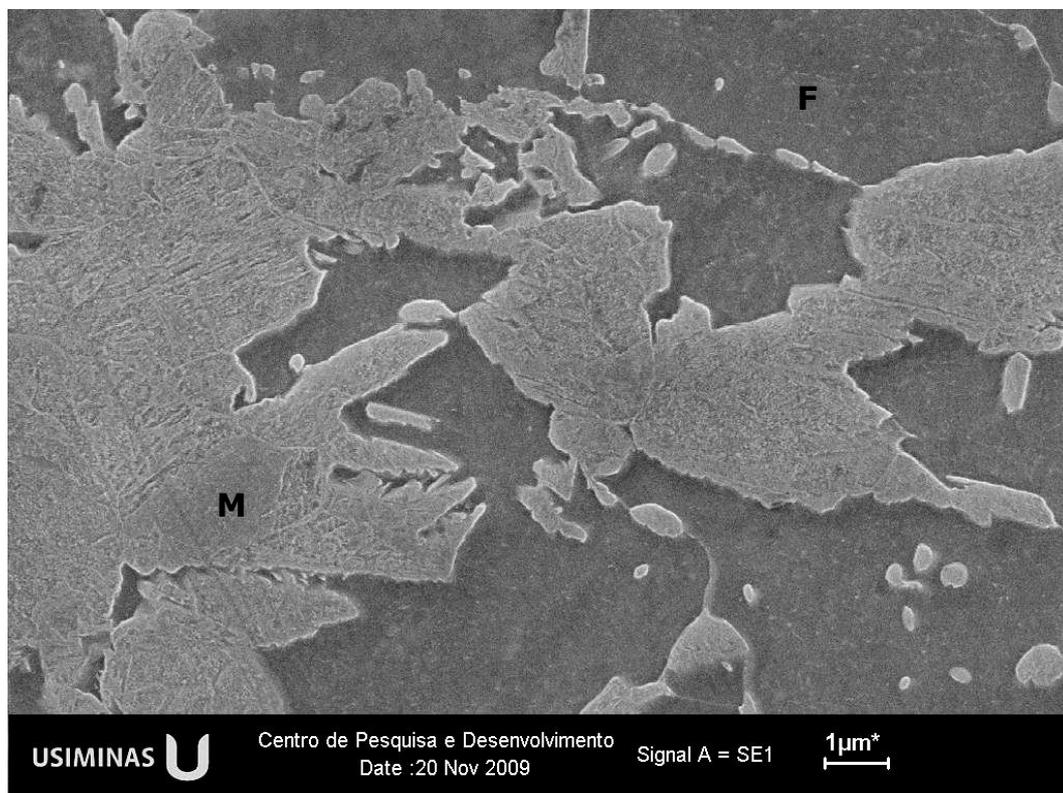
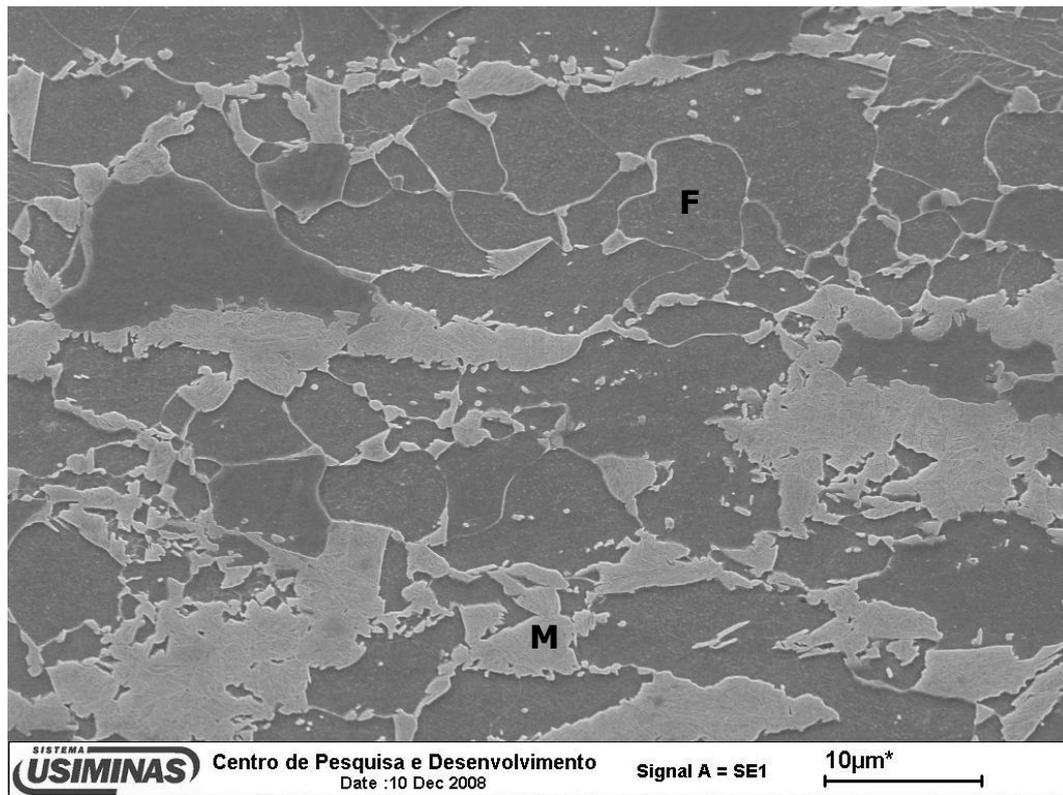


Figura 5.49 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no início do encharque a 780°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M-martensita; F-ferrita.

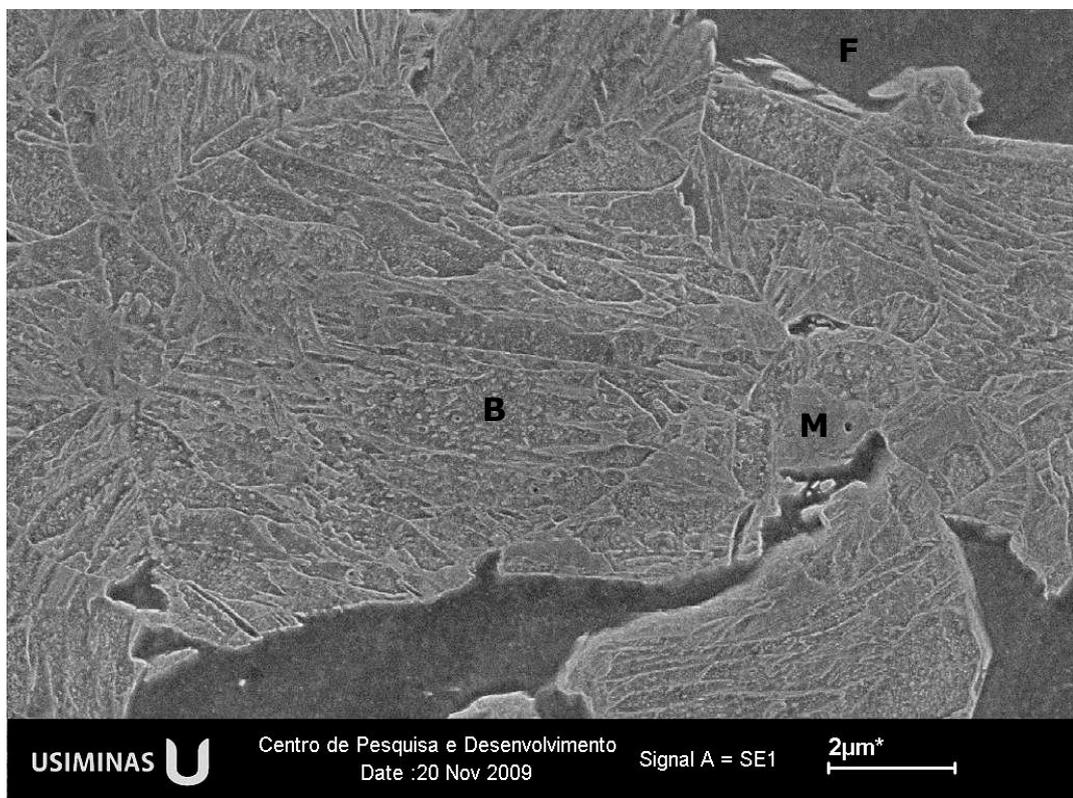
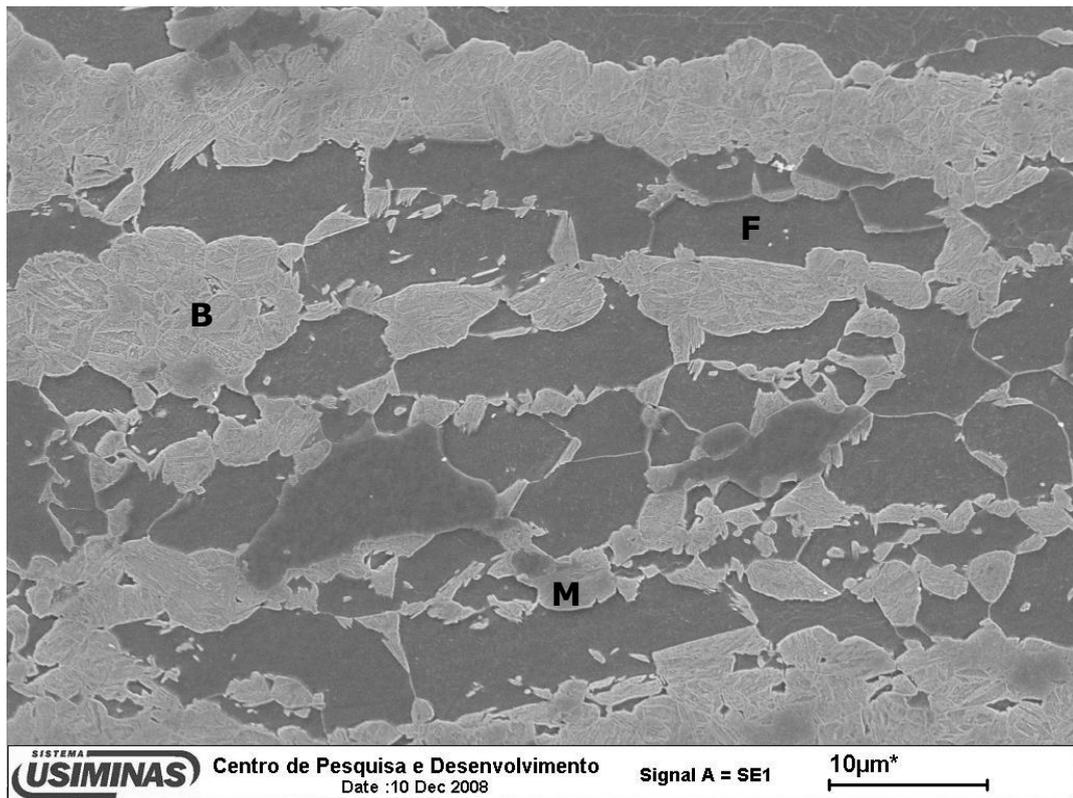


Figura 5.50 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no fim do encharque a 780°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M- martensita; F-ferrita; B-bainita.

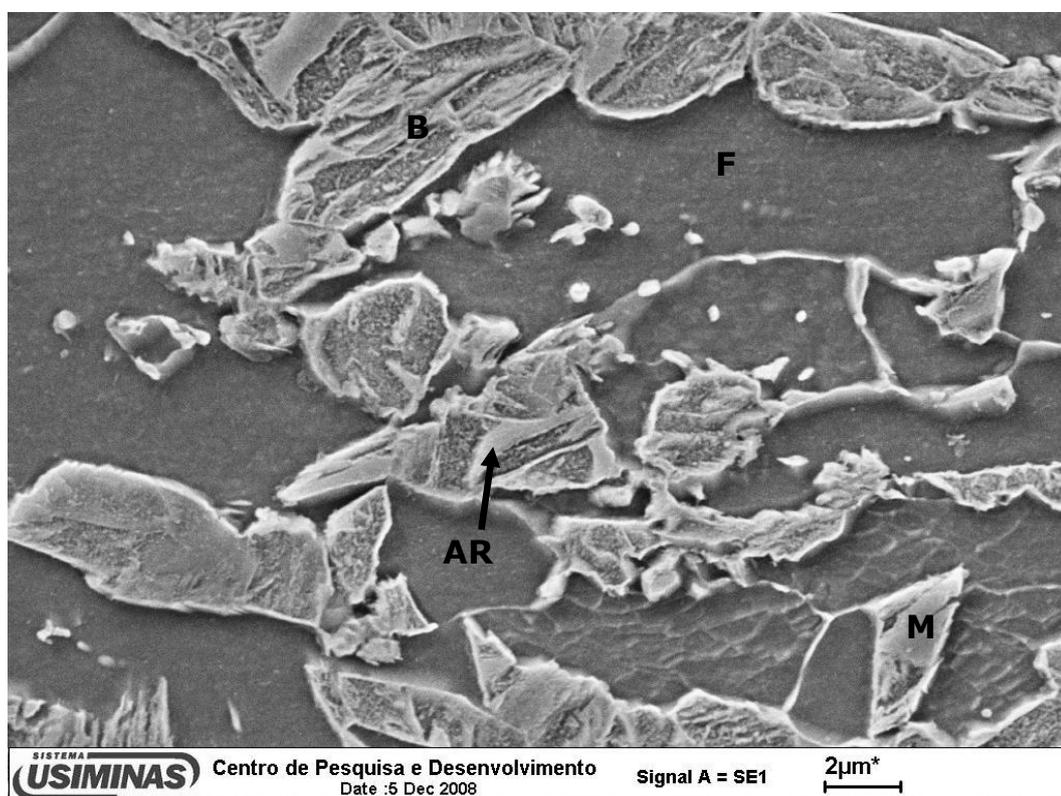
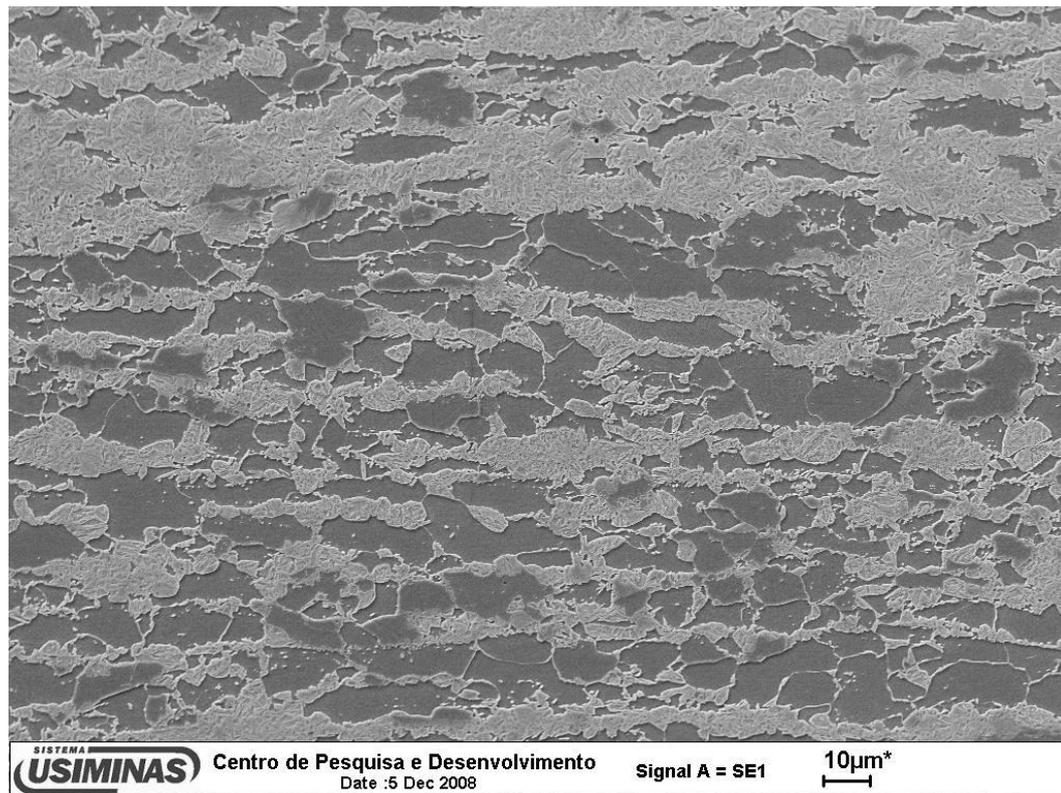


Figura 5.51 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no início do encharque a 800°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M-martensita; F-ferrita; B-bainita; AR-austenita retida.

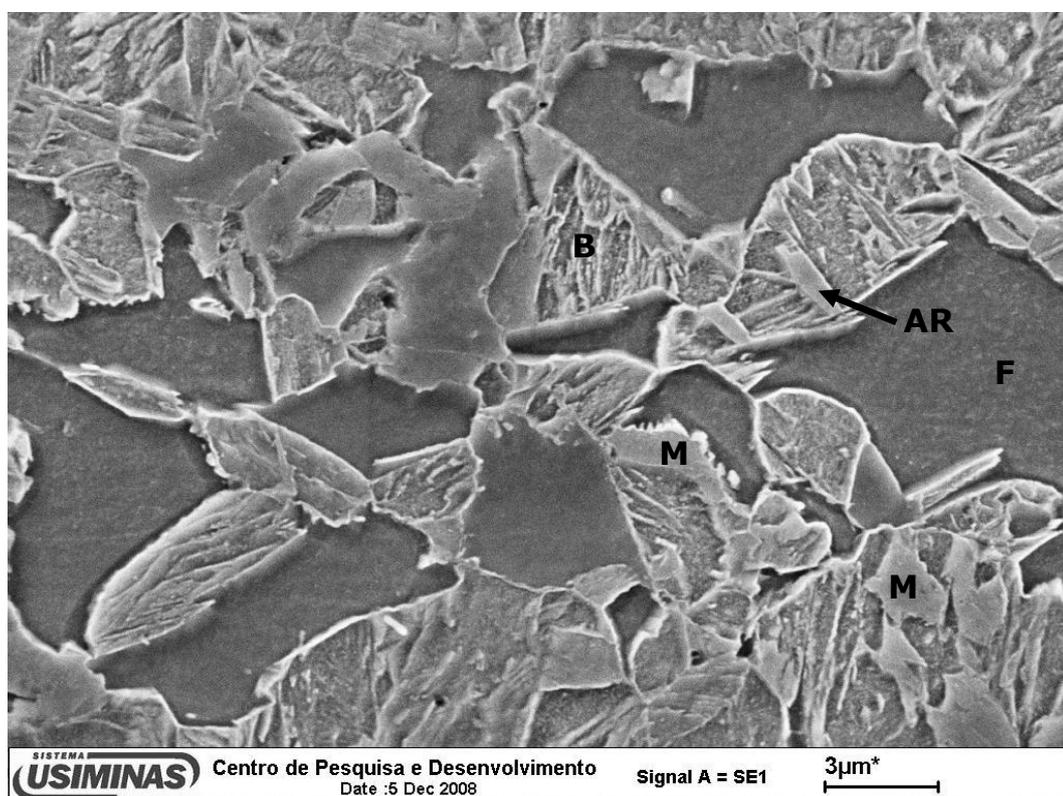
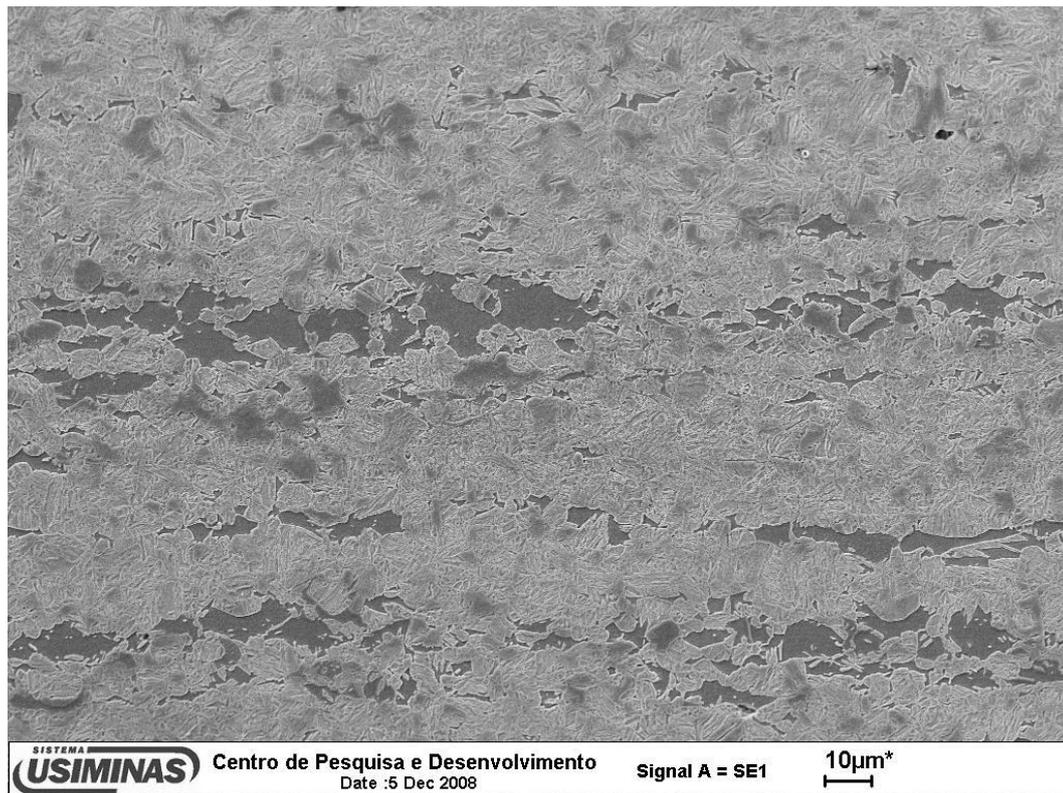


Figura 5.52 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no final do encharque a 800°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. M-martensita; F-ferrita; B-bainita; AR-austenita retida.

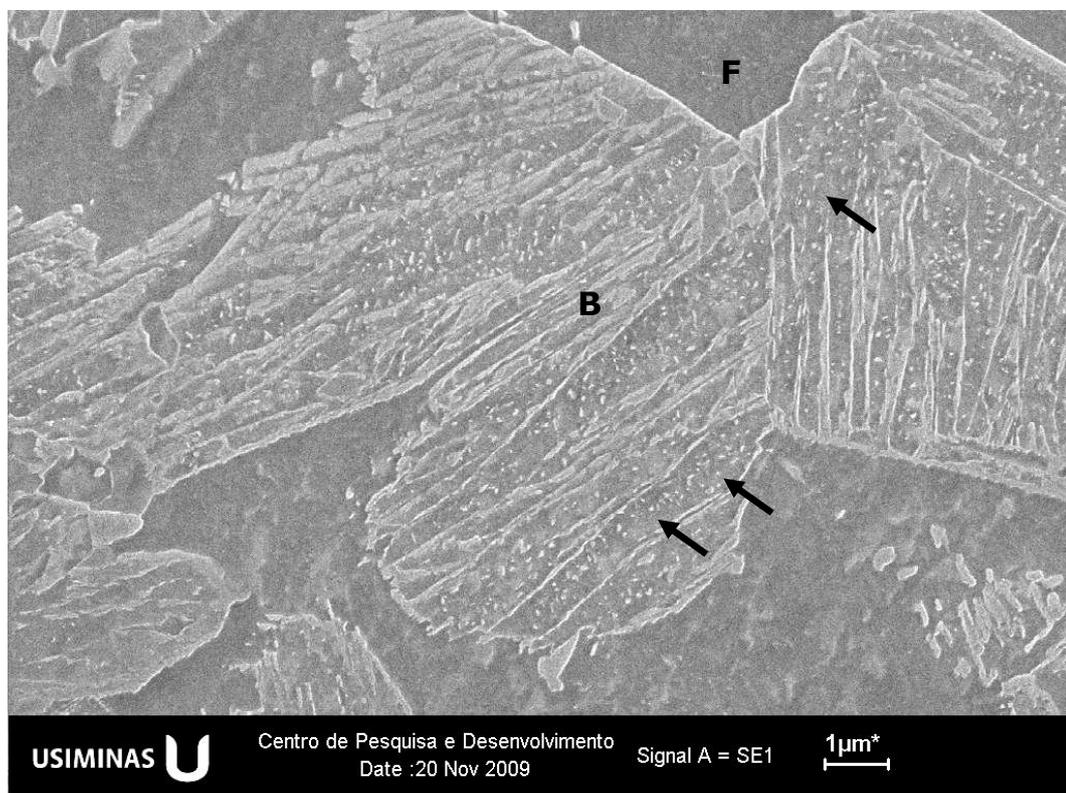
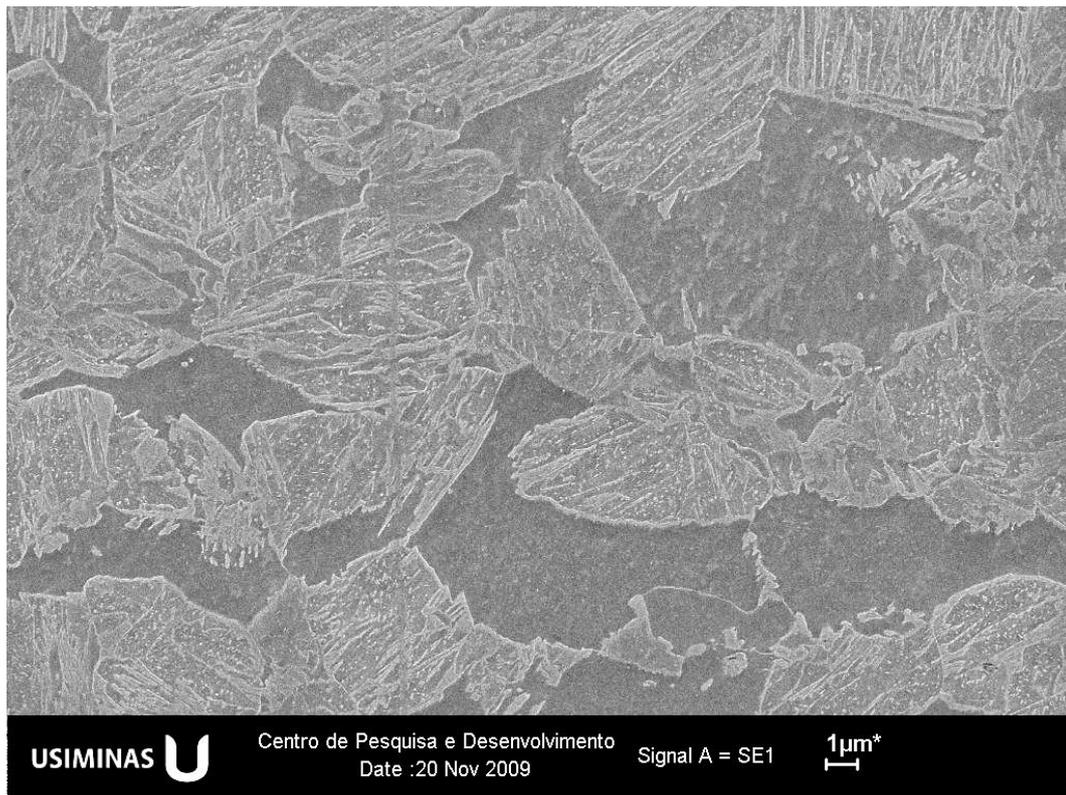


Figura 5.53 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no início do encharque a 820°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. F-ferrita; B-bainita; as setas indicam ferrita bainítica.

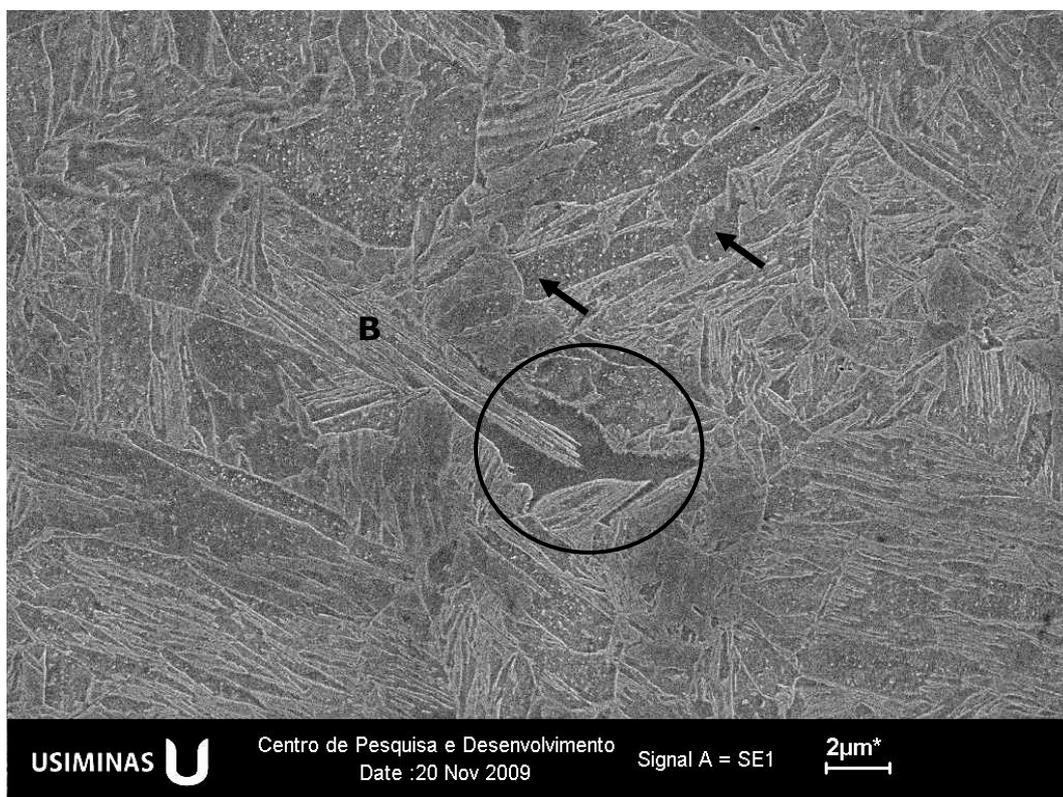
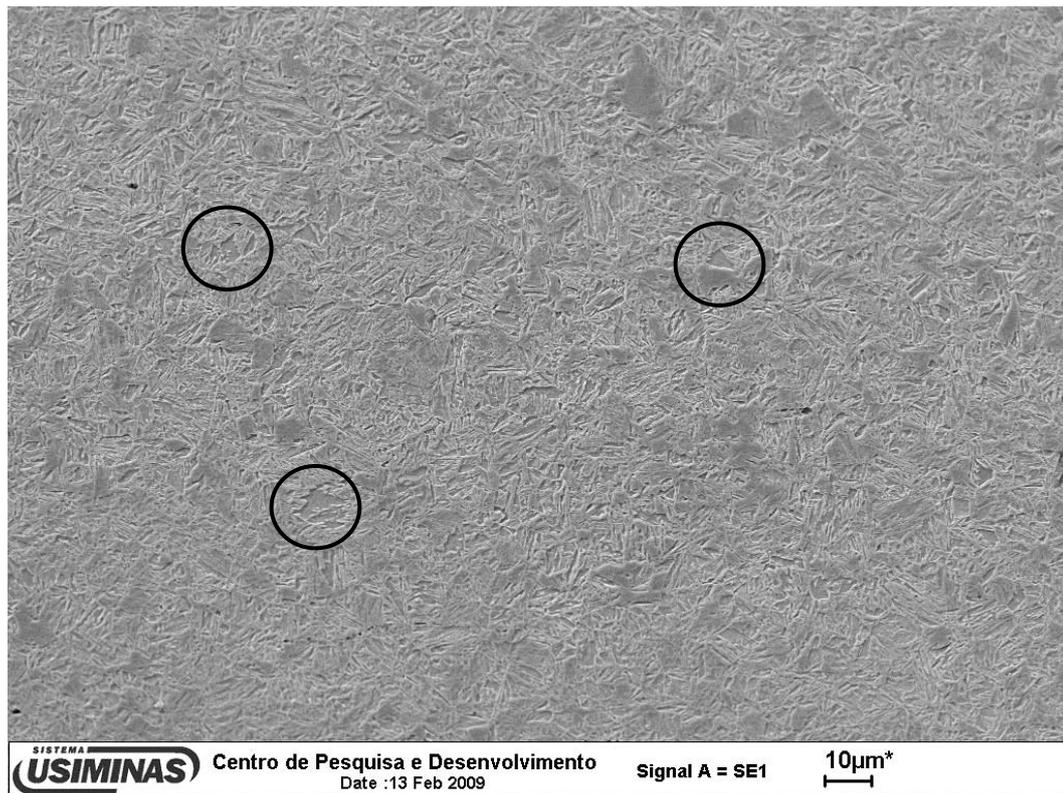


Figura 5.54 – Aspecto típico da microestrutura da amostra no final do encharque a 820°C, conforme observado via MEV. Ataque com nital a 4%. B-bainita; as setas indicam ferrita bainítica; os círculos destacam algumas partículas de ferrita não-transformada.

A análise da microestrutura das amostras indicou que a fração de austenita cresceu com a temperatura e com o tempo de encharque, como já era esperado. Isto pode ser verificado por simples inspeção visual das micrografias ópticas, ilustradas nas figuras 5.40 a 5.44.

As análises via MEV, por sua vez, indicaram uma tendência de aumento da fração relativa de bainita, em detrimento da martensita, como produto de decomposição da austenita, a partir de 780°C de temperatura de encharque. Além disso, a martensita passa a apresentar uma subestrutura característica, causada pela redução em seu teor de carbono (GIRINA *et al.*, 2003). Isto é um resultado do fato de que o aumento na fração de austenita foi acompanhado de uma diminuição de sua temperabilidade, provocada, principalmente, por uma redução em seu teor de carbono em solução sólida.

Finalmente, as análises metalográficas mostraram também que a estrutura do material já se encontra austenitizada, quase em sua totalidade, após os 72s de tempo de encharque a 820°C, com apenas algumas poucas ilhas de ferrita não transformada dispersas numa matriz autênica. Conforme foi comentado na seção anterior, os cálculos do *Thermo-Calc* apontaram o valor de 813°C para  $A_{c3}$ , enquanto o levantamento por dilatométrica, com aquecimento contínuo a uma taxa de 3,8°C/s, permitiu estimar este valor em 847°C.

Foram realizados ainda, ensaios de dureza na escala Vickers do 2º constituinte, após o congelamento da microestrutura ao longo do encharque a 740, 780 e 820°C, em amostras processadas conforme o esquema mostrado na figura 4.6. Os resultados obtidos com base em, no mínimo, 20 impressões nas regiões a ¼ e a ¾ da espessura, com carga de 10 gf, estão mostrados na tabela V.7. Estes valores representam, efetivamente, a dureza dos constituintes, martensita e ou bainita, resultantes da decomposição da austenita durante o congelamento da microestrutura, feito, neste estudo, com taxas de resfriamento muito mais elevadas do que as empregadas num ciclo de processamento do produto em sua rota de fabricação industrial. Estes resultados, no entanto, permitem inferir informações a respeito da condição em que se encontrava a austenita antes de sua decomposição.

Tabela V.7 – Valores médio, máximo e mínimo da dureza Vickers do 2º constituinte, após o congelamento da microestrutura em diferentes tempos ao longo do encharque a 740, 780 e 820°C, com base em 20 impressões com carga de 10 gf. Desvio padrão (s) e erro para o intervalo de 95% de confiança levantado a partir da distribuição *t* de Student.

Temperatura de Encharque (°C)	Tempo de Encharque (s)	Valores de dureza Vickers (10 gf)				
		HV <sub>MÉDIO</sub>	HV <sub>MAX</sub>	HV <sub>MIN</sub>	s	erro
740	10	601,4	700,7	481,5	53,7	29,8
	15	601,4	689,6	507,9	50,5	17,6
	20	602,0	658,2	487,6	44,9	21,6
	50	594,3	658,2	521,8	37,2	15,7
	72	596,0	668,4	536,4	33,1	12,4
780	0	557,0	678,9	440,0	56,0	13,5
	5	534,3	619,5	445,6	48,4	13,4
	10	523,1	592,6	434,5	38,8	12,4
	40	472,3	529,0	418,6	25,9	9,3
	72	469,7	507,9	347,1	35,3	11,3
820	0	438,9	521,8	332,1	37,5	12,0
	30	397,9	434,5	328,5	23,4	7,5
	60	400,1	445,6	367,4	22,7	7,3
	72	396,6	440,0	311,6	26,4	8,5

Os resultados de dureza da segunda fase estão representados graficamente em função do tempo de encharque na figura 5.55, considerando como referência, para a escala de tempo, o início do encharque a 740°C. Como a taxa de aquecimento empregada foi de 3,8°C/s, os tempos de início do encharque a 780°C e 820°C, estão defasados, respectivamente, de cerca de 10,5s e de 21,0s em relação ao início do encharque a 740°C. Outro aspecto a se destacar é que não foi possível medir a dureza do segundo constituinte, nas amostras congeladas no início do encharque e após 5,0s de encharque a 740°C, em virtude do tamanho relativamente pequeno das partículas.

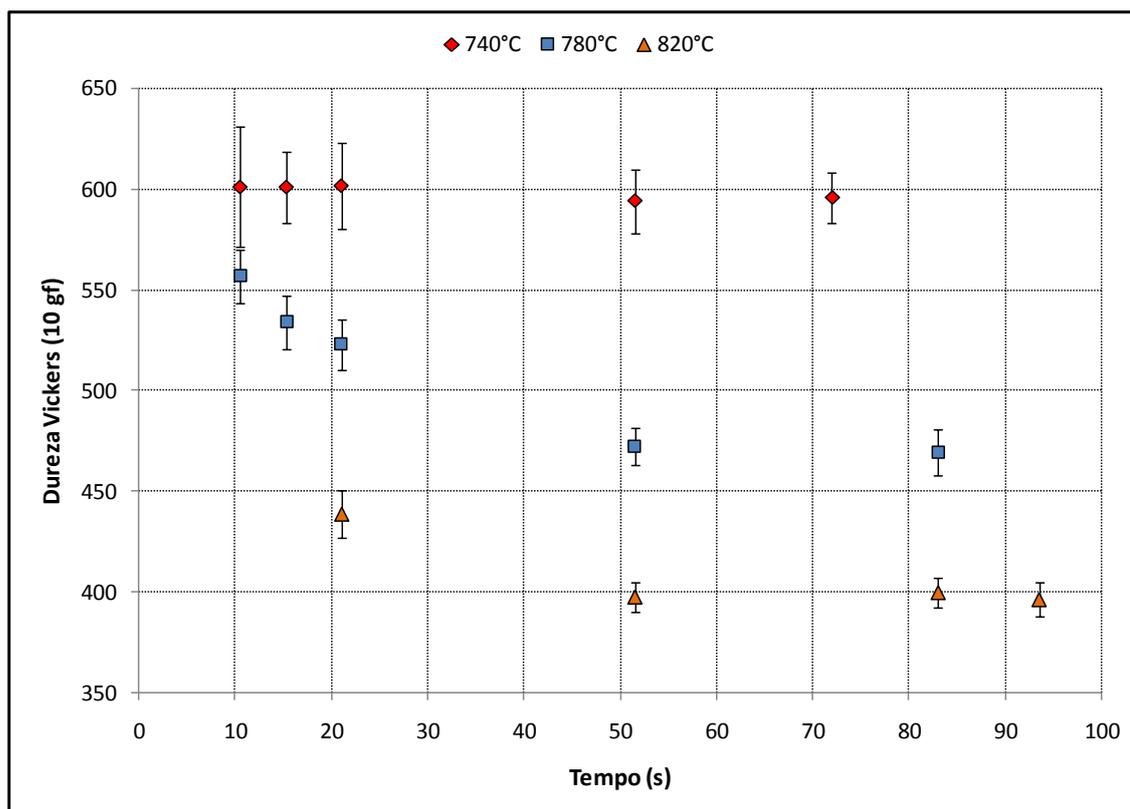


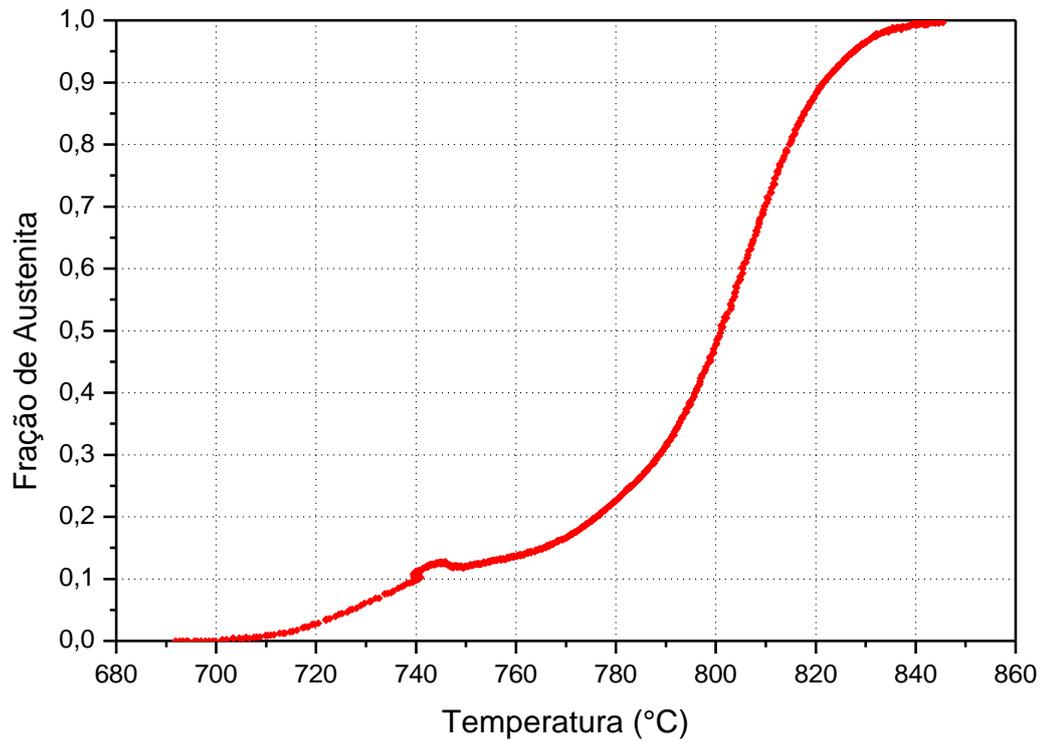
Figura 5.55 – Valores médios da dureza da 2ª fase, e o intervalo com 95% de confiança, em função do tempo, tendo como referência o início do encharque a 740°C, para as temperaturas de encharque de 740°C (◆), 780°C (■) e 820°C (▲).

Conforme comentado anteriormente, no início do encharque a 740°C, ainda existe perlita em estágio final de dissolução, figura 5.45. Durante o encharque nesta temperatura, a quantidade de austenita ainda é relativamente pequena, porém com teores médios de carbono e de manganês relativamente altos, o que se traduz em elevados valores de dureza do segundo constituinte, após o congelamento da microestrutura. Outro aspecto relevante observado é que, a 740°C, além dos valores elevados de dureza, eles foram independentes do tempo de encharque. Isto pode ser explicado supondo não ter havido um aumento muito significativo na fração de austenita formada ao longo do encharque a 740°C. Além disso, conforme foi discutido na seção anterior, nesta temperatura a austenita se forma basicamente em substituição à perlita, que é, também, um constituinte rico em carbono, de modo que o aumento da quantidade de austenita não foi acompanhado por diminuição em seu teor de carbono. Com isso, os valores de dureza não foram afetados pelo tempo de encharque. Observou-se, ainda, uma

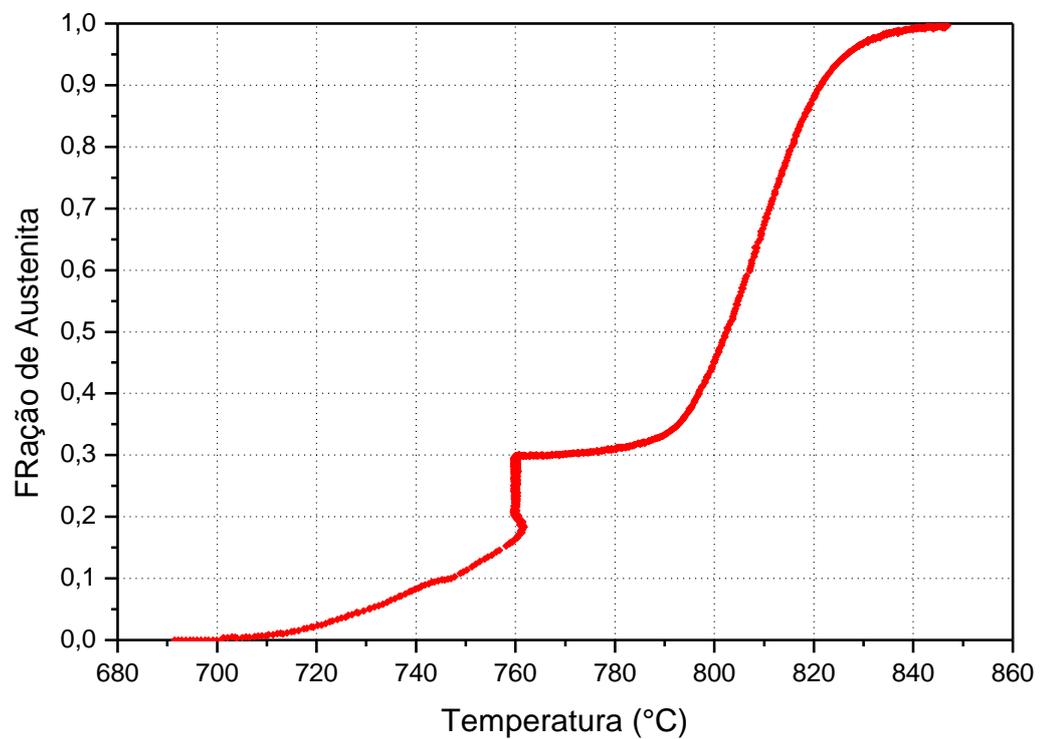
diminuição no desvio padrão ( $s$ ) das medidas com o tempo de encharque a 740°C, como está mostrado na tabela V.7 e na figura 5.55, o que pode ser considerado como consequência de uma maior homogeneização da microestrutura em função do tempo de tratamento. Do ponto de vista da microestrutura observada via MEV, no início do encharque, a decomposição da austenita deu origem a pequenas partículas de martensita, nas bordas da perlita em dissolução. Mesmo considerando as partículas maiores encontradas, a microestrutura é tipicamente martensítica.

Nas temperaturas de 780°C e 820°C também foi registrada diminuição de  $\sigma$  com o tempo de encharque. Foi observada, todavia, nestas temperaturas, uma tendência de queda nos valores de dureza com o tempo de encharque. A razão é que, nestas temperaturas, o aumento da fração de austenita durante o encharque ocorre às expensas da ferrita, uma vez que a perlita já desapareceu. Como consequência, o teor de carbono da austenita decresce, provocando queda nos valores de dureza. Do ponto de vista da microestrutura, conforme foi comentado anteriormente, se observou formação da bainita com o aumento da temperatura e do tempo de encharque.

Foram realizados ainda ensaios para estimar a fração de austenita formada no início e no fim do encharque, empregando duas técnicas de medição: (1) ensaios no dilatômetro conforme o esquema mostrado na figura 4.7; (2) metalografia quantitativa mediante o uso de *software* de análise de imagens. Os resultados obtidos foram comparados com a fração teórica de austenita no equilíbrio, prevista pelo *Thermo-Calc*. Estes resultados estão mostrados nas figuras 5.56 a 5.59.

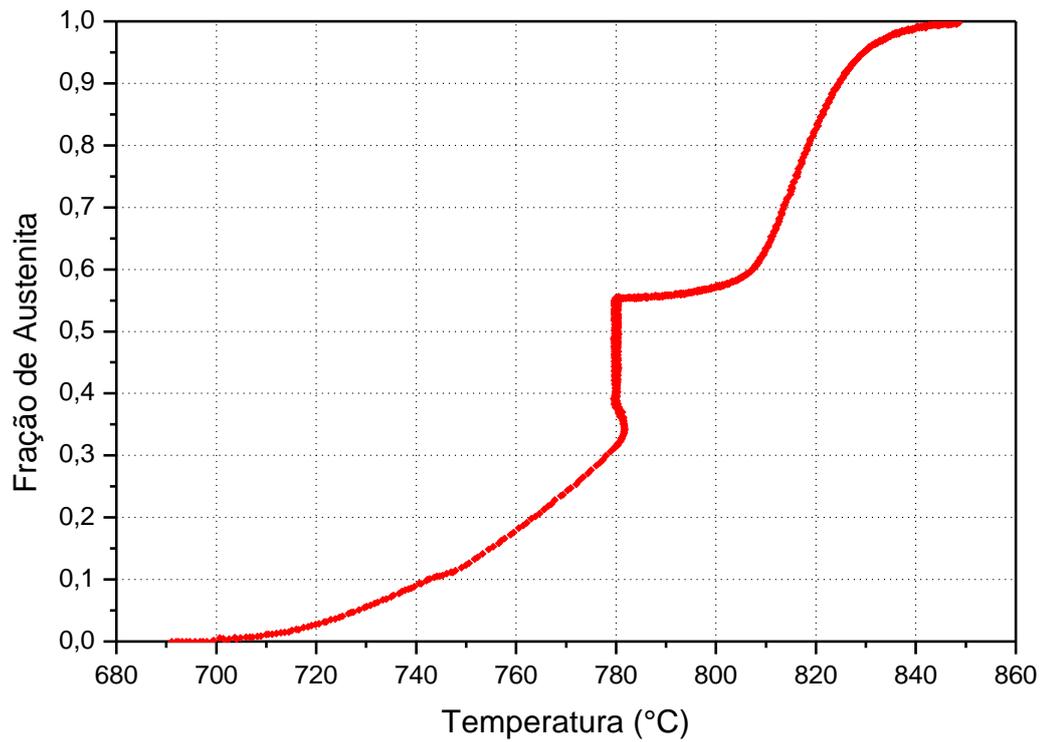


(a)

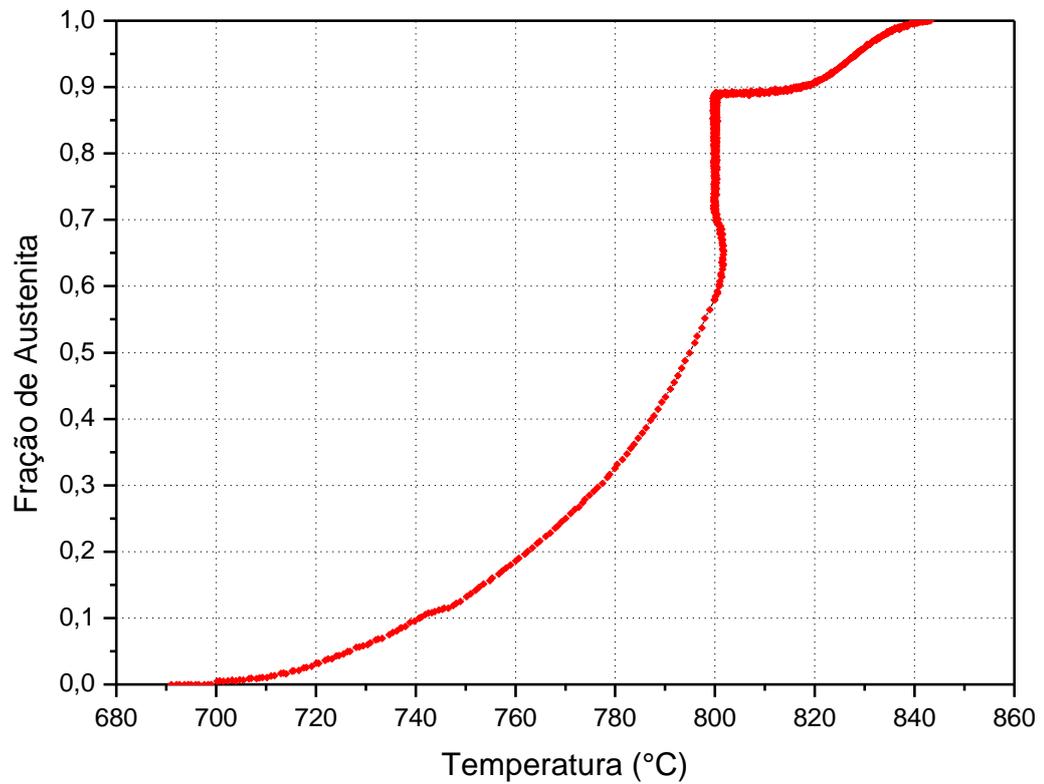


(b)

Figura 5.56 – Fração de austenita formada ao longo do aquecimento e durante o encharque a 740°C(a) e 760°C(b), determinada em ensaios no dilatômetro mediante o uso da regra da alavanca.



(a)



(b)

Figura 5.57 – Fração de austenita formada ao longo do aquecimento e durante o encharque a 780°C(a) e 800°C(b), determinada em ensaios no dilatômetro mediante o uso da regra da alavanca.

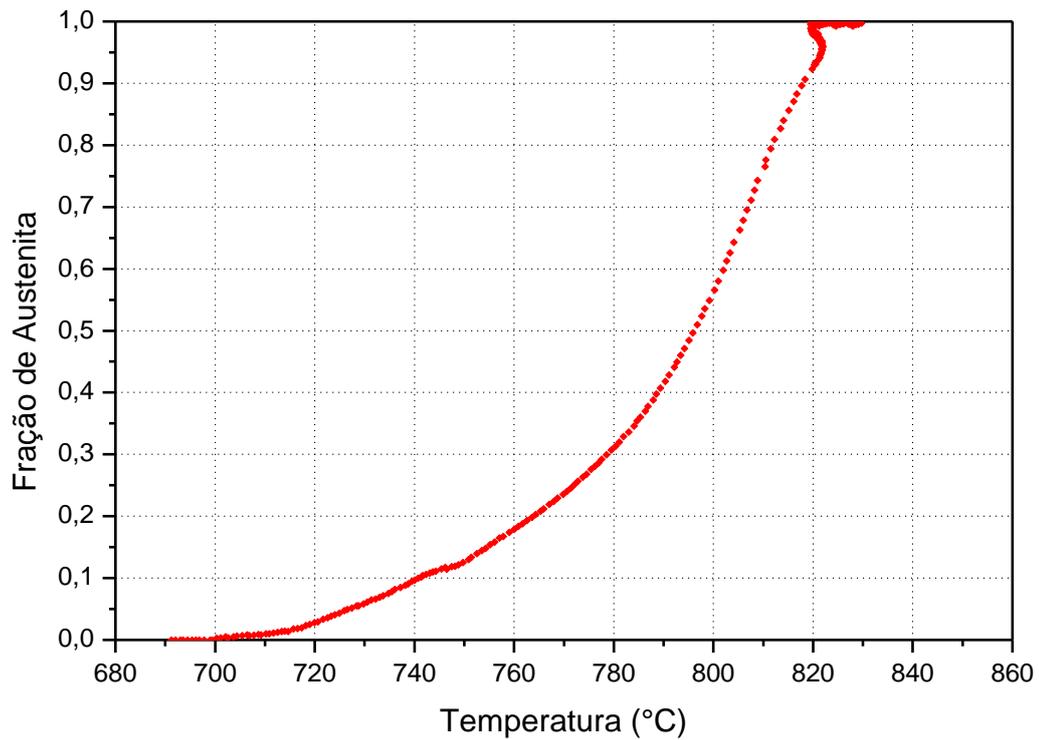


Figura 5.58 – Fração de austenita formada durante o aquecimento e encharque a 820°C, determinada em ensaios no dilatômetro.

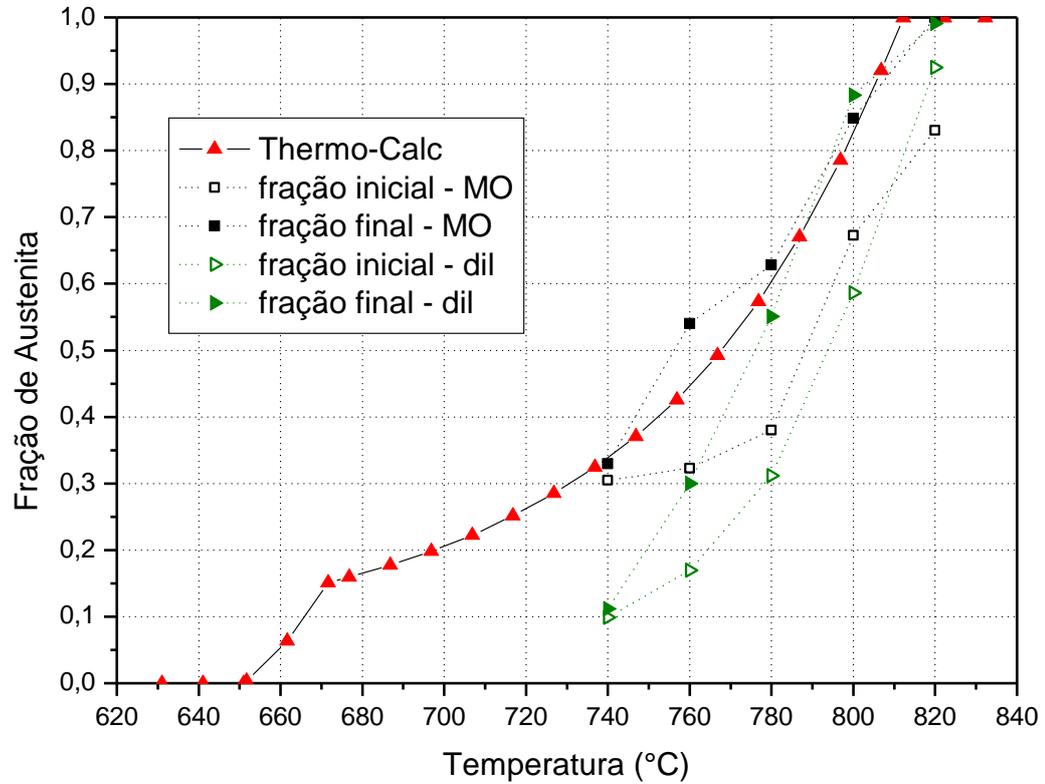


Figura 5.59 – Fração de austenita no início e no fim de cada uma das temperaturas de encharque empregadas, medida por metalografia (MO) e no dilatômetro (dil), em comparação com valores calculados com o uso do *Thermo-Calc*.

Conforme foi mencionado na seção 5.2, a fração de perlita no material como laminado a frio, em medição por metalografia quantitativa via análise de imagens, foi de 32,5%, contra o restante, 67,5%, de ferrita. De acordo com a figura 5.57, estas frações relativas se mantêm aproximadamente no mesmo valor no final do encharque a 740°C, conforme novas medições feitas por análise de imagens. Ou seja, estes dados estão em consonância com a discussão da seção anterior, no tocante ao fato de que a realização do encharque a 740°C promove, maciçamente, a formação da austenita em substituição à perlita presente na microestrutura deformada a frio. Isto poderia explicar a fração relativamente baixa de austenita detectada em ensaios realizados no dilatômetro, de apenas 12%, para esta temperatura de encharque. Em dilatometria, a fração transformada é levantada mediante o uso da regra da alavanca. Conforme já foi comentado, a suposição básica da regra da alavanca é a presença na microestrutura de duas fases, cuja dilatação seja um fenômeno puramente térmico. Esta condição é dificilmente atendida até por volta de 740°C, uma vez que, além da ferrita e da austenita, existe também perlita em dissolução, como está ilustrado na figura 5.45. Além disso, a austenita que se forma nesta etapa do processo é de alto carbono (SAVRAN *et al.*, 2007). Sua composição química, e, portanto, seu coeficiente de dilatação térmica (De COCK *et al.*, 2006) é diferente de quando o material se encontra em campo austenítico.

Conforme ilustra a figura 5.59, houve, em termos gerais, uma boa concordância entre as técnicas empregadas para determinar a fração de austenita presente na microestrutura no final do encharque em cada uma das temperaturas avaliadas, em comparação com os valores de equilíbrio previstos pelo *Thermo-Calc*, em especial em temperaturas igual ou superiores a 780°C. No final do encharque a 820°C, os levantamentos apontaram que a microestrutura já se encontra completamente austenitizada, embora as análises metalográficas ainda tenham encontrado algumas partículas de ferrita não transformada nesta temperatura.

Existe, no entanto, uma importante questão subjacente aos resultados mostrados na figura 5.59, que se torna evidente quando estes são comparados com o que está registrado nas figuras 5.29 e 5.30 e na tabela V.6. De acordo com a figura 5.59, o valor

da fração de austenita no final do encharque a 780°C variou entre 0,55 e 0,63, conforme medições feitas por dilatométrica e por análise de imagens, respectivamente, estando, portanto, próximo do valor de equilíbrio, uma vez que cálculos com o *Thermo-Calc* previram que a fração seria de 0,61. A tabela V.6, porém, registra um valor de 0,72 para a fração de austenita formada ao final de 10 minutos de encharque a 780°C, após pré-aquecimento com taxa de 3,8°C/s. Aumentando-se a taxa de aquecimento para 10°C/s e 100°C/s, a fração de austenita formada, após 10 minutos de encharque a 780°C, foi de quase 0,80. Além disso, a figura 5.30 indica que ainda havia transformação ocorrendo quando o ensaio foi interrompido. É importante destacar que os resultados de fração transformada mostrados na tabela V.6 foram levantados mediante o uso da regra da alavanca.

Diferenças dessa magnitude entre os dois métodos, dilatométrica e *Thermo-Calc*, não podem ser atribuídas somente a eventuais imprecisões na tomada dos pontos de tangência da curva de dilatação do corpo de prova, a partir dos quais é levantada a curva de transformação de fase por meio da regra da alavanca. Conforme foi comentado na seção 3.2.2, a literatura registra que a determinação da fração de austenita transformada sofre com imprecisões oriundas de dois fenômenos: (i) o enriquecimento de carbono, que afeta o parâmetro de rede da austenita, efeito este que, obviamente, não é levado em conta no cálculo da regra da alavanca. A ocorrência deste efeito faz com a fração de austenita, calculada por este método, seja superestimada durante o aquecimento; (ii) a anisotropia da dilatação do corpo de prova durante a transformação de fase, provocada, por sua vez, pelo bandejamento da microestrutura. No presente estudo, todos os ensaios dilatométricos foram realizados sempre na direção longitudinal. Ou seja, com o eixo maior do corpo de prova alinhado paralelamente à direção de laminação. Kop e colaboradores (KOP *et al.*, 2001), que realizaram um estudo pioneiro a respeito da influência da dilatação anisotrópica em curvas de transformação de fase de um aço C-Mn, levantadas mediante o emprego da regra da alavanca, encontraram valores sistematicamente mais elevados em corpos de prova longitudinais.

Além disso, outro aspecto a se considerar é o cálculo termodinâmico propriamente dito, que no presente estudo foi feito sob a hipótese de *ortho-equilibrium*, conforme foi

comentado na seção 5.1. Conforme foi discutido na seção 3.2.2, muitos autores (VITEK *et al.*, 2003; SUNDMAN, 2003) consideram que a condição de *para-equilibrium* se aproxima mais da maioria dos esquemas experimentais utilizados, principalmente os de maior apelo industrial. Como já foi afirmado anteriormente, *ortho-equilibrium* é definido como equilíbrio para todos os elementos, enquanto *para-equilibrium* representa equilíbrio apenas para os elementos de alta difusividade, como no caso dos átomos intersticiais, com a concentração dos elementos substitucionais, como o manganês, por exemplo, permanecendo fora do equilíbrio nas fases formadas.

Cálculos da fração de equilíbrio sob a hipótese de *ortho-equilibrium* ao invés de *para-equilibrium*, conforme foi feito no presente estudo, também podem ocasionar diferenças na fração de austenita transformada, como foi reportado, por exemplo, em trabalho realizado por Vitek e colaboradores (VITEK *et al.*, 2003). Estes autores investigaram a cinética de transformação da austenita em ferrita, em um material com 3%Mn-0,1%C, nas condições de *ortho-equilibrium*, *para-equilibrium* e LENP (*Local Equilibrium with Negligible Partitioning*). Partindo de uma estrutura totalmente austenítica e resfriando até 700°C, os autores obtiveram previsão de 66% de ferrita, para a condição de *ortho-equilibrium*, contra 72% em condição de *para-equilibrium*.

É possível, portanto, que no presente estudo, os valores teóricos de fração de austenita no equilíbrio, obtidos mediante o uso do *Thermo-Calc* estejam subestimados, enquanto os valores levantados por meio da regra da alavanca estejam superestimados, por conta da influência do bandeamento microestrutural sobre a dilatação anisotrópica dos corpos de prova e do enriquecimento da austenita em carbono durante a transformação de fase. Isto justificaria as discrepâncias entre os resultados mostrados nas figuras 5.30 e 5.59.

### 5.5. Evolução da Microestrutura Durante o Resfriamento

A formação da nova ferrita durante o resfriamento exerce uma influência muito importante na evolução da microestrutura do produto, por afetar a quantidade e a composição química da austenita formada durante o recozimento intercrítico. É geralmente aceito que o processo de formação da nova ferrita ocorre em condição de *para-equilibrium*, não havendo, assim, redistribuição de elementos substitucionais. A difusão de carbono provoca o enriquecimento de sua concentração na austenita e, com isso, aumenta sua temperabilidade, o que, em princípio, favorece a formação de martensita, em detrimento da bainita, como produto de decomposição da austenita. Isto se constitui, portanto, num potencial mecanismo de controle da microestrutura de aços *dual phase*, no tocante às frações relativas de martensita e bainita almeçadas, as quais, por sua vez, exercem forte influência nas características de aplicação do produto final, principalmente no que diz respeito à capacidade de expansão de furo e conformabilidade.

Conforme já foi mencionado anteriormente, ciclos de recozimento intercrítico em escala industrial geralmente subdividem o resfriamento em duas etapas. Na primeira delas o material é resfriado desde o final do encharque até uma temperatura intermediária que se situa tipicamente entre 650°C e 700°C. Esta primeira etapa é denominada de resfriamento lento, uma vez que a taxa de resfriamento é geralmente baixa ( $\leq 5^\circ\text{C/s}$ ). Em seguida o material é resfriado com taxas relativamente mais elevadas ( $\geq 15^\circ\text{C/s}$ ), desde o final do resfriamento lento até uma temperatura aproximada de 300°C.

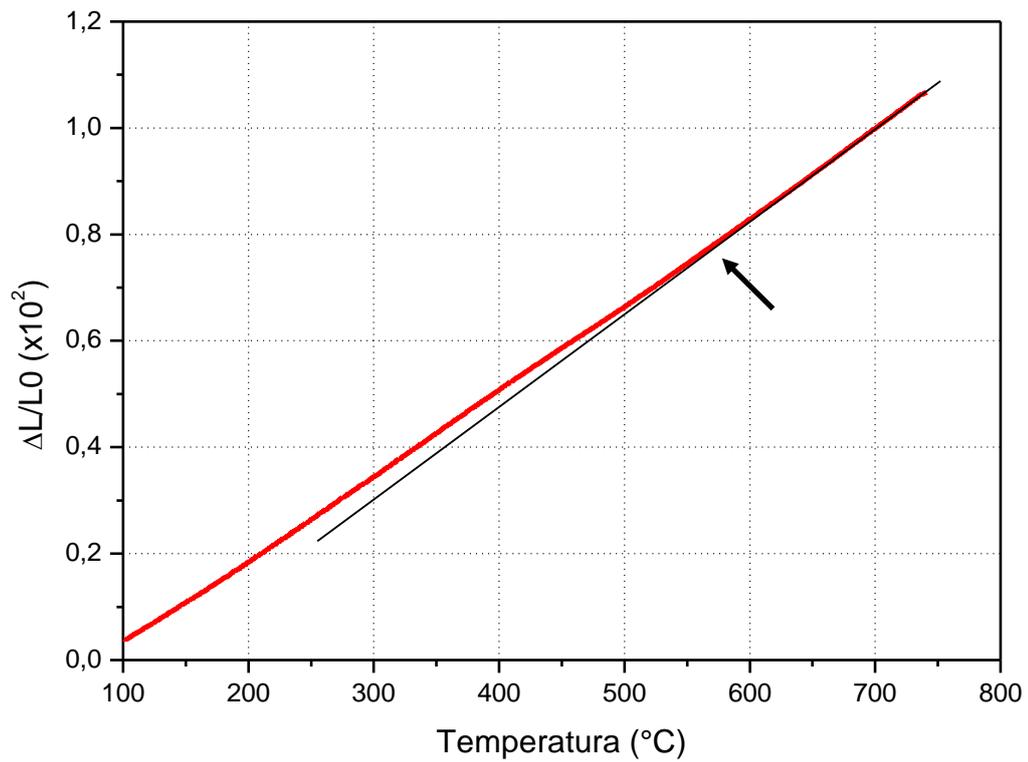
A fração volumétrica da nova ferrita formada depende da composição química do material. Os parâmetros do ciclo de recozimento que podem afetar sua formação são as temperaturas de encharque e de início de resfriamento rápido e as taxas de resfriamento empregadas nas etapas de resfriamento lento e de resfriamento rápido.

### 5.5.1. Resfriamento lento

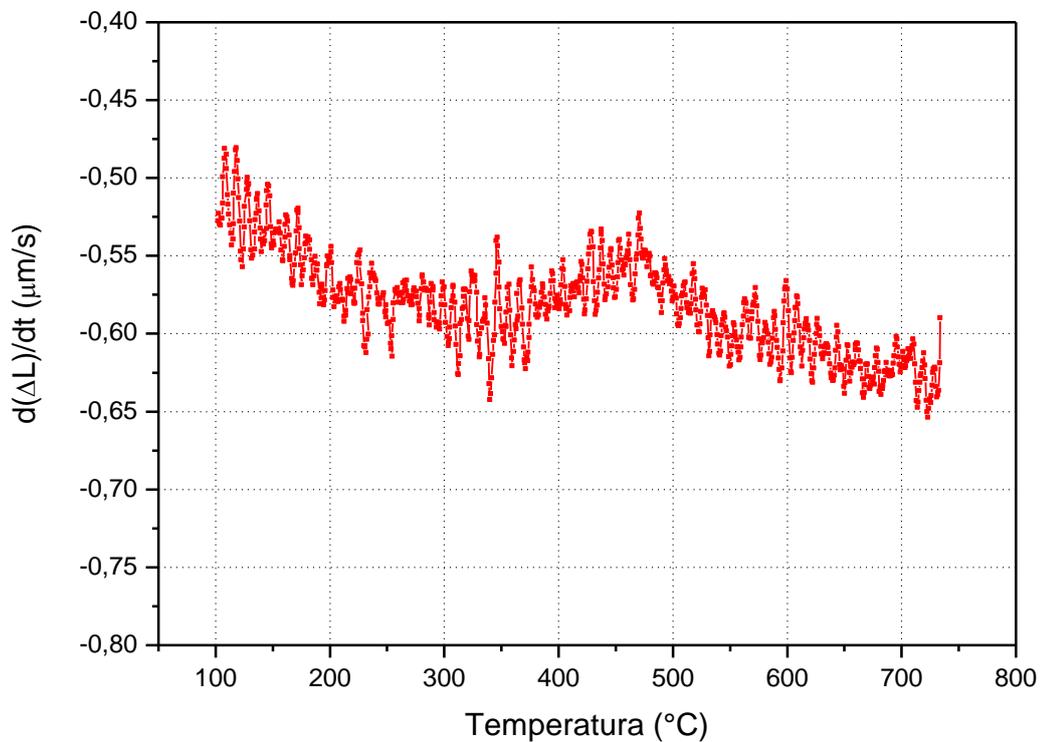
O esquema geral dos ensaios realizados para avaliar a evolução microestrutural durante o resfriamento lento foi apresentado e discutido na seção 4.4.4 e estão detalhados nas figuras 4.9 e 4.10. O objetivo central foi investigar a influência da temperatura de encharque e da taxa de resfriamento sobre a formação da nova ferrita.

Algumas das curvas dilatométricas levantadas com o objetivo de estudar a influência da temperatura de encharque sobre a formação da nova ferrita estão mostradas nas figuras 5.60 a 5.65.

Como o objetivo desta discussão é avaliar a formação da nova ferrita durante o resfriamento, a escolha da escala de temperaturas na montagem das figuras foi feita privilegiando exatamente a região de formação da nova ferrita, a fim de possibilitar maior clareza na exposição e na compreensão do texto. A única exceção foi a figura 5.60, na qual a transformação de fase se caracterizou por um ligeiro desvio da linearidade, tornando necessário expandir a escala de temperaturas para sua melhor visualização.

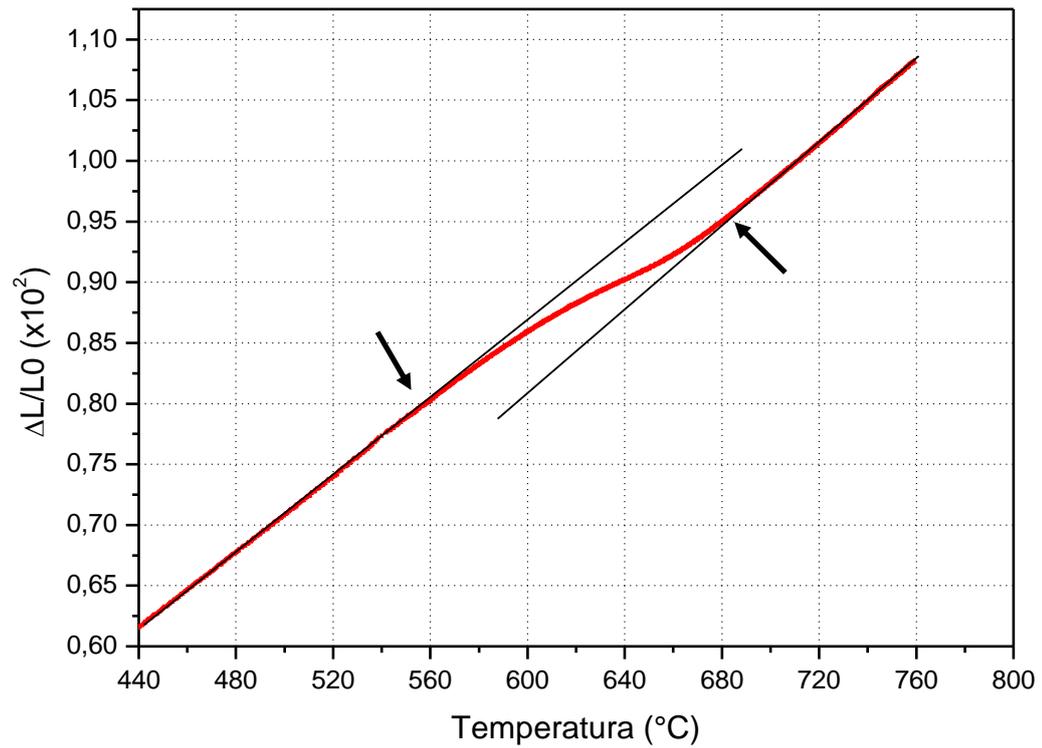


(a)

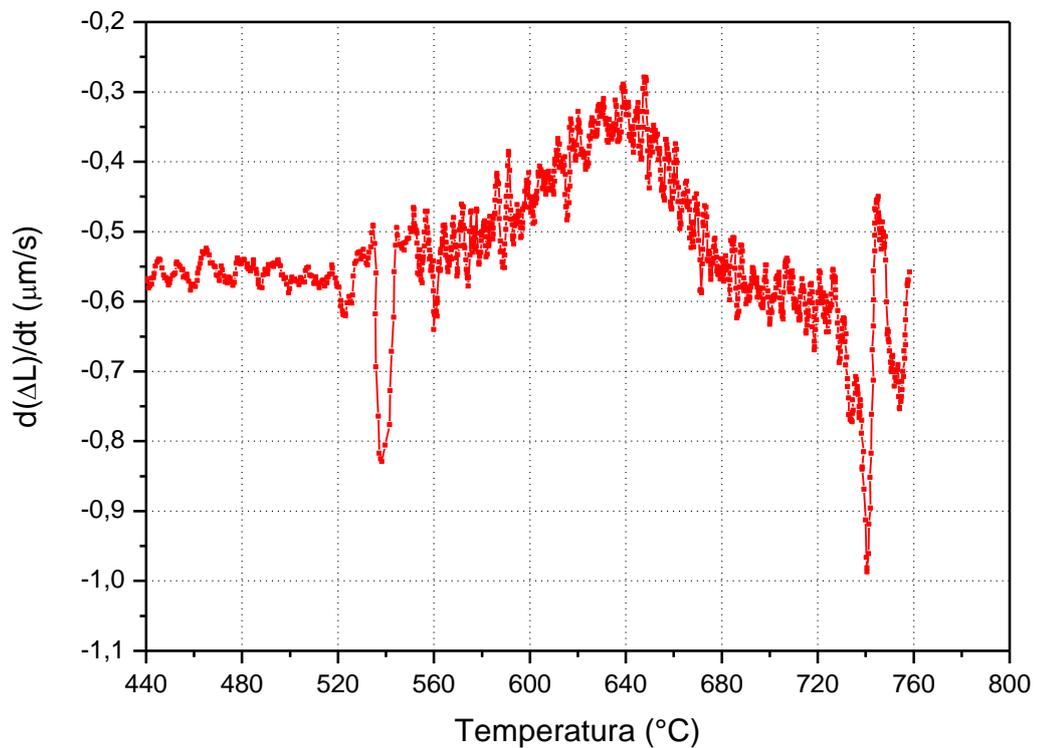


(b)

Figura 5.60 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $3,6^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $740^{\circ}\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). A seta indica o início de formação da nova ferrita.

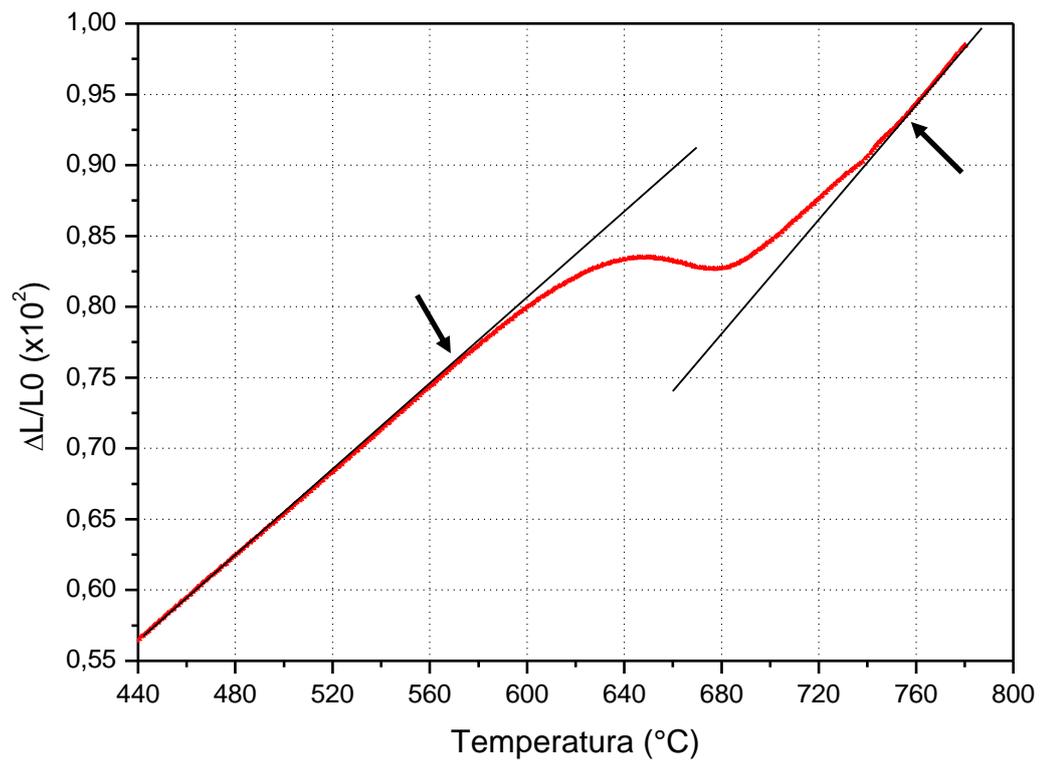


(a)

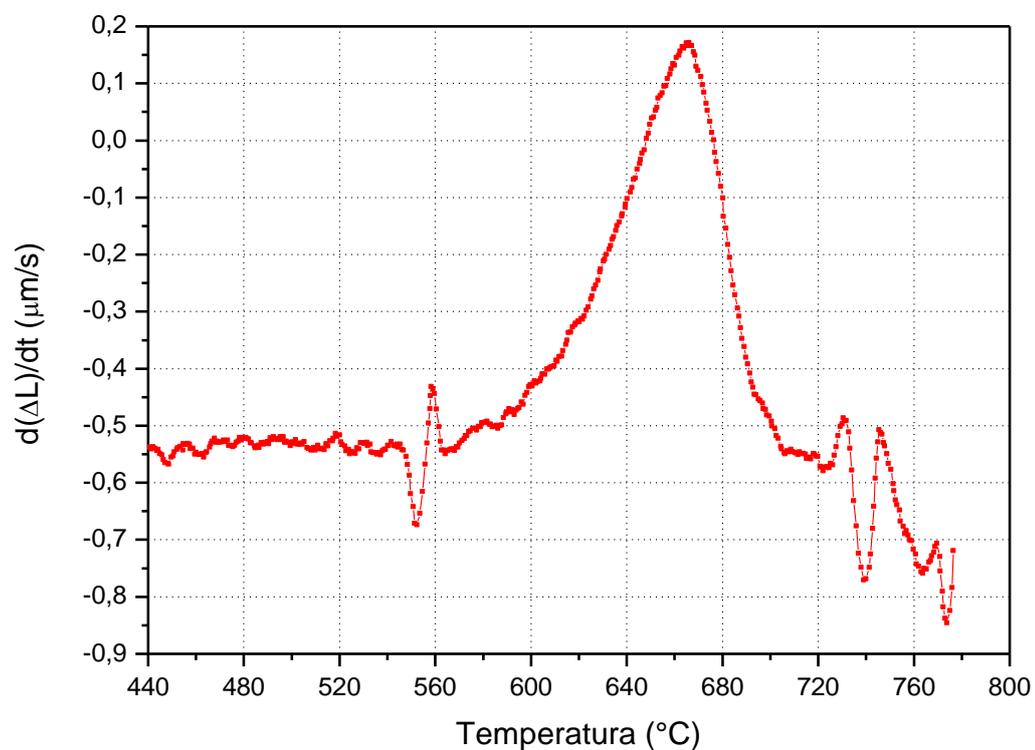


(b)

Figura 5.61 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $3,6^\circ\text{C/s}$ , após o encharque a  $760^\circ\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita.

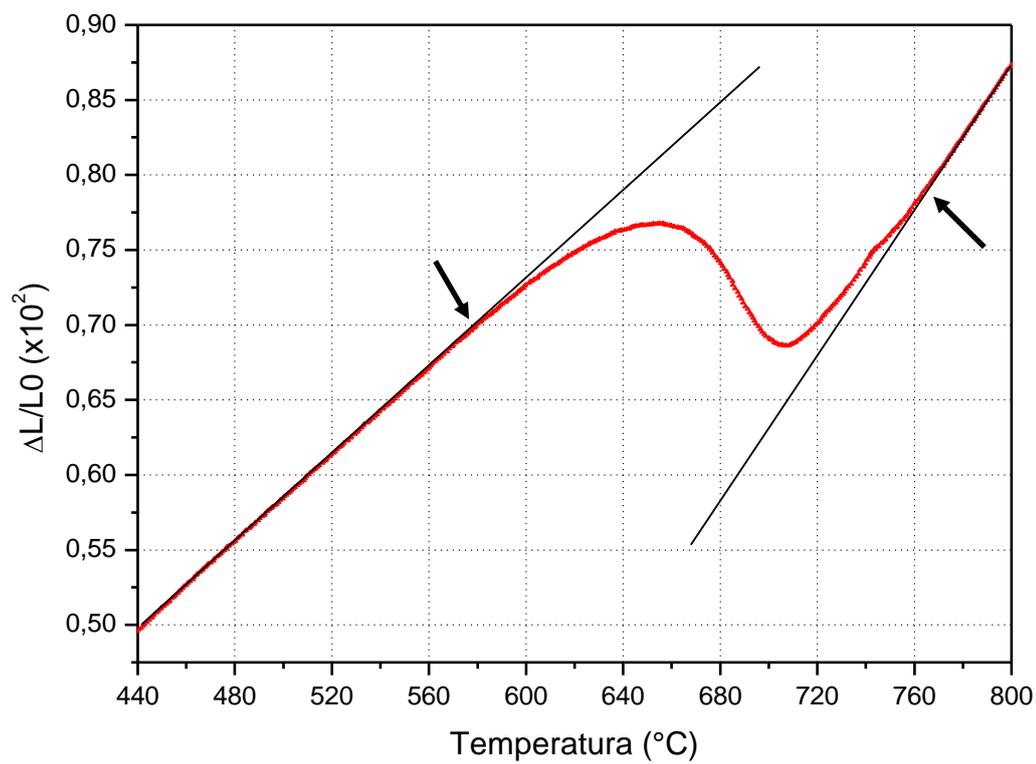


(a)

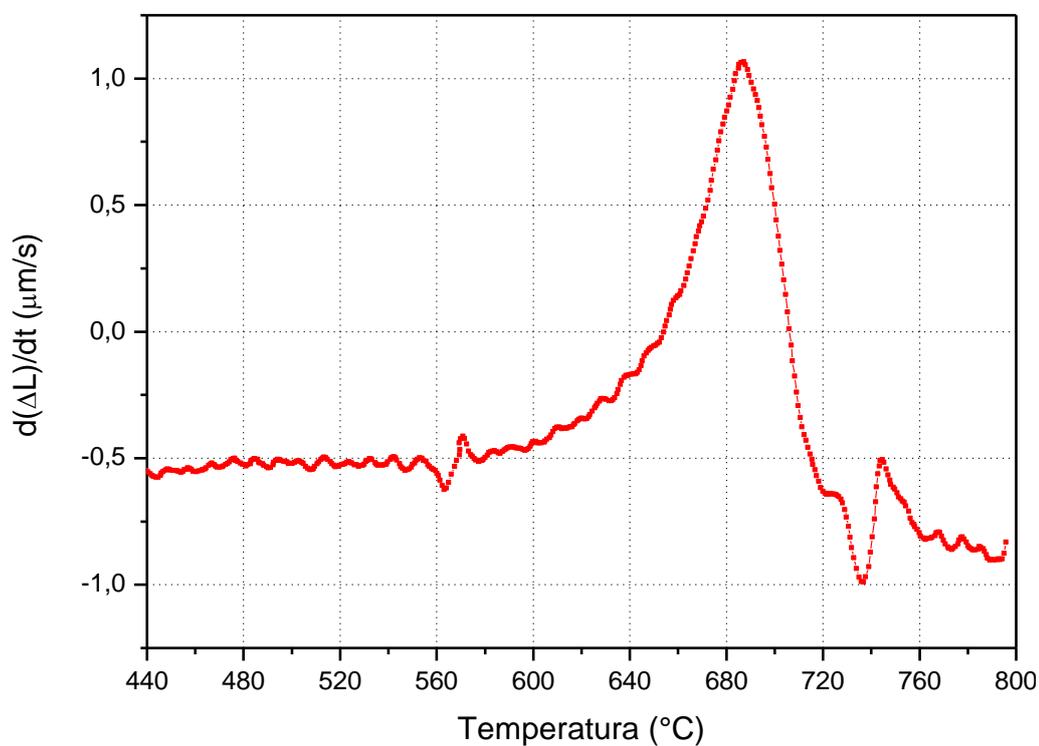


(b)

Figura 5.62 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de 3,6 $^{\circ}C/s$ , após o encharque a 780 $^{\circ}C$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita.

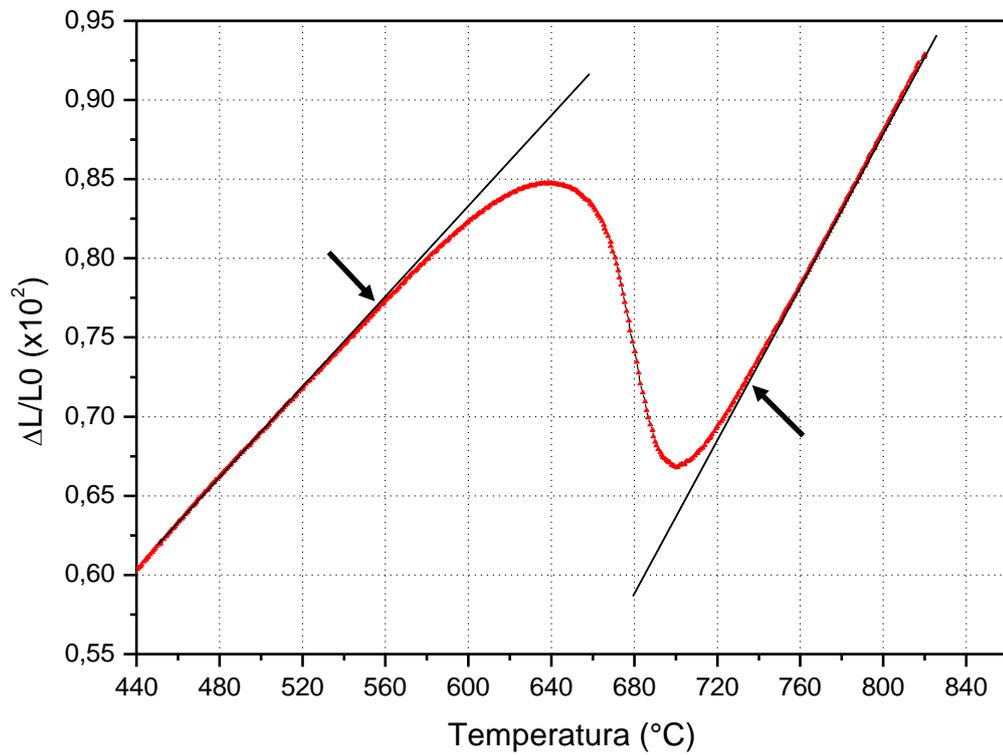


(a)

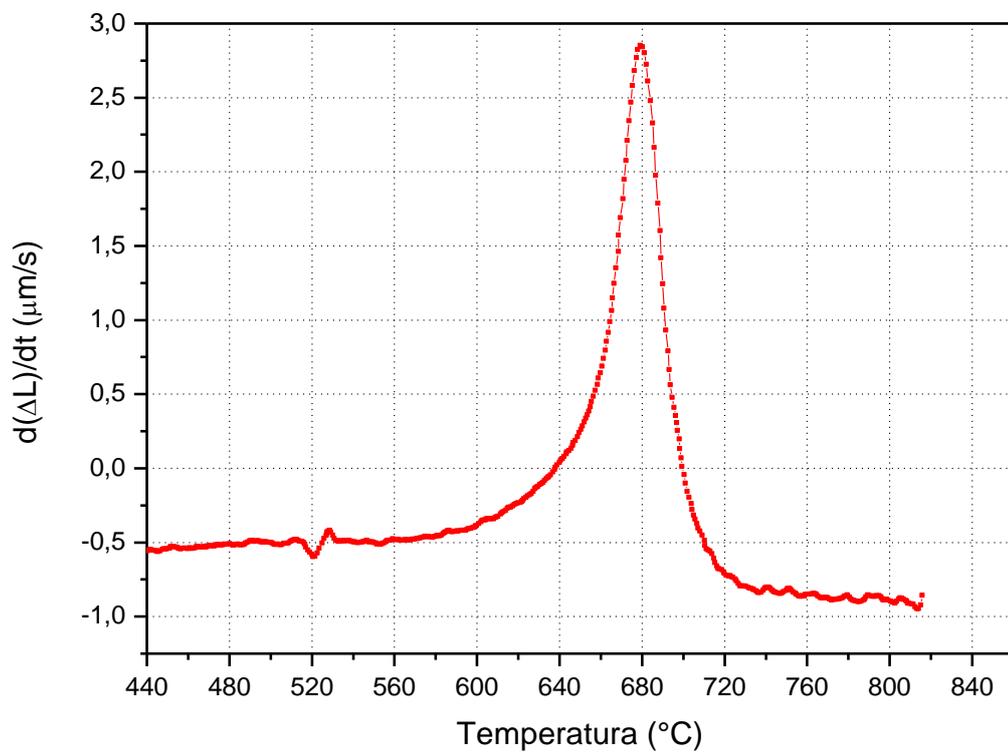


(b)

Figura 5.63 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $3,6^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $800^{\circ}\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita.

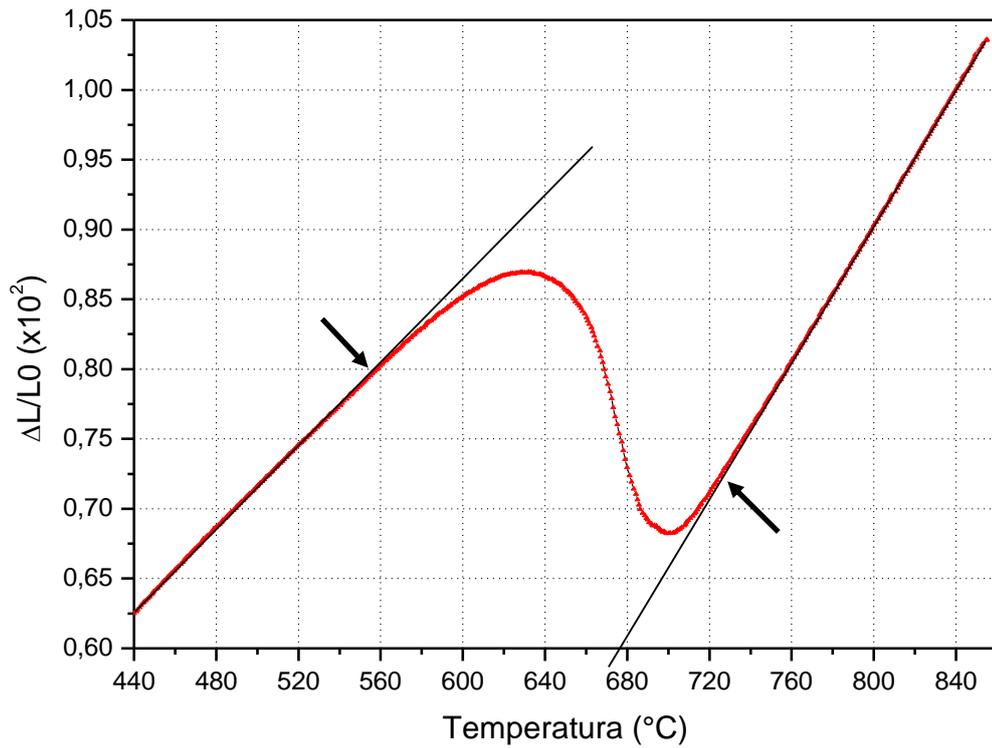


(a)

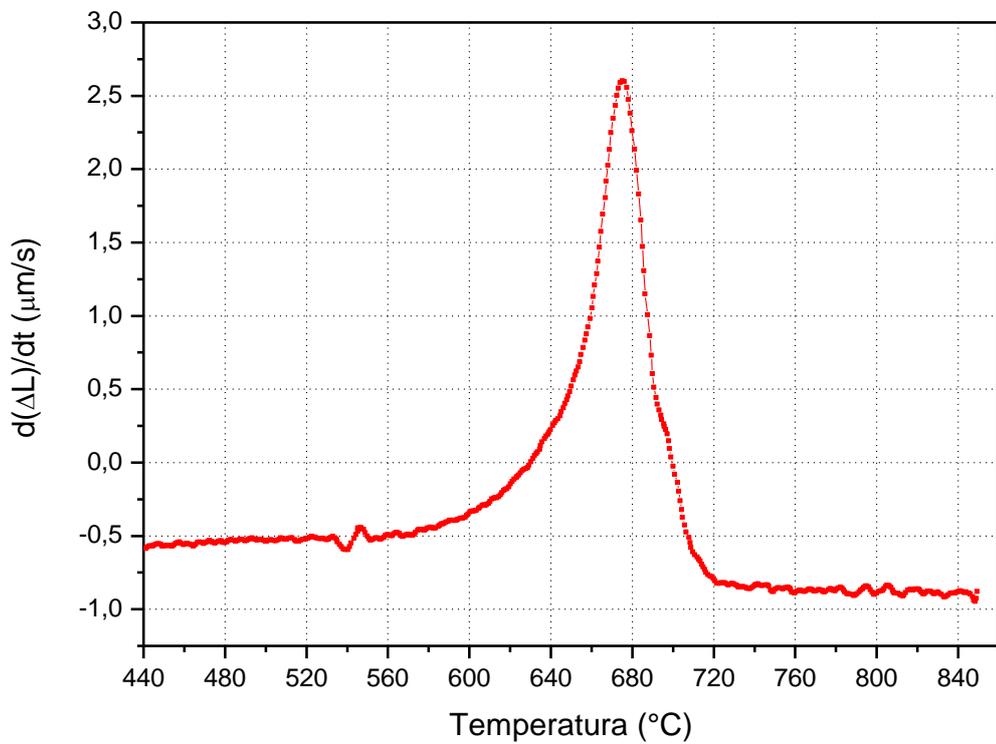


(b)

Figura 5.64 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $3,6^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $820^{\circ}\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita.



(a)



(b)

Figura 5.65 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $3,6^\circ\text{C/s}$ , após o encharque a  $855^\circ\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita.

Nas figuras 5.60 a 5.65, as setas indicam os valores de temperatura de início e fim de formação da nova ferrita, tendo como referência a tangente à curva de variação dimensional em comparação com o sinal da derivada. Estes valores estão representados graficamente na figura 5.66.

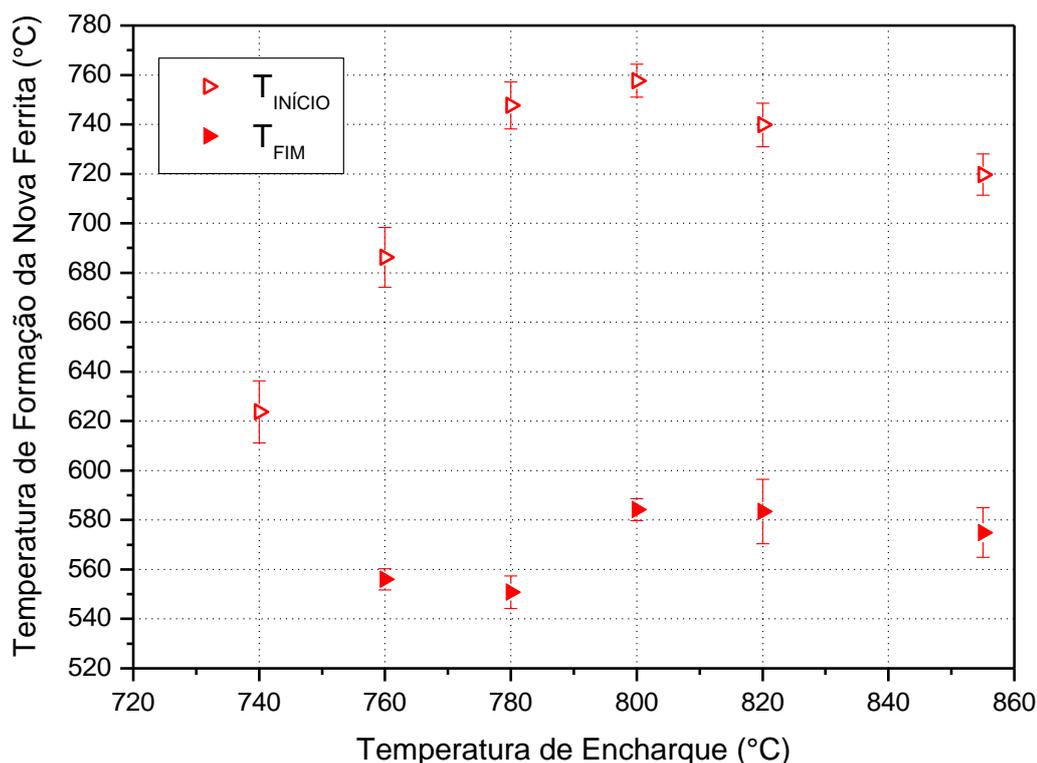


Figura 5.66 – Valores médios e o erro das temperaturas de início e fim de formação da nova ferrita em função da temperatura de encharque estimados com base em sete medições.

De acordo com a figura 5.60, ocorreu uma pequena transformação de fase durante o resfriamento após o encharque a 740°C. A temperatura média para o início de formação da ferrita foi de 623,7°C. Não foi possível, porém, precisar a temperatura de fim desta transformação, já que a curva dilatométrica apresentou apenas um ligeiro afastamento da linearidade. O sinal da derivada da variação dimensional do corpo de prova, mostrado na figura 5.60(b), indica uma temperatura entre 350°C e 400°C para o fim da transformação, estando, portanto, já dentro do campo de formação da bainita, sugerindo que existe uma sobreposição destas transformações. Ainda de acordo com a figura 5.60(b), ainda ocorre outra transformação de fase, dessa vez formação de martensita, a partir de 200°C.

A pequena formação de ferrita, para os ensaios nesta condição, está em consonância com os resultados discutidos na seção 5.4, os quais mostraram que, durante o encharque a 740°C, ocorreu pouca formação de austenita, e, mesmo assim, majoritariamente às expensas da perlita. Sendo assim, como a fração de ferrita transformada em austenita durante o aquecimento e encharque nesta temperatura foi pequena, a transformação reversa, de austenita em ferrita no resfriamento, também foi de pequena quantidade.

Conforme está mostrado na figura 5.66, a temperatura de início de formação da nova ferrita aumentou significativamente com a temperatura de encharque, passando por um máximo a 800°C e, em seguida, diminuindo. Por outro lado, a temperatura de fim da transformação não variou significativamente com a de encharque. De acordo com resultados discutidos na seção anterior, mostrados na figura 5.59, a fração de austenita era aproximadamente de 85% e de 60%, respectivamente, no final do encharque a 800°C e a 780°C. Durante o resfriamento, portanto, havia uma considerável quantidade de interfaces ferrita/austenita disponíveis para transformação da austenita em nova ferrita, o que favoreceu sua formação sem acarretar super-resfriamento da microestrutura. O valor mais elevado da temperatura de início de formação, nos ensaios com 800°C de temperatura de encharque, ocorreu em virtude de uma combinação de alta força motriz para formação de ferrita epitaxial, devido à elevada quantidade de austenita no início do resfriamento, com uma disponibilidade relativamente alta de interfaces ferrita/austenita em condições de promover a reação, aliado com condições térmicas mais favoráveis para a redistribuição de carbono, cuja difusividade controla a transformação de fase em condição de *para-equilibrium* (VITEK *et al.*, 2003), que rege a formação da nova ferrita (GOMEZ, *et al.*, 2010). Com 760°C de temperatura de encharque, por sua vez, a temperatura relativamente mais baixa para o início de formação da nova ferrita, pode ter sido ocasionada por baixa força motriz para a transformação, uma vez que, de acordo com a figura 5.59, já havia quase 60% de ferrita na microestrutura no final do encharque nesta temperatura.

Na temperatura de encharque de 855°C a microestrutura do produto já se encontra completamente austenizada, de modo que o mecanismo de formação da ferrita foi o de nucleação e crescimento, o que explica o valor relativamente mais baixo para a

temperatura de início de transformação. Nos ensaios com 820°C de temperatura de encharque, por outro lado, a microestrutura já se encontra praticamente austenitizada, embora ainda tenham sido encontradas partículas de ferrita não-transformada espalhadas pela microestrutura, conforme foi discutido na seção anterior. De qualquer forma, é ínfima a fração de ferrita não-transformada no final do encharque nesta temperatura. Assim sendo, o valor intermediário para a temperatura de início de transformação da nova ferrita poderia ser explicado considerando que os dois mecanismos de formação, movimentação de interfaces ferrita/austenita e nucleação de novos grãos ferríticos, tenham atuado. É muito difícil, no entanto, estimar o peso relativo destes mecanismos na formação da nova ferrita após o encharque a 820°C.

Finalmente, é importante destacar que, apesar de ter sido empregada a mesma taxa de resfriamento em todos os ensaios, a taxa de variação dimensional do corpo de prova aumentou de modo significativo com a temperatura de encharque, conforme pode ser observado comparando-se a parte (b) das figuras 5.60 a 5.65. Mesmo quando a comparação se restringe às temperaturas intercríticas, verifica-se que este parâmetro, que tem relação com a velocidade de movimentação das interfaces na frente de reação de transformação de fase, aumentou, principalmente para a temperatura de 820°C. Conforme foi mencionado acima, nesta temperatura a microestrutura dispunha de um número muito reduzido de interfaces ferrita/austenita no final do encharque, fazendo com que o início de formação da nova ferrita tenha ocorrido a uma temperatura menor, quando comparado com os ensaios a 780°C e a 800°C de temperatura de encharque, como está representado na figura 5.64. Assim sendo, foi necessário algum super-resfriamento da microestrutura, de modo que a reação de transformação de fase, uma vez iniciada, avançou com velocidade relativamente mais alta.

As curvas dilatométricas referentes ao resfriamento após o encharque a 780°C, com diferentes taxas, estão mostradas nas figuras 5.67 a 5.73. A escala do eixo de temperaturas foi escolhida para melhor representar a faixa de transformação da nova ferrita.

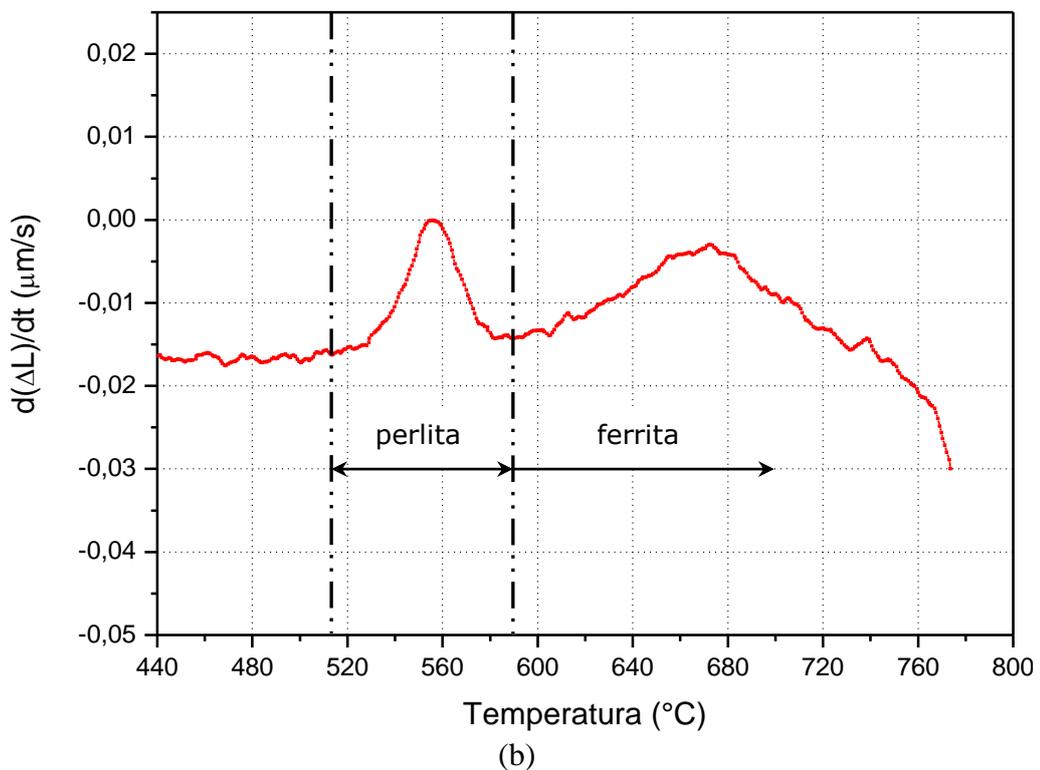
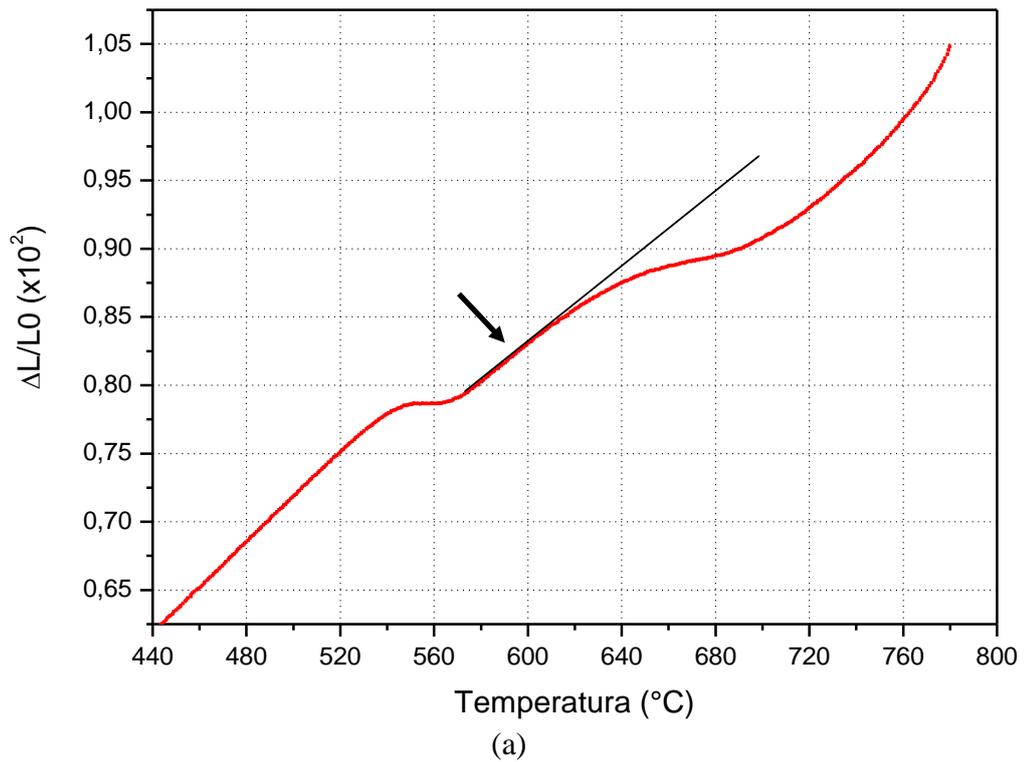
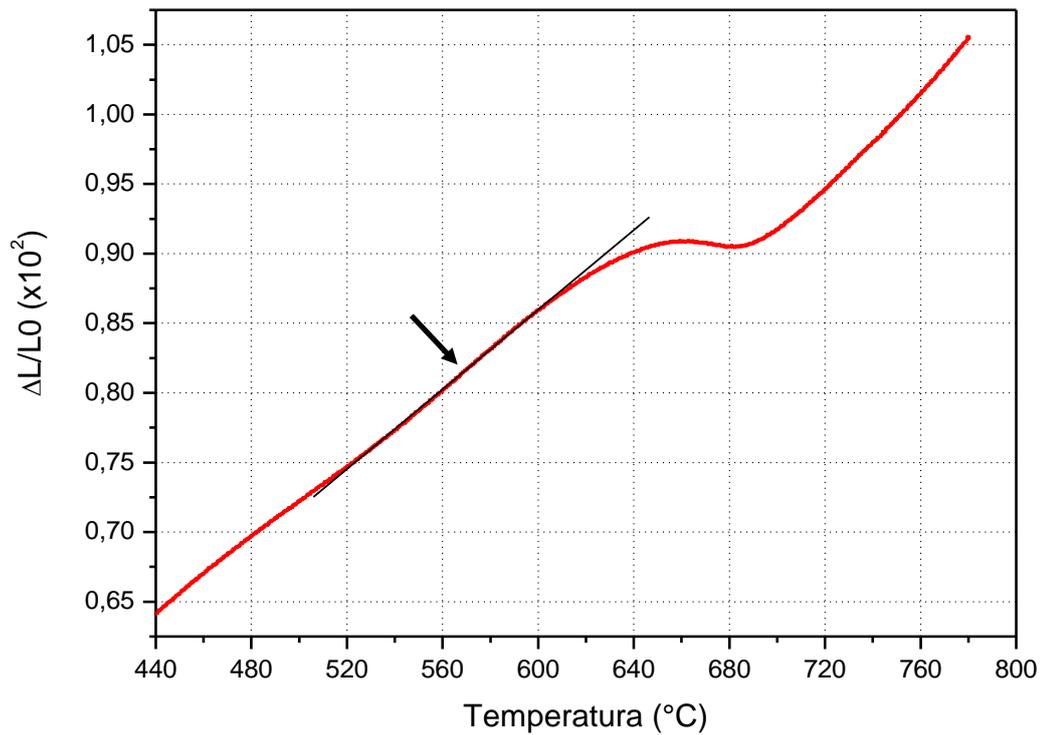
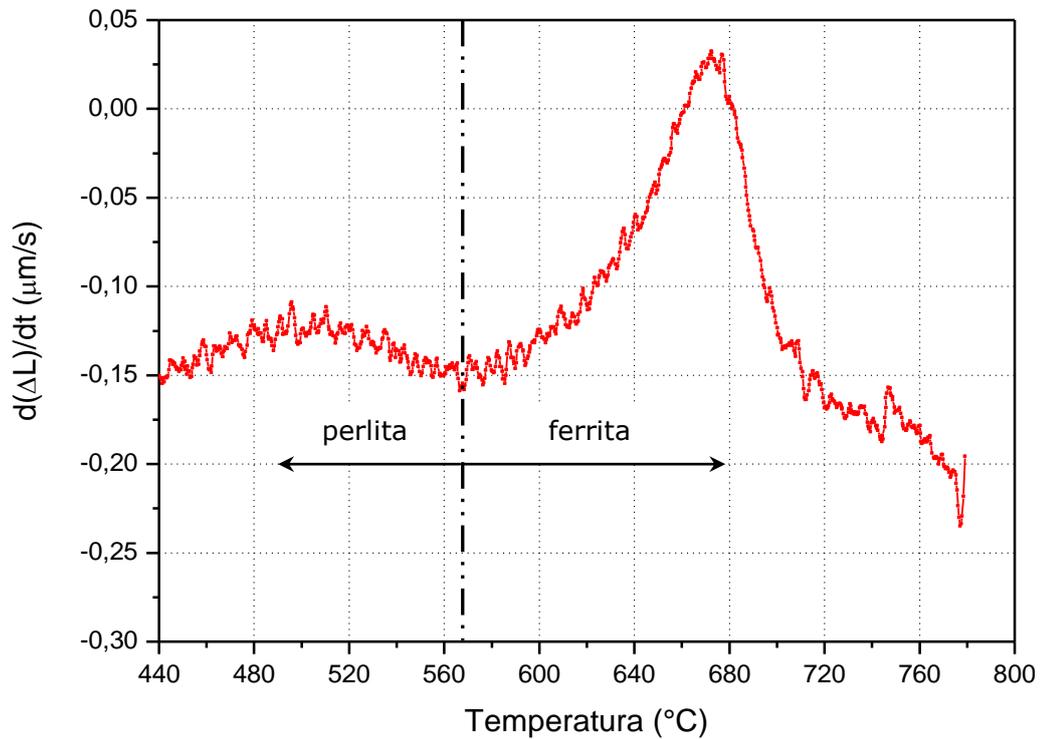


Figura 5.67 – (a) Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $0,1^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $780^{\circ}\text{C}$ . A seta indica o fim de formação da nova ferrita. (b) Derivada da variação dimensional do CP. Linhas verticais delimitam as regiões de formação da ferrita e da perlita.



(a)



(b)

Figura 5.68 – (a) Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $1,0^\circ\text{C/s}$ , após o encharque a  $780^\circ\text{C}$ . As setas indicam o início e o fim de formação da nova ferrita. (b) Derivada da variação dimensional do CP. A Linha vertical delimita as regiões de formação da ferrita e da perlita.

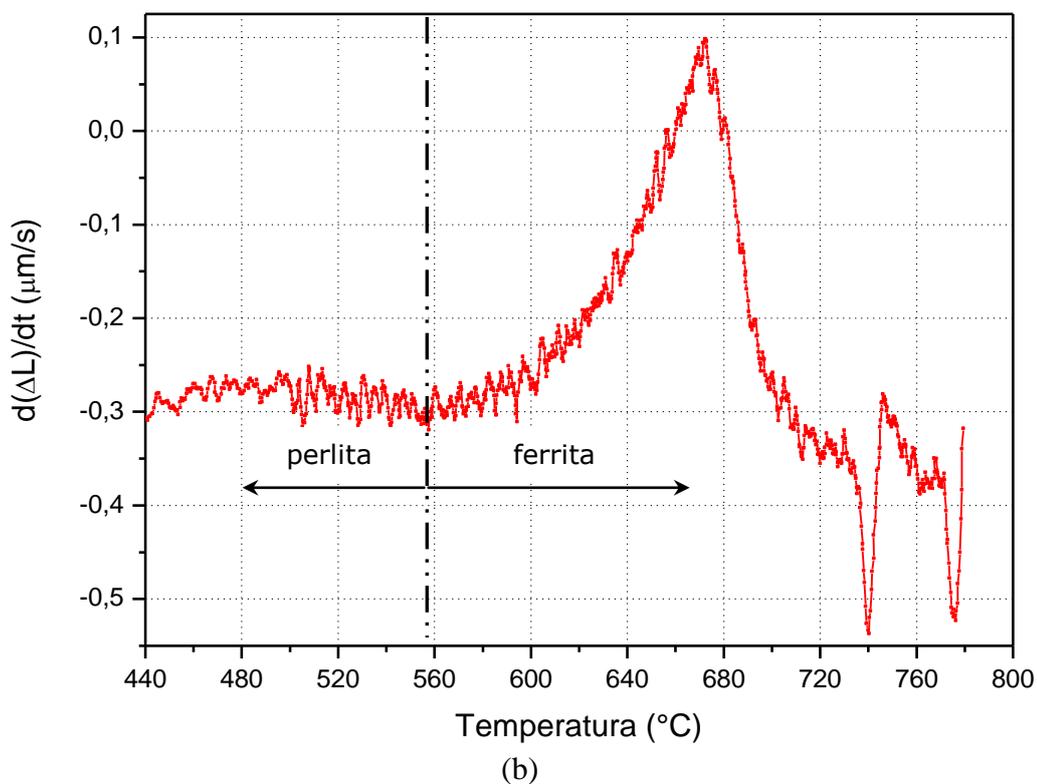
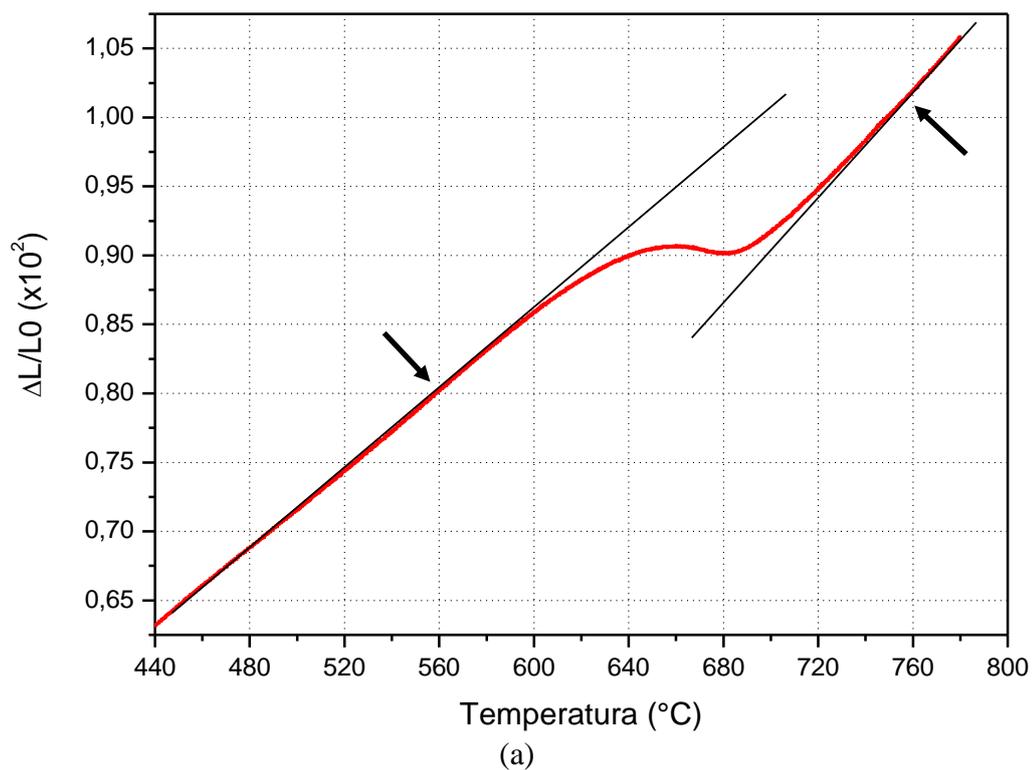


Figura 5.69 – (a) Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $2,0^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $780^{\circ}\text{C}$ . As setas indicam o início e o fim de formação da nova ferrita. (b) Derivada da variação dimensional do CP. A Linha vertical delimita as regiões de formação da ferrita e da perлита.

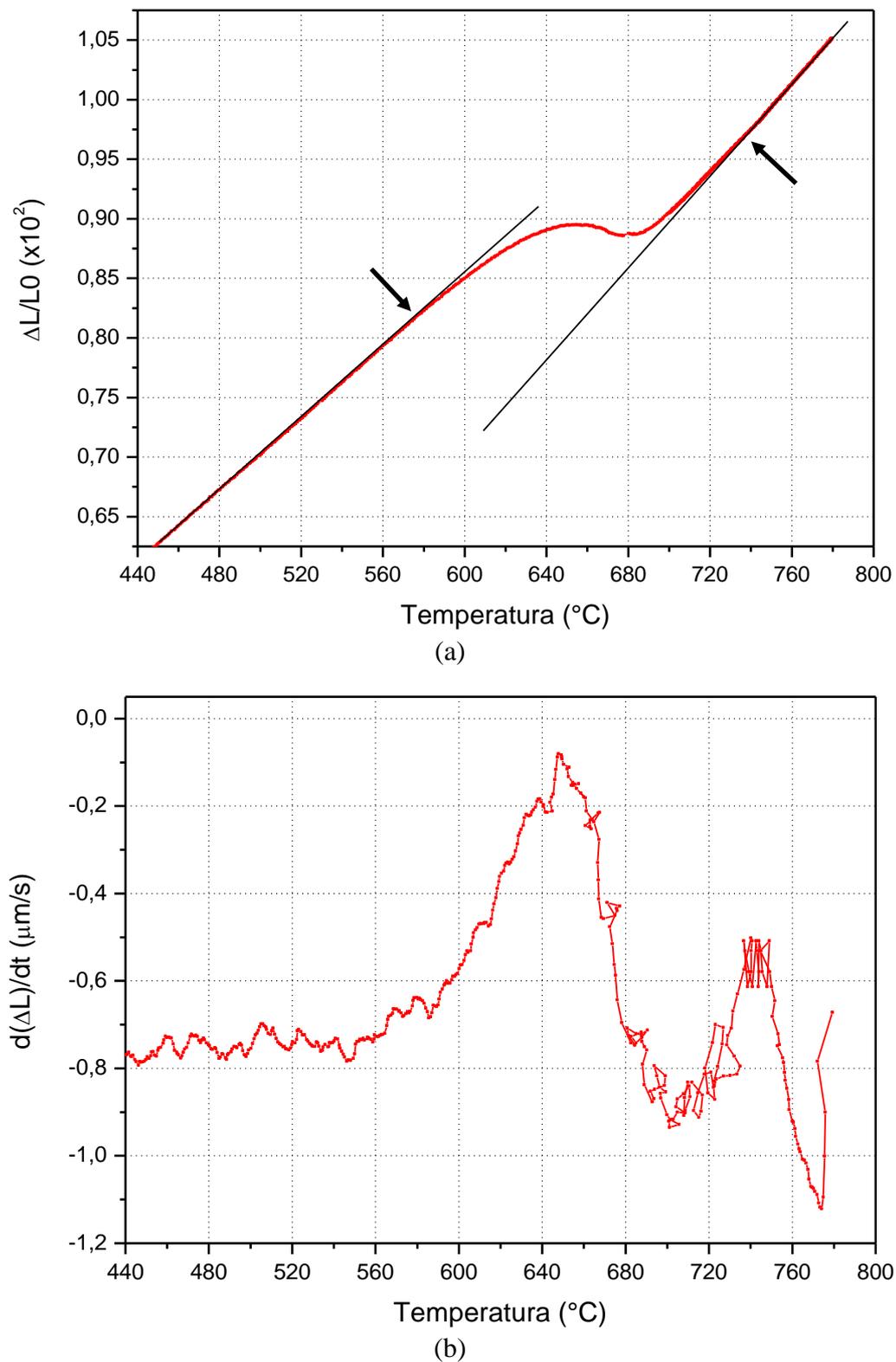
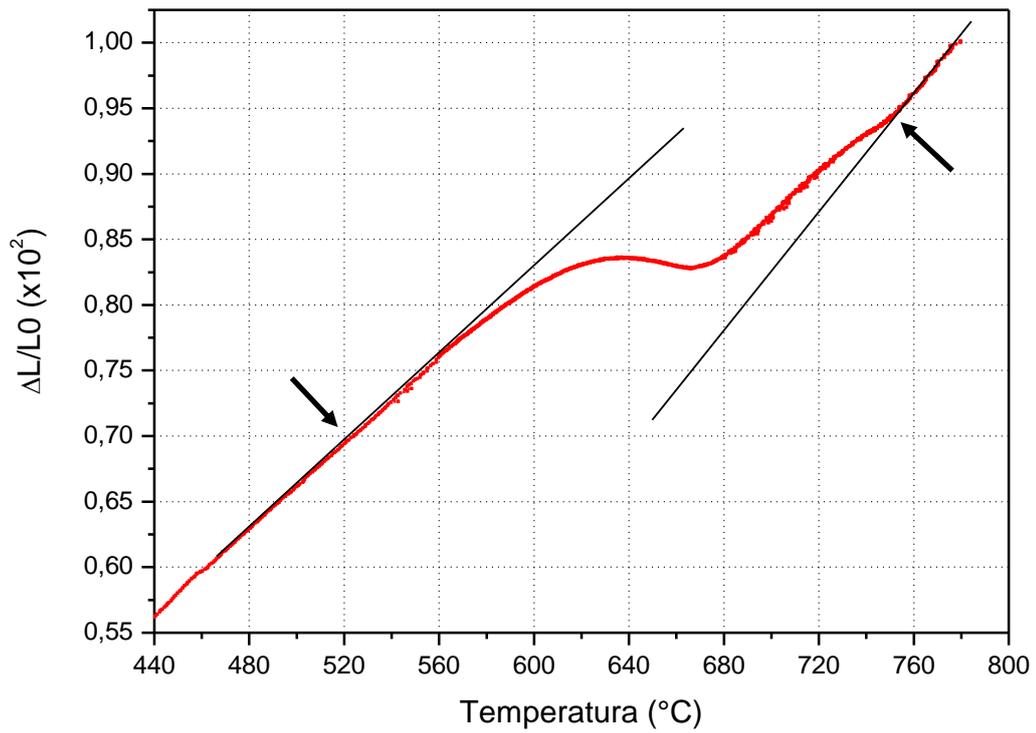
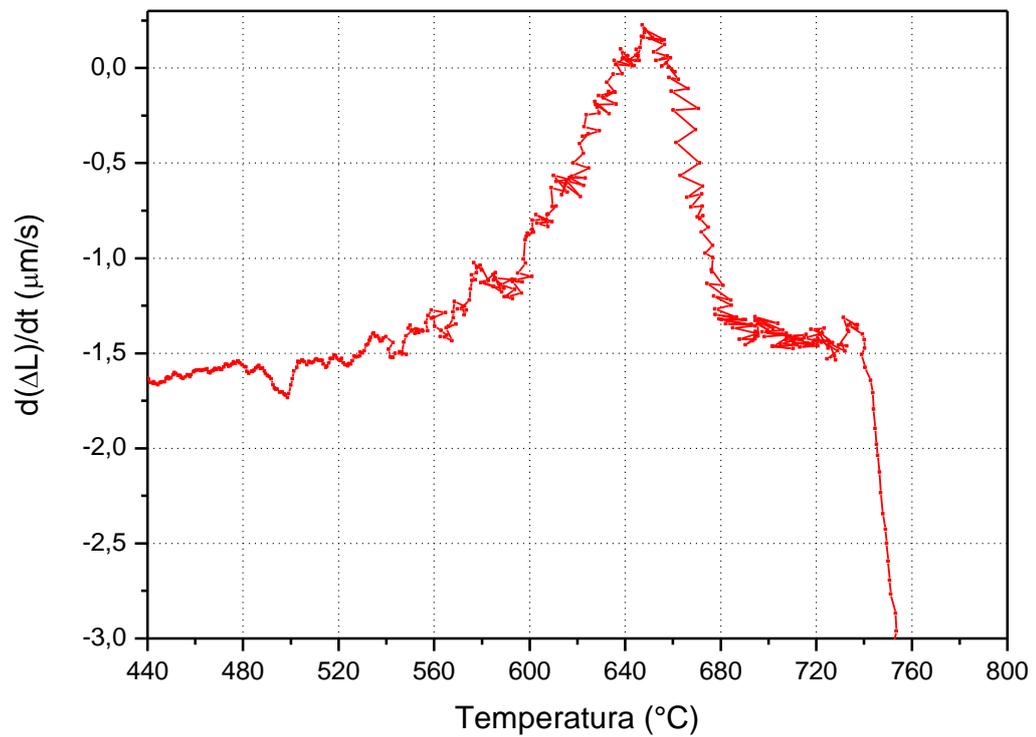


Figura 5.70 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $5,0^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $780^{\circ}\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita.



(a)



(b)

Figura 5.71 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $10^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $780^{\circ}\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita.

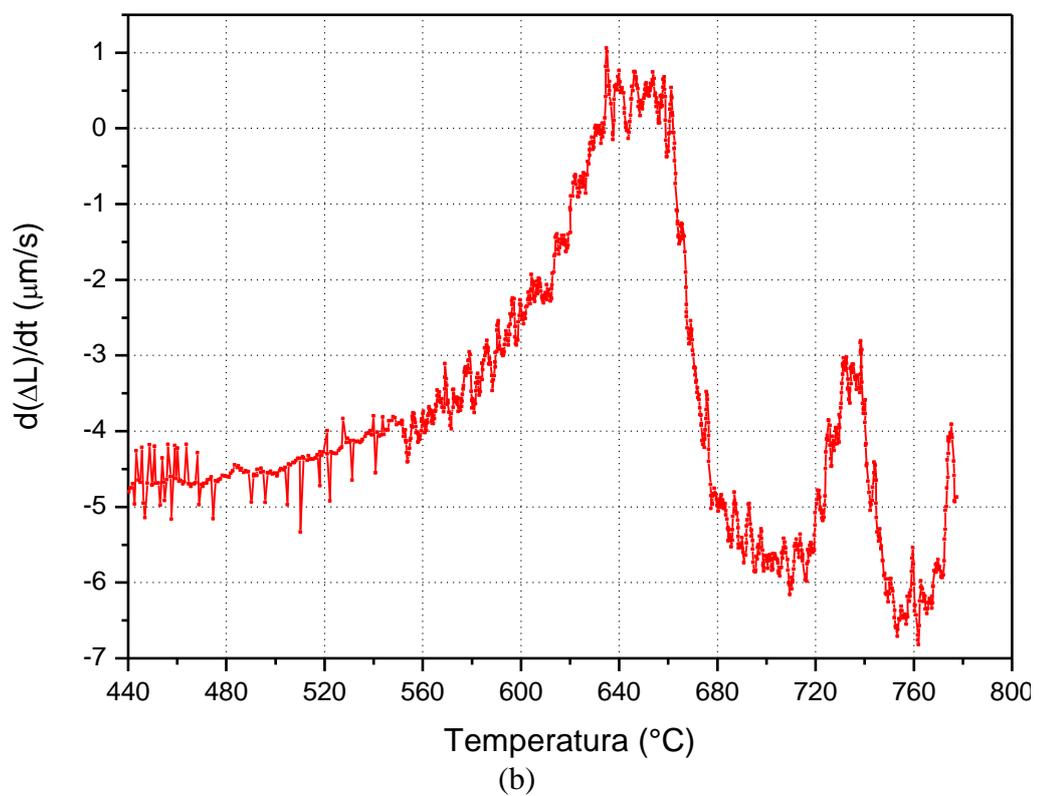
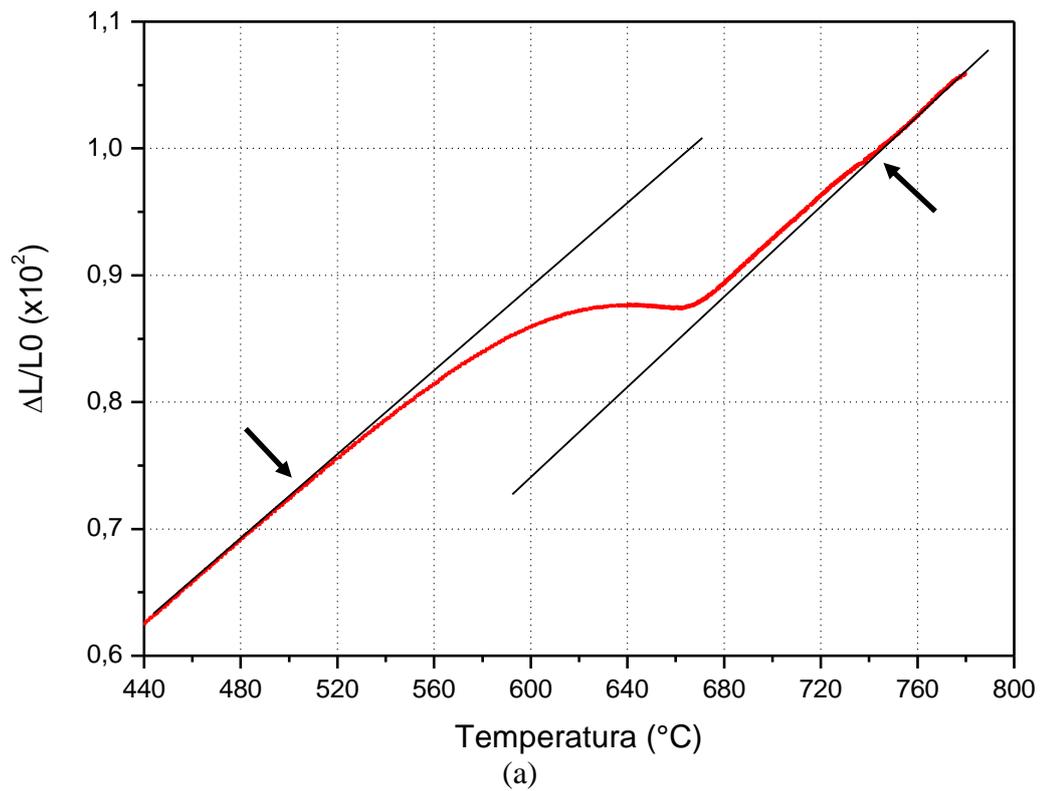


Figura 5.72 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de 30°C/s, após o encharque a 780°C (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita.

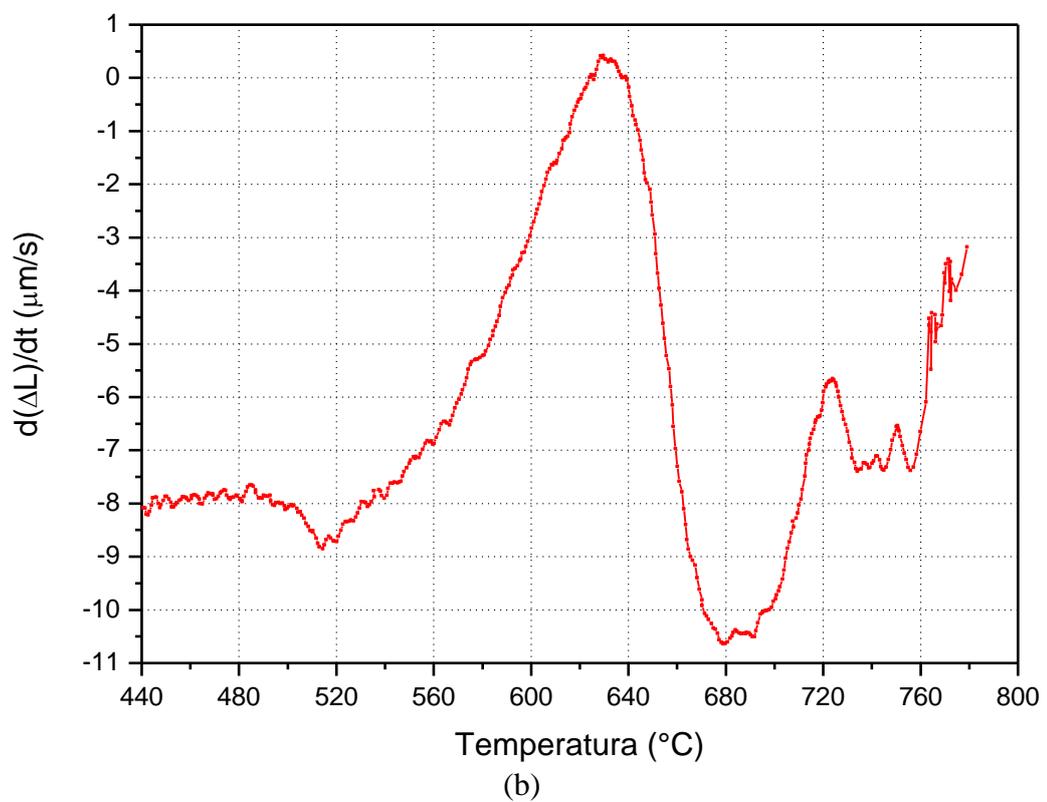
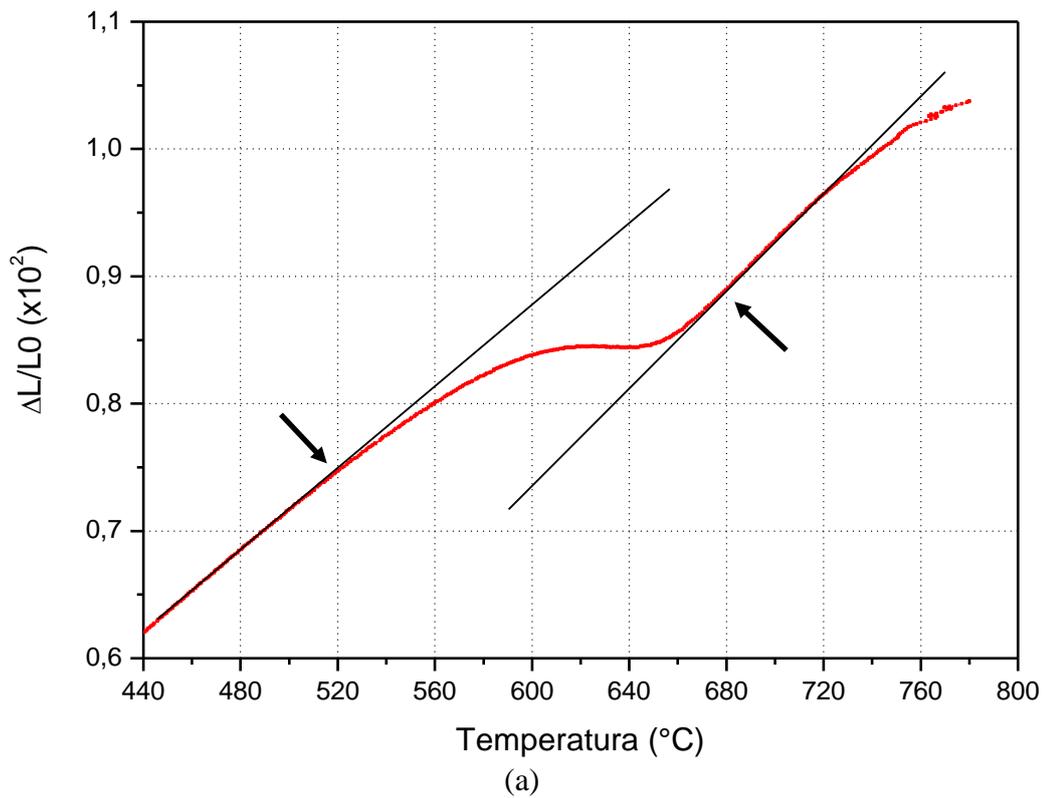


Figura 5.73 – Variação dimensional do corpo de prova durante resfriamento contínuo, com taxa de  $50^{\circ}\text{C/s}$ , após o encharque a  $780^{\circ}\text{C}$  (a). Derivada da variação dimensional do CP (b). As setas indicam as temperaturas de início e de fim de formação da nova ferrita.

Todas as curvas de resfriamento contínuo após o encharque a 780°C, levantadas no presente estudo, foram reunidas no diagrama de transformação por resfriamento contínuo mostrado na figura 5.74.

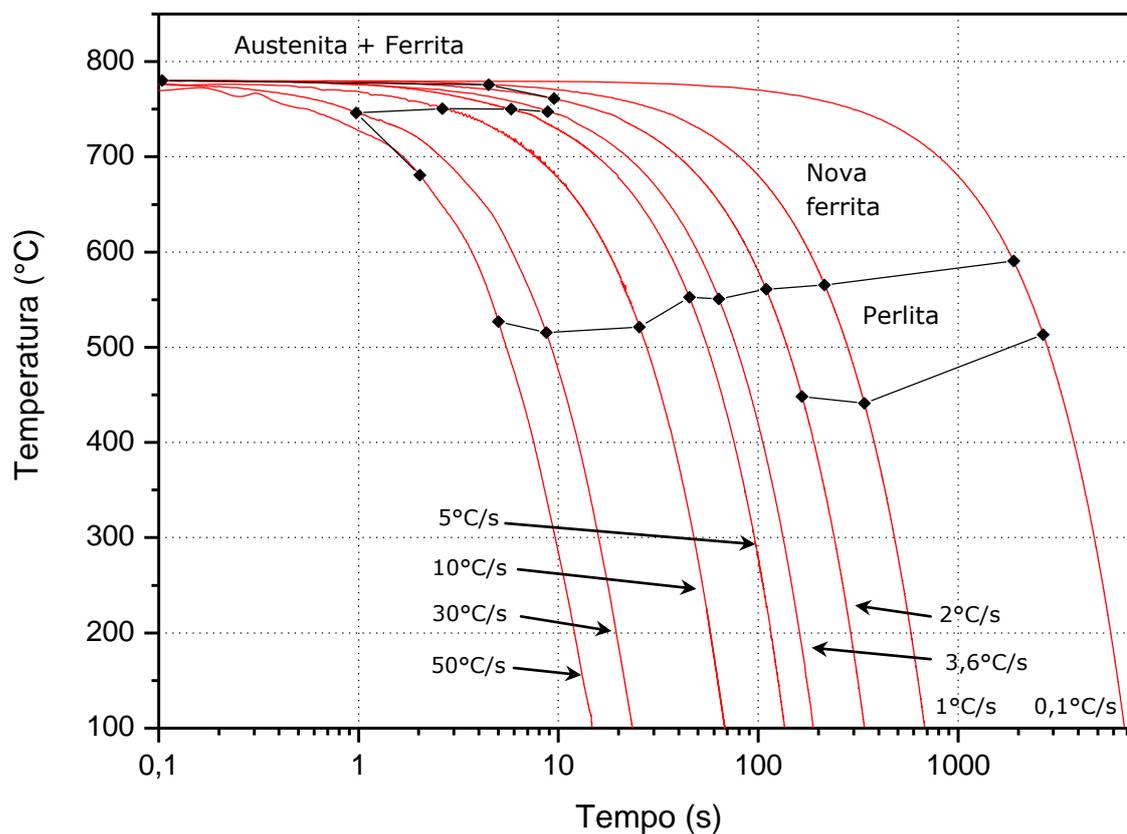


Figura 5.74 – Diagrama de transformação por resfriamento contínuo após o encharque na temperatura intercrítica de 780°C, destacando o campo de formação da nova ferrita e da perlita.

A fração percentual média de ferrita presente nas amostras processadas por resfriamento contínuo foi medida por meio do uso de *software* de análise de imagens em micrografias geradas via microscopia óptica com ampliação de 1.000x. Os valores médios, referentes a 20 campos de medição, estão mostrados na tabela V.8. Nesta tabela está mostrada também a fração de ferrita intercrítica no final do encharque a 780°C. Este valor foi empregado para determinar, por diferença, as frações de nova ferrita formadas em cada uma das taxas de resfriamento empregada.

Tabela V.8 – Fração percentual média de ferrita intercrítica e em amostras processadas por resfriamento contínuo após o encharque a 780°C, com diferentes taxas. Medições feitas por análise de imagens. A fração percentual de nova ferrita foi determinada por diferença entre o valor após cada taxa de resfriamento e a intercrítica.

Condição da amostra		Ferrita (%)	Desvio padrão	Nova Ferrita (%)
Final do encharque a 780°C		37,2	2,2	---
Taxa de resfriamento (°C/s)	0,1	72,0	1,4	34,8
	1,0	65,4	1,8	28,2
	2,0	63,5	2,1	26,3
	5,0	61,9	1,9	24,7
	10,0	60,3	1,0	23,1
	30,0	55,5	1,7	18,3
	50,0	54,5	1,2	17,3

As curvas de resfriamento contínuo, mostradas nas figuras 5.67 a 5.73, revelaram que ocorreu formação de nova ferrita em todas as taxas de resfriamento empregadas. Mesmo com a taxa relativamente elevada de 50°C/s, cuja curva dilatométrica está mostrada na figura 5.73, ainda ocorreu formação de uma significativa quantidade deste constituinte, estimada em 17,3%, como está mostrado na tabela V.8. Resultados semelhantes foram reportados na literatura por autores que registraram a formação de nova ferrita em aços com composição química à base de carbono, manganês e silício, resfriados com taxa de até 100°C/s, após encharque a 785°C (SARWAR *et al.*, 2001; ERDOGAN, 2002). As curvas dilatométricas indicaram ainda que no ensaio com taxa de resfriamento de 0,1°C/s, o sinal da variação dimensional do corpo de prova apresentou desvio da linearidade tão logo se iniciou o resfriamento, conforme se observa na figura 5.67, evidenciando que a formação da nova ferrita teve início já desde os primeiros instantes do resfriamento, sem qualquer lapso de tempo mensurável.

Estes resultados são compatíveis com o mecanismo de formação da nova ferrita via movimentação das interfaces ferrita/austenita, o qual não necessita de tempo de incubação. A consequência, conforme ilustra a figura 5.74, é que o campo de formação da ferrita, aqui denominada nova ferrita, desloca-se para tempos inferiores aos que

seriam observados num processo por nucleação e crescimento, como seria o caso se a estrutura de partida fosse totalmente austenítica.

As curvas de resfriamento contínuo revelaram também que ocorreu formação de perlita nos ensaios realizados com taxas de resfriamento igual ou inferior a  $2,0^{\circ}\text{C/s}$ . A fração percentual deste constituinte, todavia, não foi medida. A curva de resfriamento com taxa de  $3,6^{\circ}\text{C/s}$ , por outro lado, aparentemente não indicou formação de perlita, conforme pode ser conferido na figura 5.62.

O aspecto da microestrutura das amostras processadas nestes ensaios, conforme observado em análises metalográficas por microscopia óptica e por microscopia eletrônica de varredura (MEV), está mostrado nas figuras 5.76 a 5.82. Para fins comparativos, na figura 5.75 mostra-se o aspecto da microestrutura no final do encharque a  $780^{\circ}\text{C}$ , conforme observado por microscopia óptica.

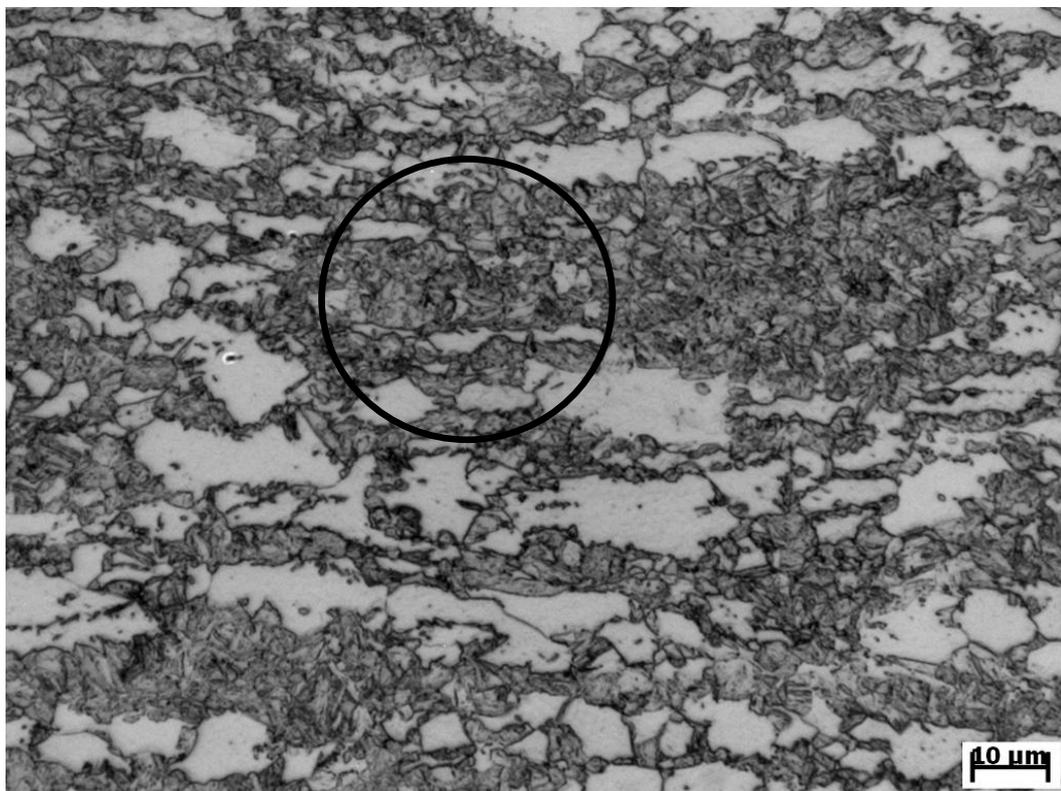
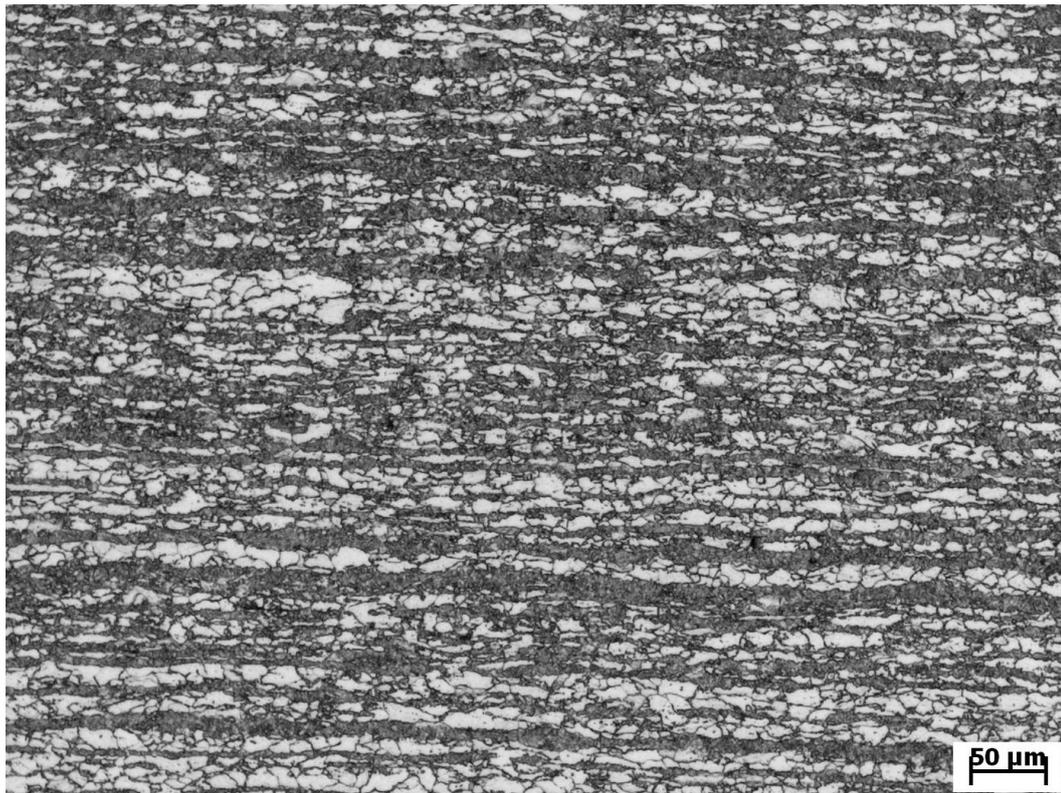
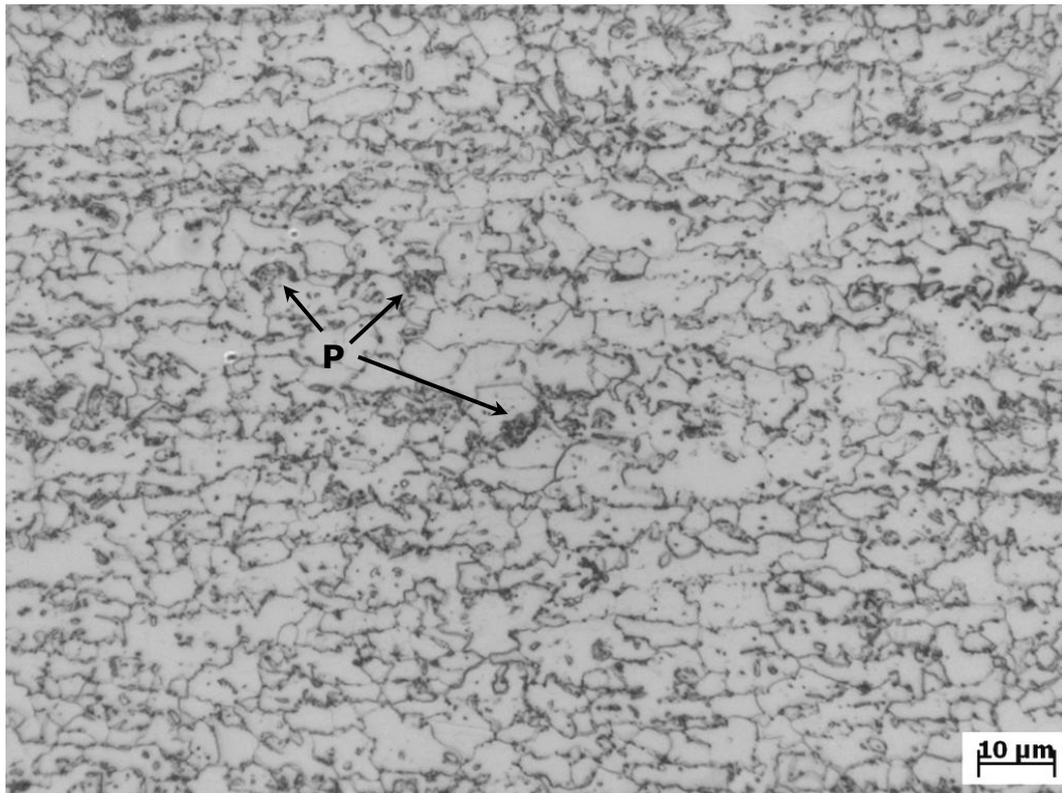
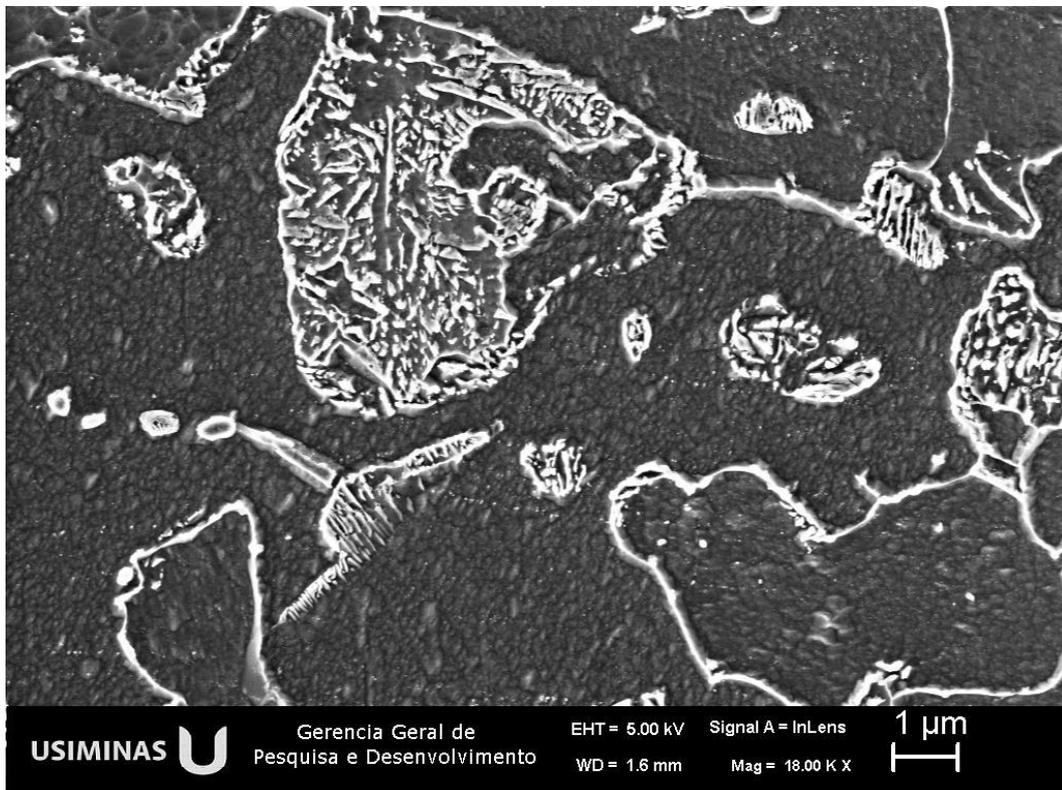


Figura 5.75 – Aspecto típico da microestrutura no final do encharque a 780°C, conforme observado via microscopia óptica. Ataque com picral por 35s, seguido de nital a 2% por 6s. O círculo destaca alguns grãos pequenos de ferrita localizados no interior de bandas de 2ª fase.

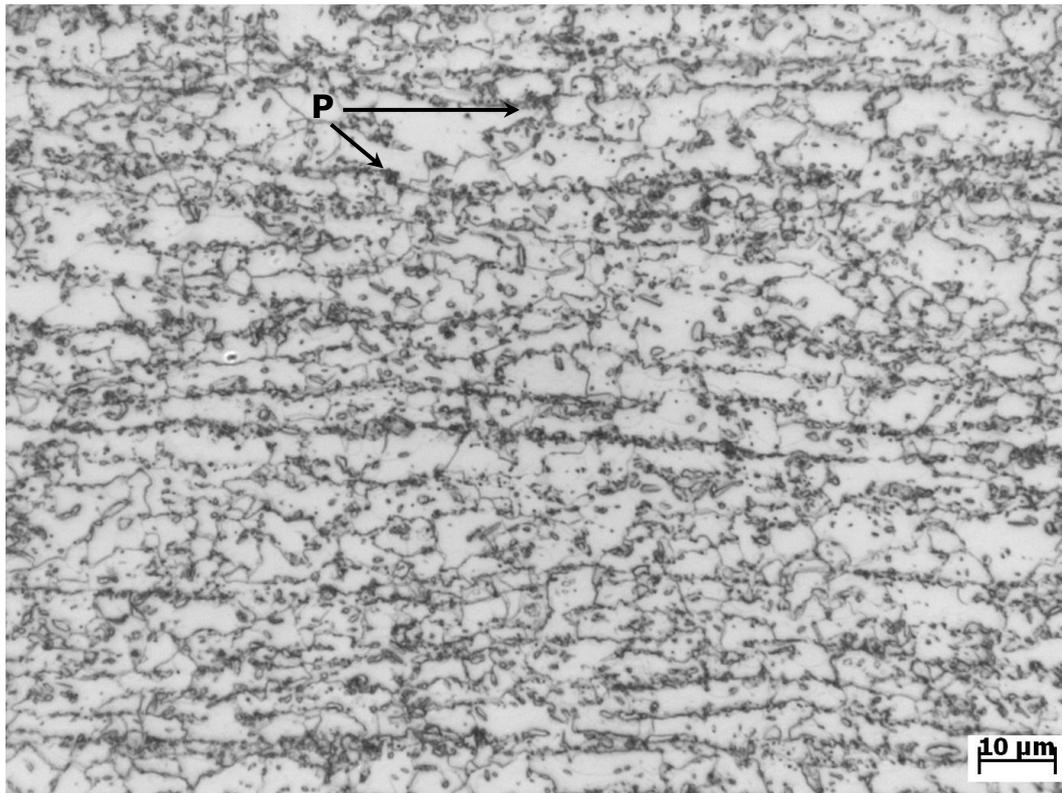


(a) Microscopia óptica

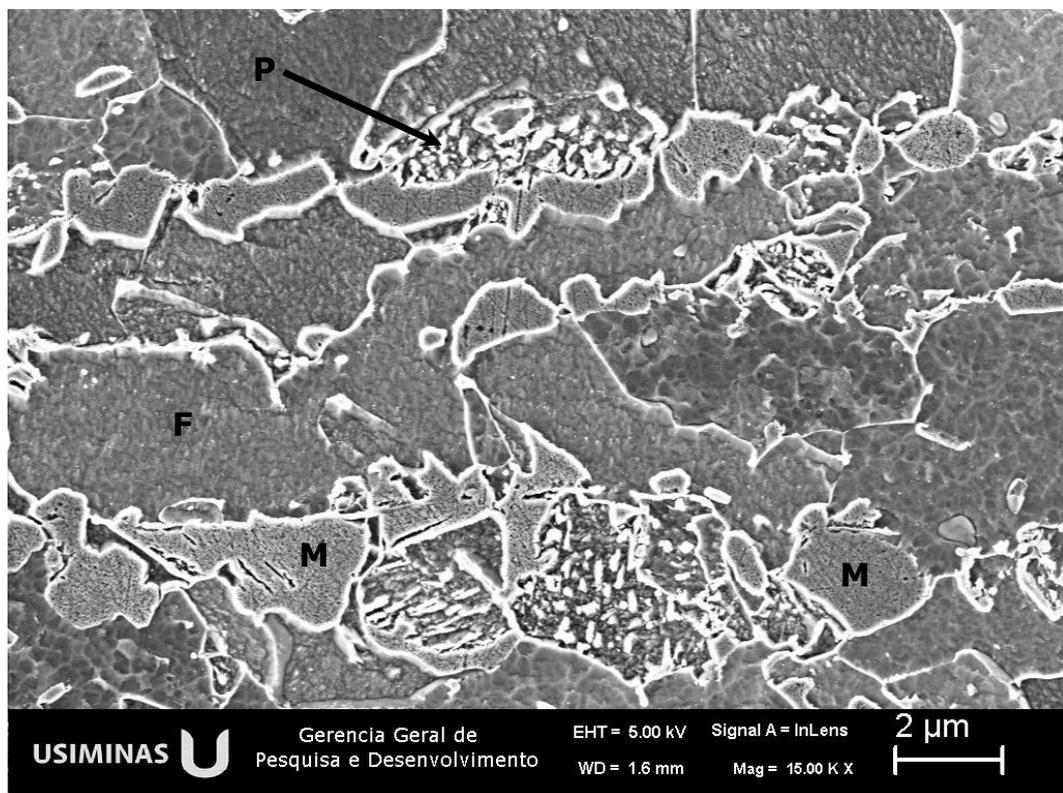


(b) MEV

Figura 5.76 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de  $0,1^{\circ}\text{C/s}$ . Nital 4%. P-perlita.

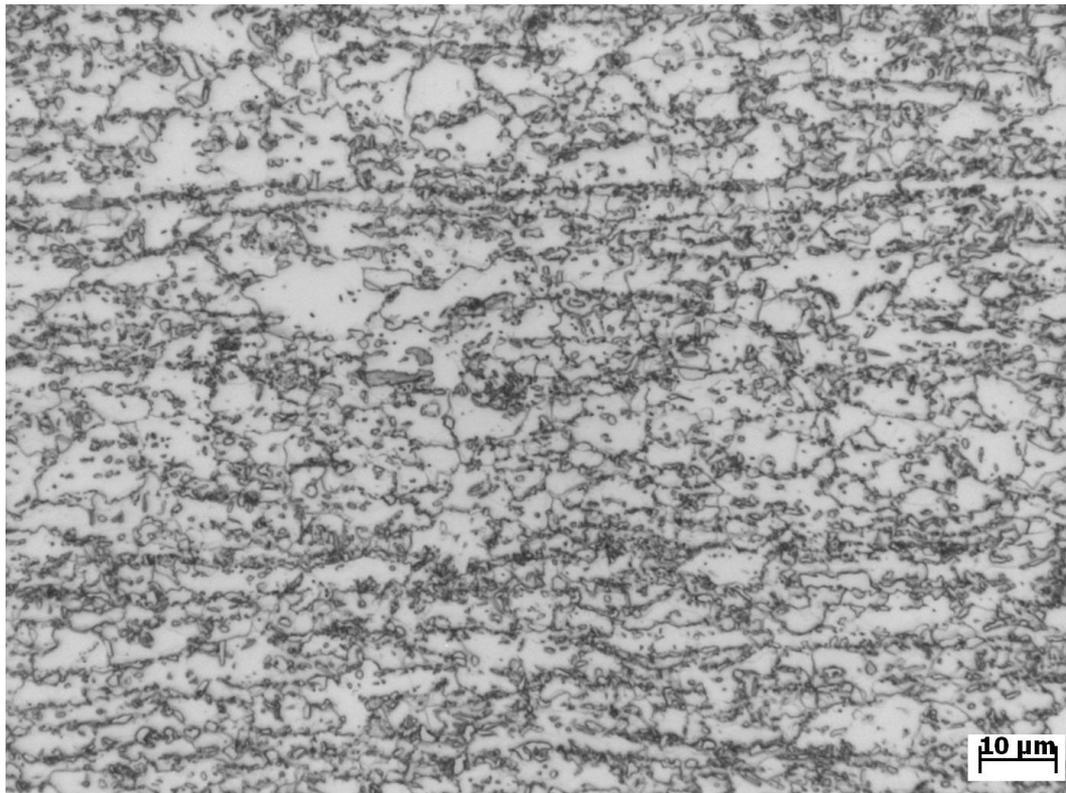


(a) Microscopia óptica

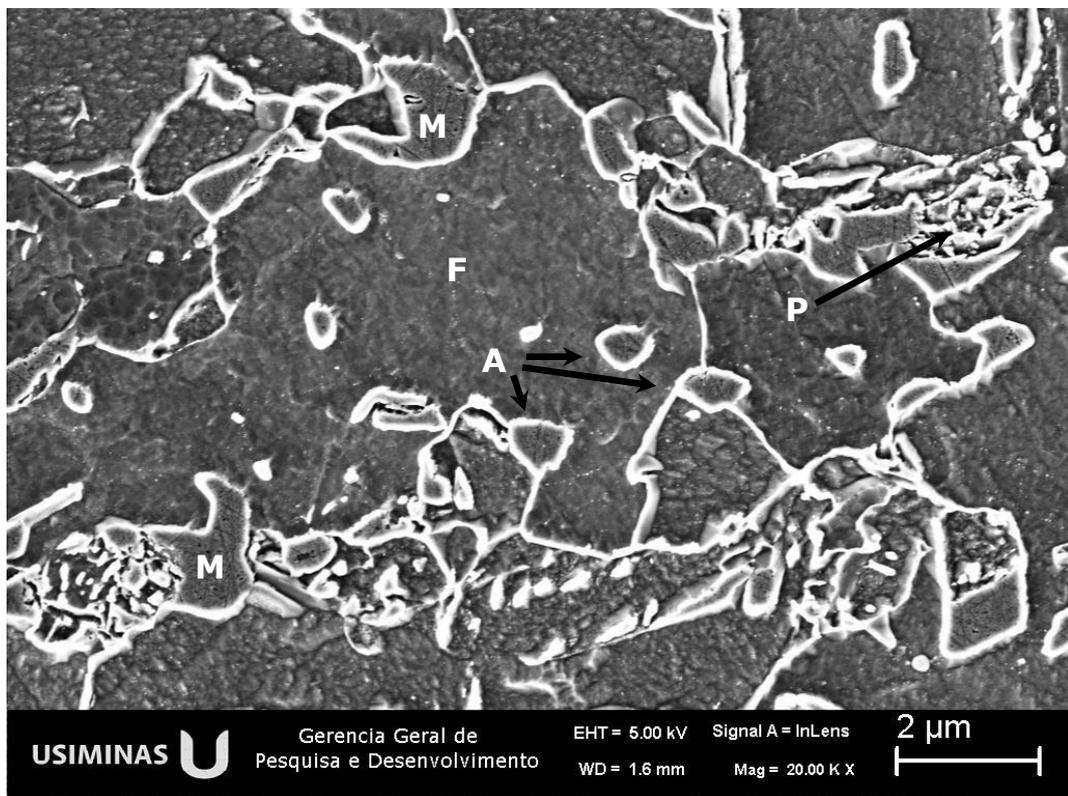


(b) MEV

Figura 5.77 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de  $1,0^{\circ}\text{C/s}$ . Nital 4%. F-ferrita, P-perlita, M-martensita.

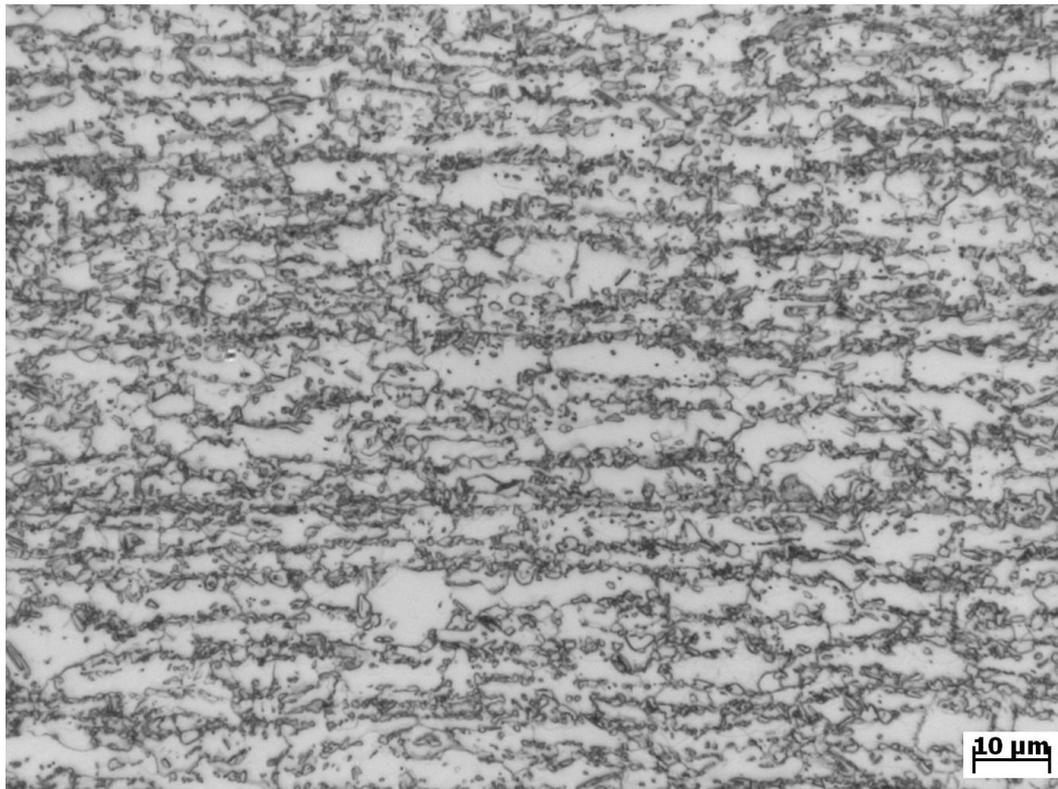


(a) Microscopia óptica

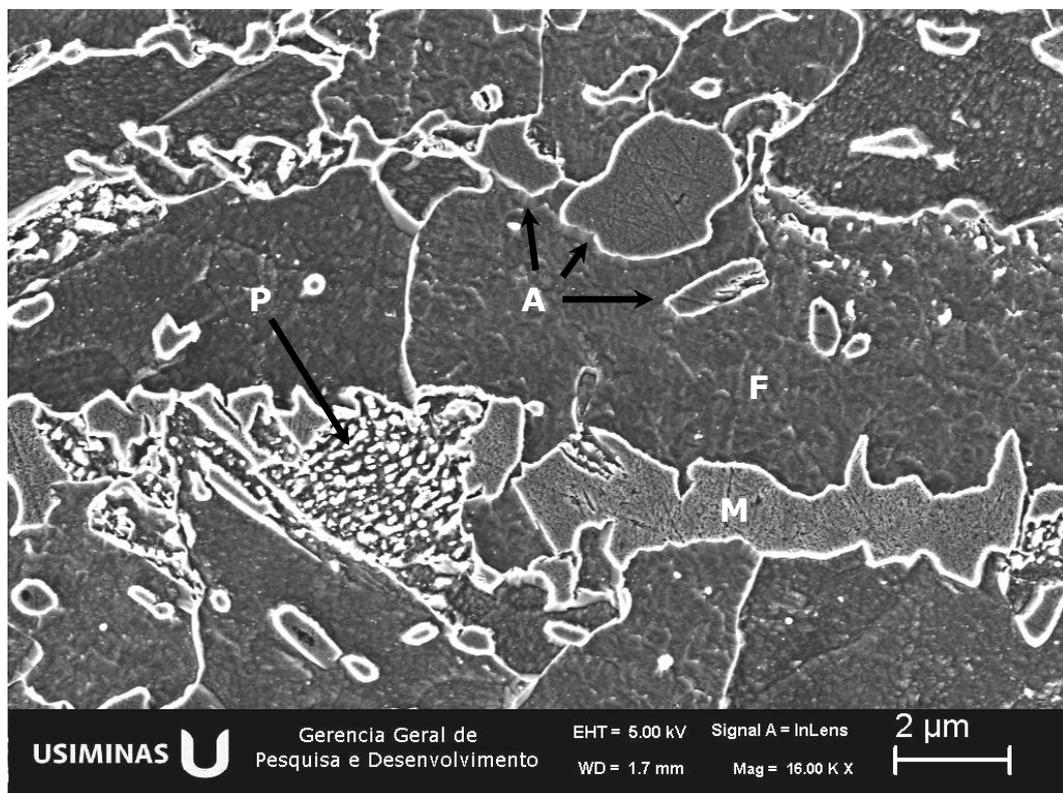


(b) MEV

Figura 5.78 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de  $2,0^{\circ}\text{C/s}$ . Nital 4%. F-ferrita, P-perlita, M-martensita, A-austenita.

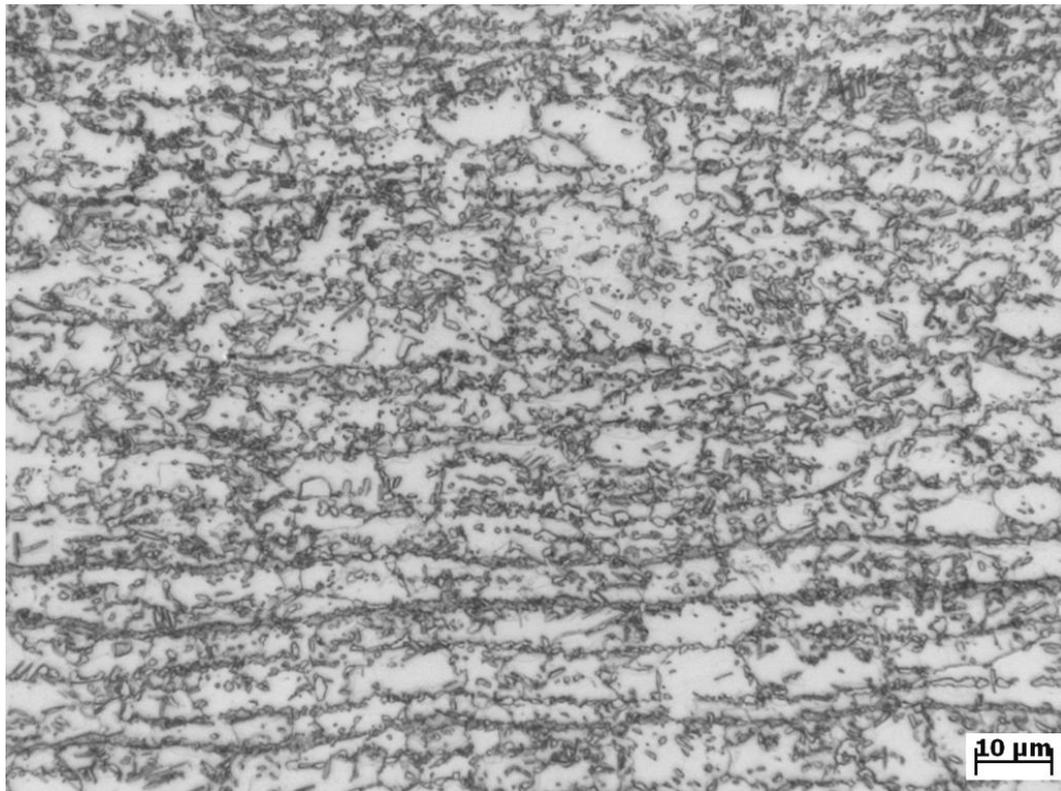


(a) Microscopia óptica

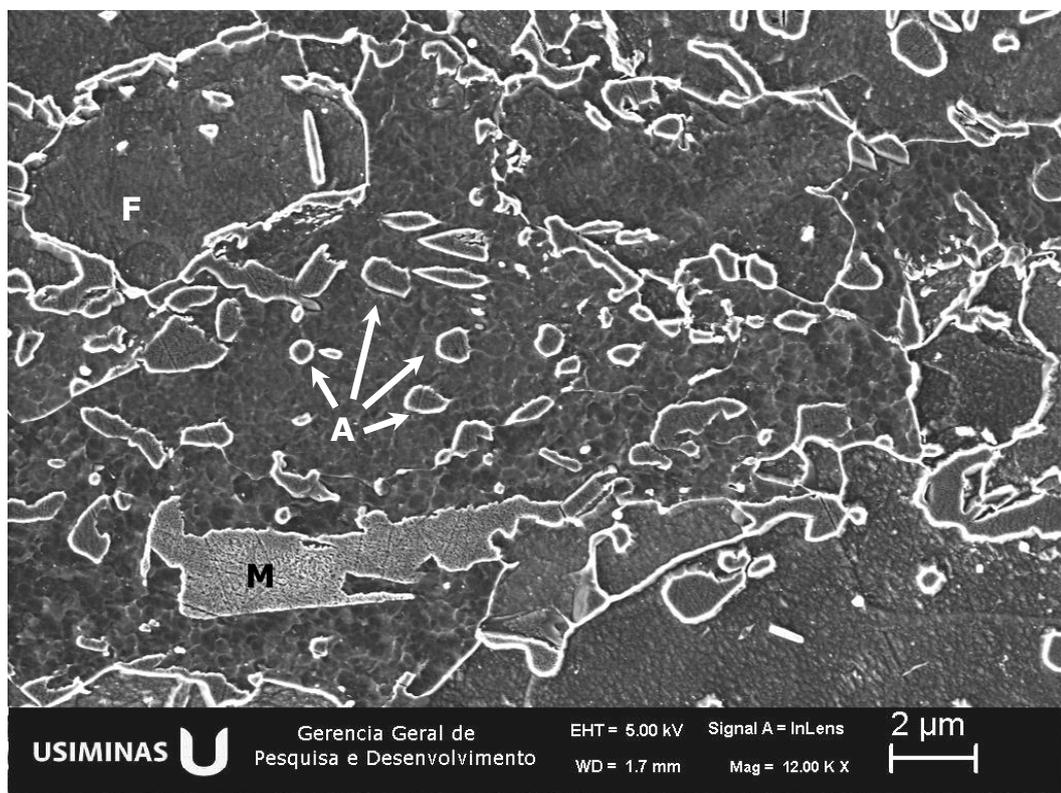


(b) MEV

Figura 5.79 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de  $5,0^{\circ}\text{C/s}$ . Nital 4%. F-ferrita, P-perlita, M-martensita, A-austenita.

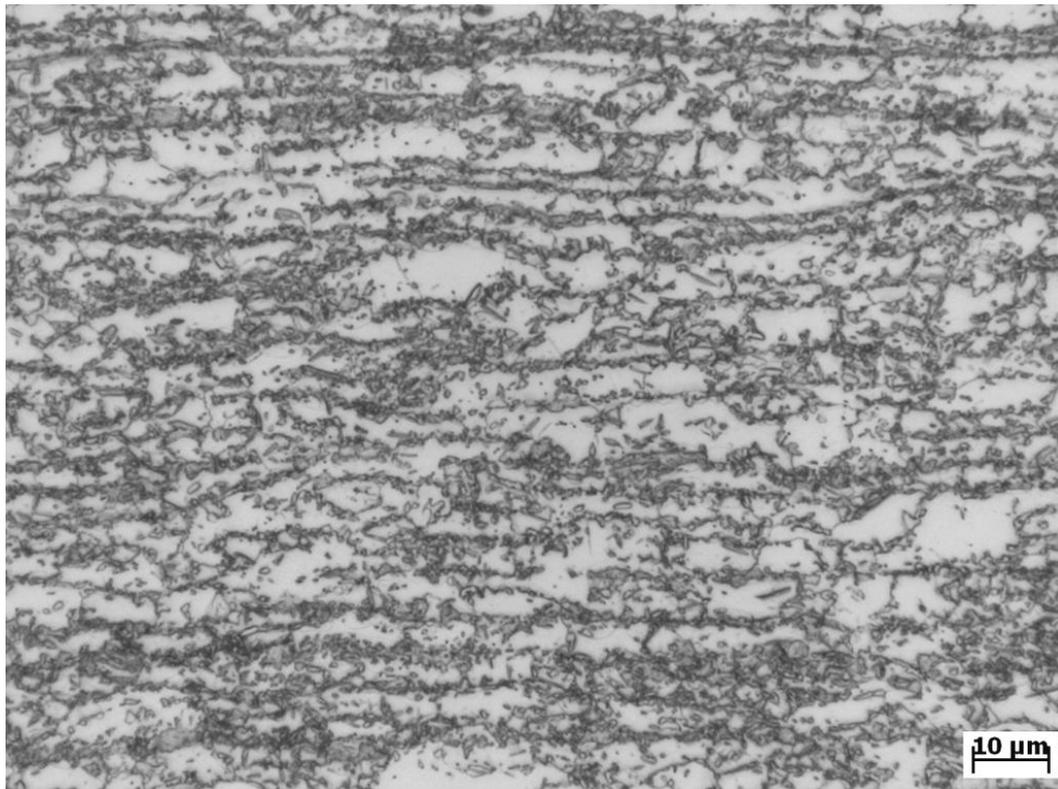


(a) Microscopia óptica

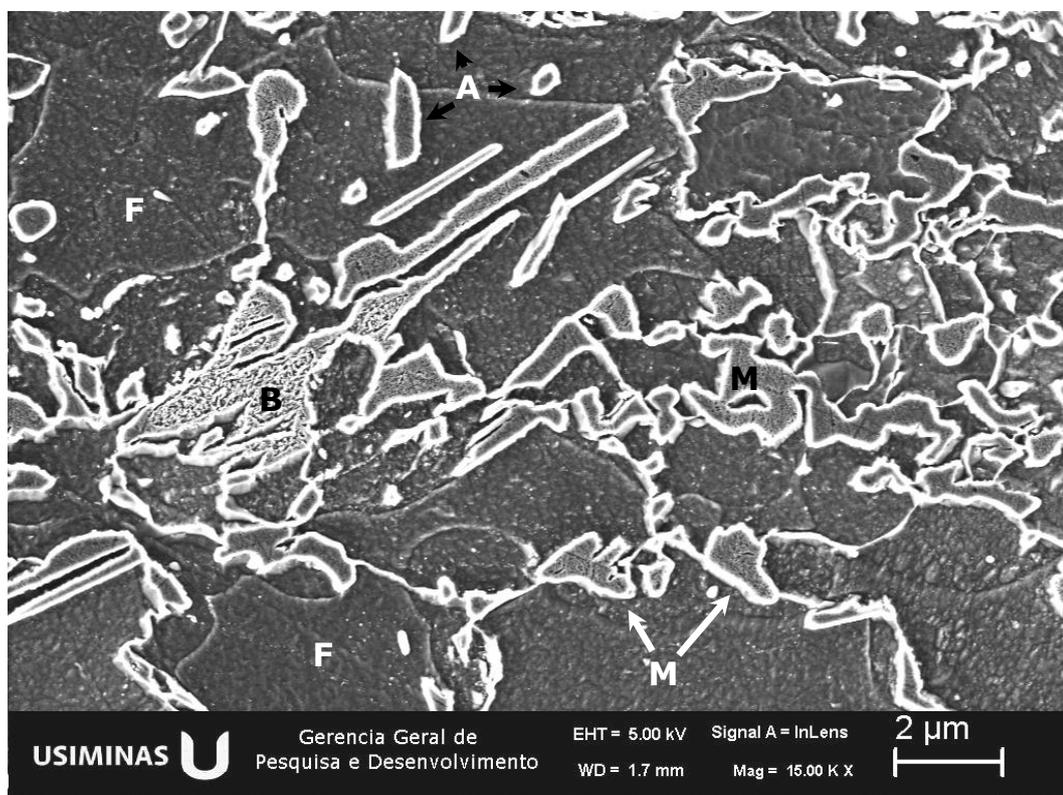


(b) MEV

Figura 5.80 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de 10,0°C/s. Nital 4%. F-ferrita, M-martensita, A-austenita.

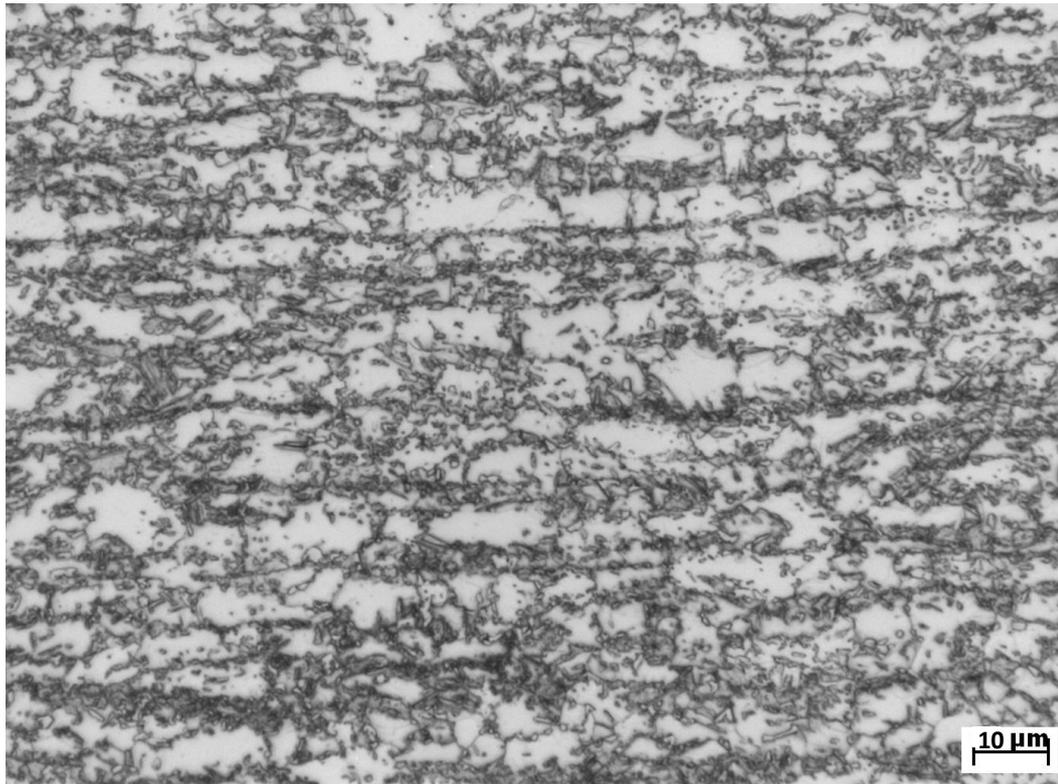


(a) Microscopia óptica

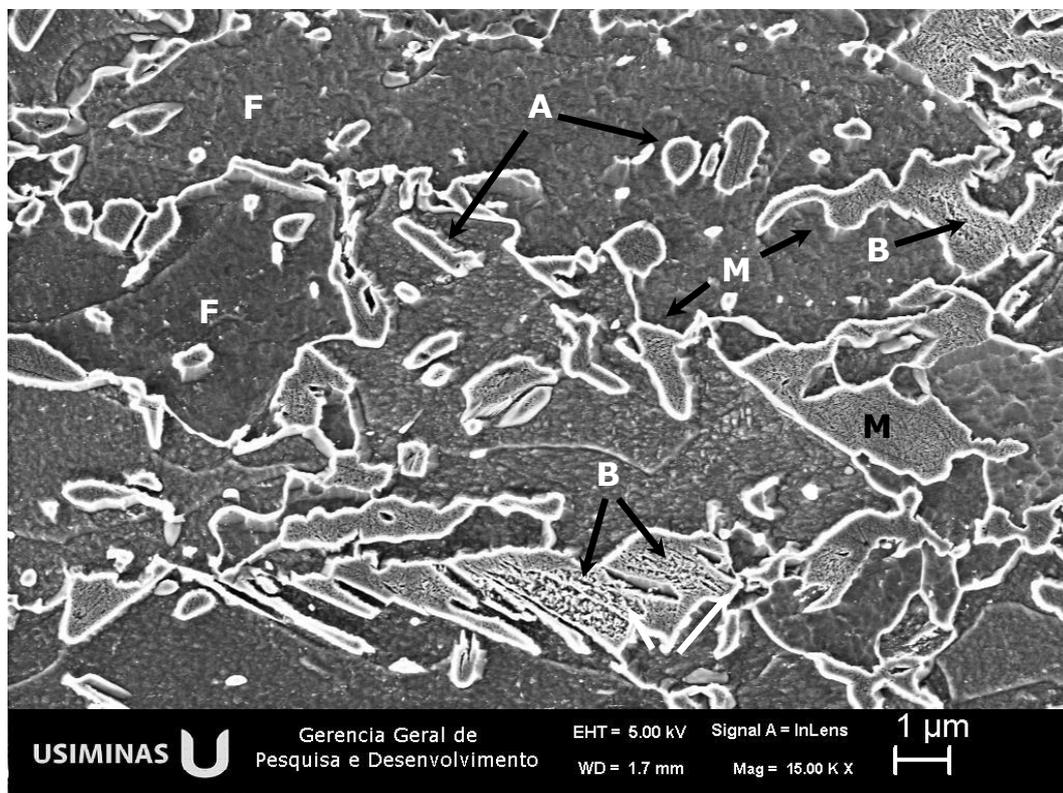


(b) MEV

Figura 5.81 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de 30,0°C/s. Nital 4%. F-ferrita, B-bainita, M-martensita, A-austenita.



(a) Microscopia óptica



(b) MEV

Figura 5.82 – Aspecto típico da microestrutura após resfriamento com taxa de 50,0°C/s. Nital 4%. F-ferrita, B-bainita, M-martensita, A-austenita.

A microestrutura do material no final do encharque a 780°C, conforme ilustra a figura 5.75, apresenta bandejamento relativamente elevado. A ferrita apresenta grãos relativamente mais grosseiros ao longo das bandas de ferrita e alguns grãos pequenos localizados no interior das bandas de 2° constituinte.

Conforme ilustram as figuras 5.76 a 5.82, na medida em que a taxa de resfriamento aumentou, o aspecto da microestrutura sofreu alterações notáveis, além da diminuição da fração total de ferrita, conforme está mostrado na tabela V.7. De acordo com a figura 5.76, com 0,1°C/s de taxa de resfriamento, em substituição à microestrutura bandejada observada no final do encharque a 780°C, surgiu outra, constituída por uma estrutura ferrítica de grãos equiaxiais, com a perlita distribuída em contornos de grão da ferrita ou em colônias maiores, dispersas pela matriz ferrítica.

A presença de perlita na microestrutura foi observada em todas as amostras processadas com taxa de resfriamento igual ou inferior a 5,0°C/s, conforme ilustram as figuras 5.76 a 5.79. A martensita, por sua vez, foi verificada em amostras resfriadas com taxas a partir de 1,0°C/s, conforme ilustram as figuras 5.77 a 5.82. A presença da bainita, por outro lado, foi notada nas amostras processadas com 30°C/s e 50°C/s, conforme se observa nas figuras 5.81 e 5.82. Finalmente, as análises por metalografia óptica, ilustradas na parte (a) das figuras 5.76 a 5.82, revelaram que o aumento da taxa de resfriamento resultou em aumento no grau de bandejamento microestrutural e na quantidade de partículas dispersas no interior dos grãos ferríticos.

Conforme já foi comentado anteriormente, o mecanismo básico de formação da nova ferrita se fundamenta na movimentação das interfaces ferrita/austenita presentes na microestrutura no final do encharque. Ocorre que, com o aumento da taxa de resfriamento, o tempo para a ocorrência da reação diminui proporcionalmente. No entanto, a mobilidade das várias interfaces disponíveis para promover a transformação de fase não é a mesma, mas varia, podendo depender de vários fatores, tais como a natureza e a relação de orientação com grãos vizinhos, gradientes de composição química e de fatores geométricos ligados à dimensão da superfície de contato das interfaces ferrita/austenita. Assim sendo, com baixa taxa de resfriamento, como por

exemplo, a de  $0,1^{\circ}\text{C/s}$ , as interfaces ferrita/austenita disponíveis foram acionadas numa taxa suficientemente lenta, de modo que a maioria, senão todas, tomou parte no processo de formação da nova ferrita. Além disso, houve tempo suficiente para que a concentração do carbono na 2ª fase atingisse o valor necessário para uma extensa formação de perlita. Por outro lado, na medida em que a taxa de resfriamento foi sendo aumentada, as interfaces de maior mobilidade foram sendo privilegiadas, em detrimento das mais lentas, que ficaram virtualmente paralisadas. A figura 5.83 ilustra de forma simplificada o esquema proposto para justificar a influência da taxa de resfriamento sobre a evolução microestrutural.

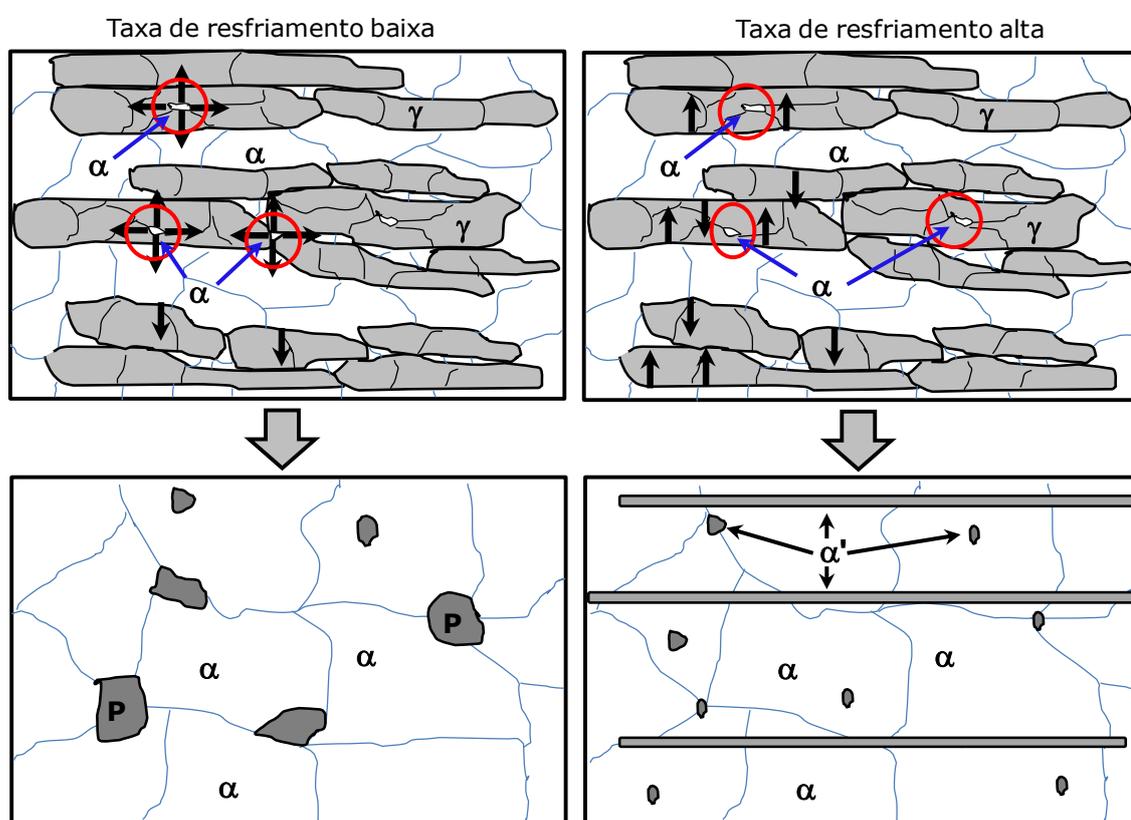


Figura 5.83 – Esquema proposto para justificar a influência exercida pela taxa de resfriamento sobre a evolução microestrutural durante o resfriamento de estruturas parcialmente austenizadas.  $\alpha$ -ferrita;  $\gamma$ -austenita; P-perlita;  $\alpha'$ -martensita ou bainita. Os círculos vermelhos e as setas azuis destacam pequenas ilhas de ferrita, presentes no interior da austenita em temperaturas intercríticas, cujas interfaces podem se movimentar para baixas taxas de resfriamento, mas perdem mobilidade na medida em a taxa de resfriamento aumenta.

De acordo com o esquema proposto para justificar a influência exercida pela taxa de resfriamento sobre a evolução microestrutural durante o resfriamento de estruturas parcialmente austenitizada, as interfaces das pequenas ilhas de ferrita no interior da austenita em temperaturas intercríticas, as quais estão destacadas por círculos vermelhos e setas azuis na figura 5.83, podem se movimentar quando a taxa de resfriamento é suficientemente baixa. Elas, no entanto, perdem mobilidade na medida em a taxa de resfriamento aumenta.

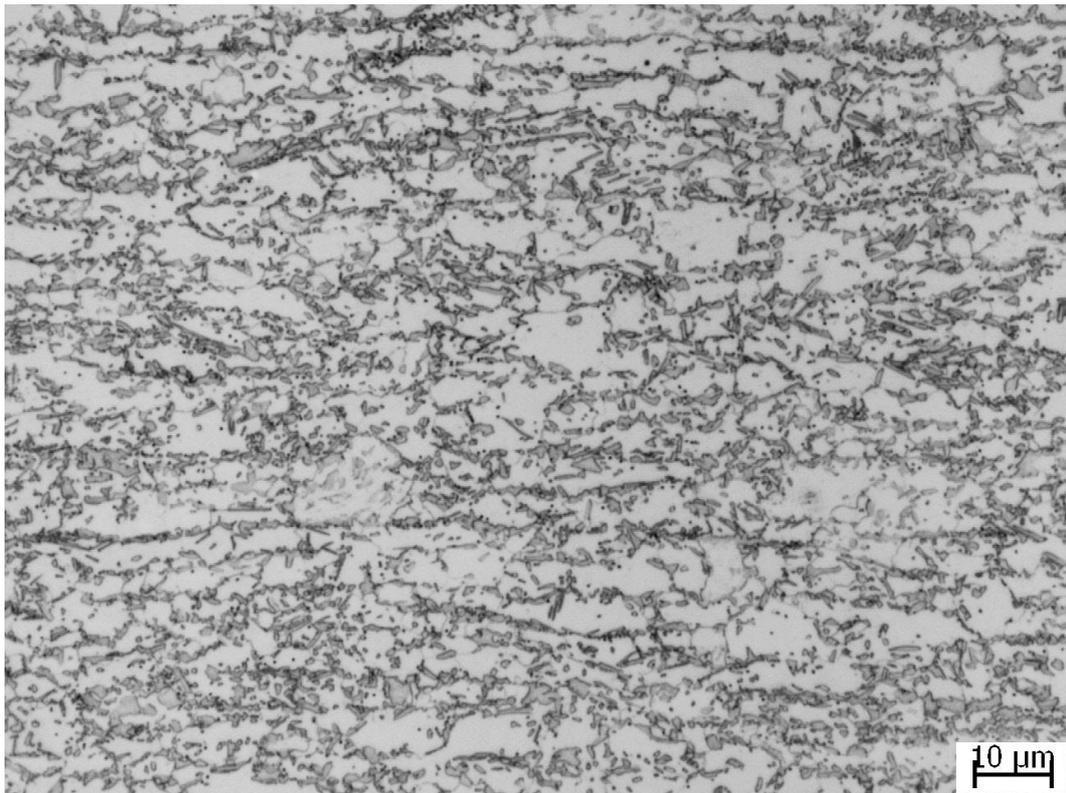
Como a formação da nova ferrita é um processo cuja velocidade é controlada pela difusão de carbono, o aumento da taxa de resfriamento por outro lado privilegia as interfaces com maior área de contato, enquanto as interfaces das pequenas ilhas de ferrita no interior da austenita ficam virtualmente paralisadas.

### **5.5.2. Resfriamento rápido**

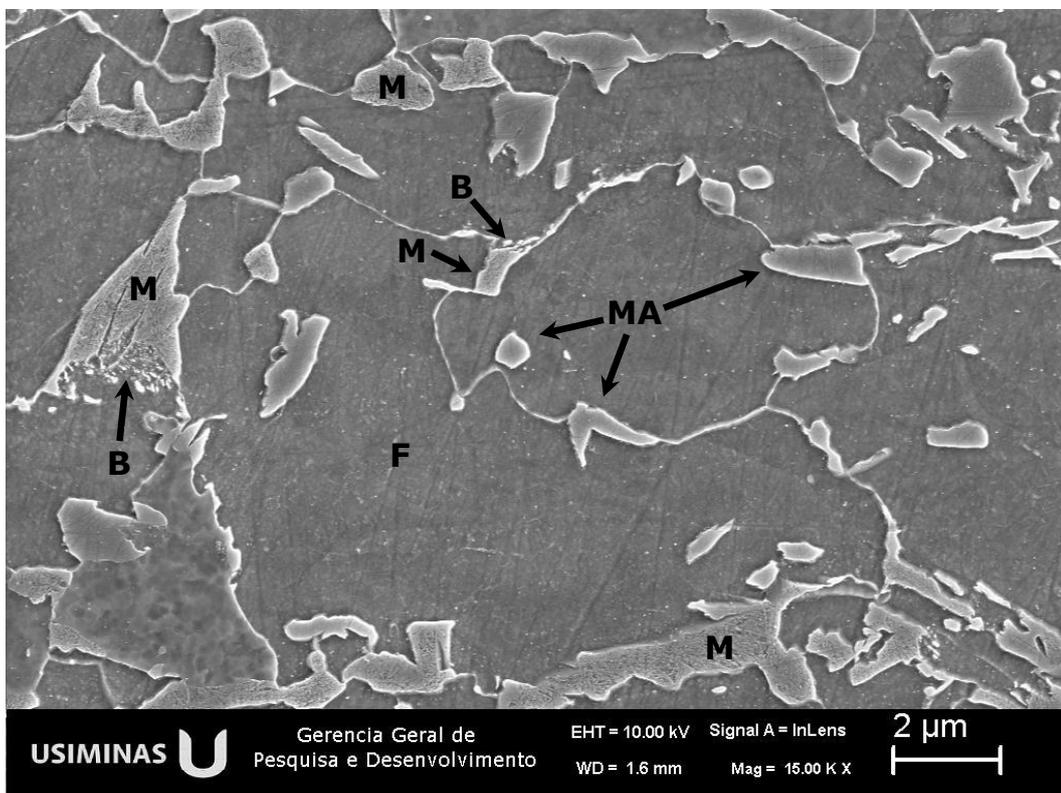
Conforme já foi mencionado, após a etapa de resfriamento lento, na qual o material é resfriado desde o final do encharque até uma temperatura entre 650°C e 700°C, ocorre outra etapa de resfriamento, com taxas mais elevadas, por isso denominada de resfriamento rápido. Em linhas de recozimento contínuo, o resfriamento rápido é aplicado até uma temperatura de aproximadamente 300°C. Em linhas de galvanização contínua, por outro lado, a temperatura final é definida pela do pote de zinco fundido, que é tipicamente por volta de 470°C.

O esquema geral dos ensaios realizados para avaliar a evolução microestrutural durante o resfriamento foi apresentado e discutido na seção 4.4.4 e está detalhado nas figuras 4.11 e 4.12.

O aspecto da microestrutura das amostras processadas com a temperatura de encharque (TE) fixada em 780°C e variando a temperatura de início de resfriamento rápido (TIR), está ilustrado nas figuras 5.84 a 5.93.



(a) Microscopia óptica. Ataque com nital 2%.

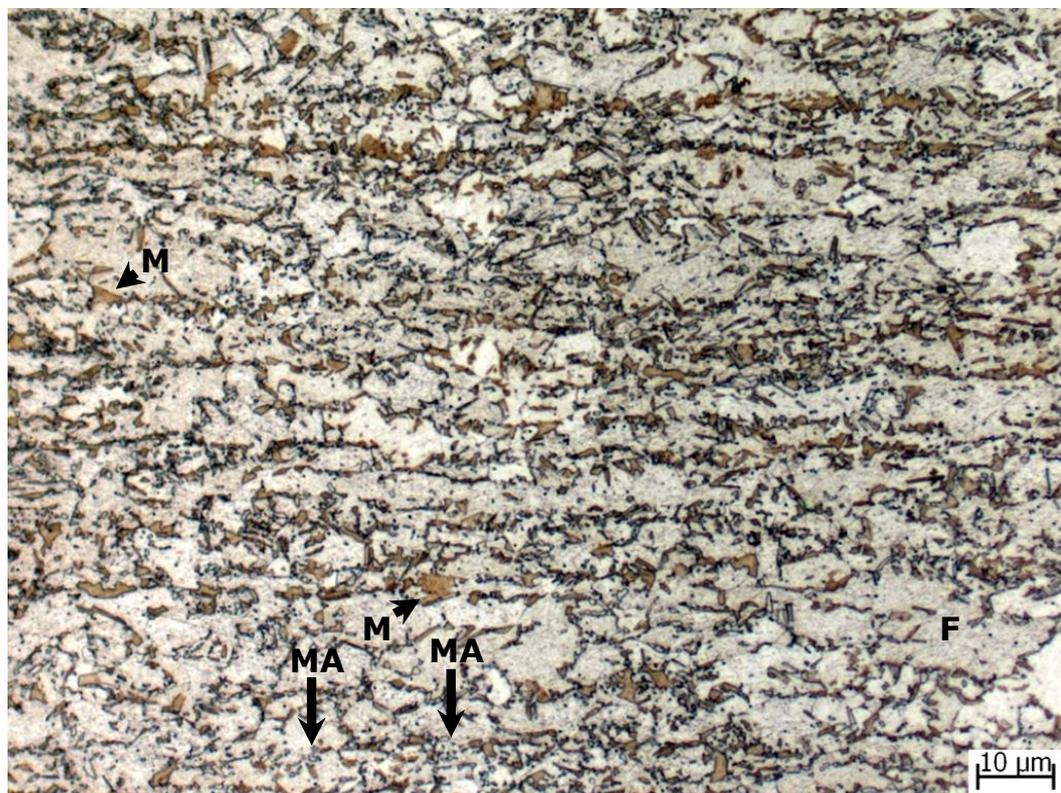


(b) MEV. Ataque com nital 2%.

Figura 5.84 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 700°C.  
F-ferrita, B-bainita, M-martensita, MA-martensita/austenita.

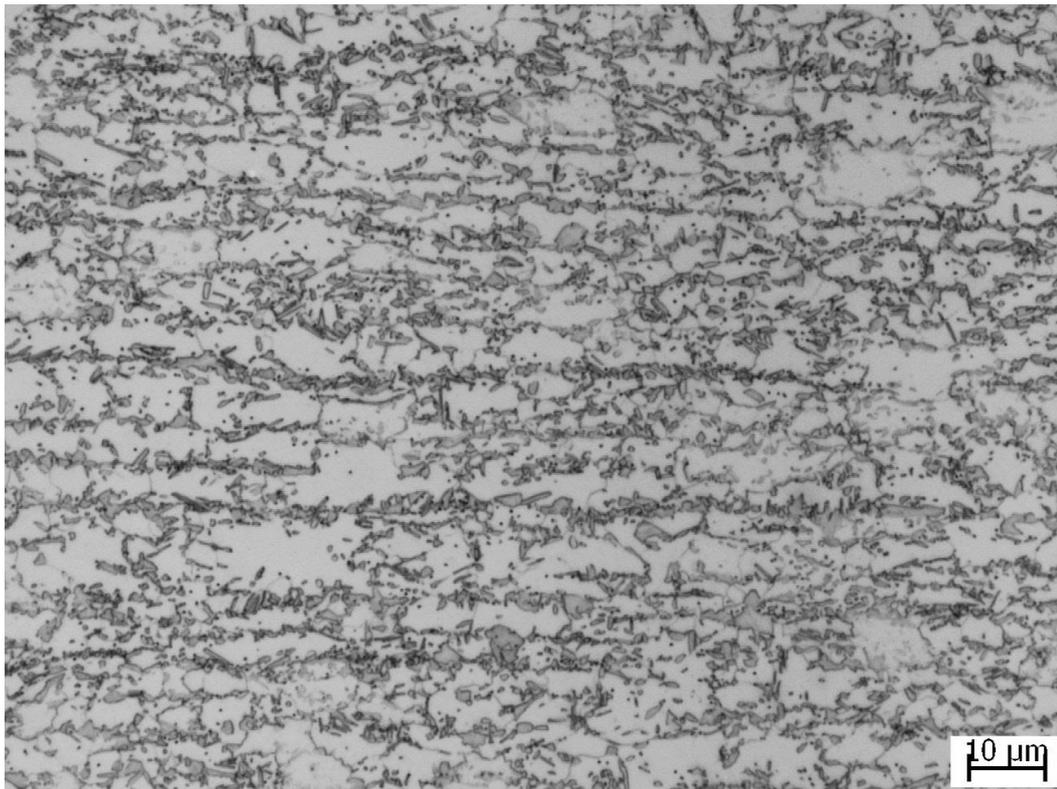


(a) Microscopia óptica. LePera.

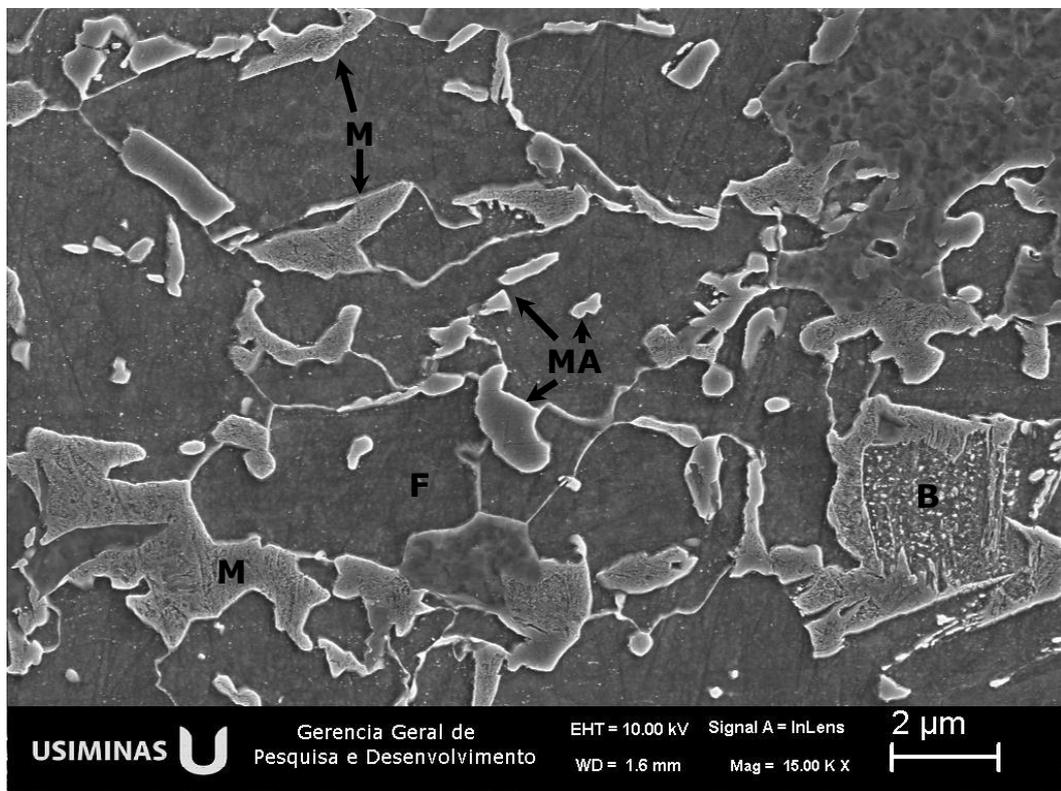


(b) Microscopia óptica. Ataque colorido (DE *et al.*, 2003).

Figura 5.85 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 700°C.  
F-ferrita, M-martensita, MA-martensita/austenita.



(a) Microscopia óptica. Ataque com nital 2%.

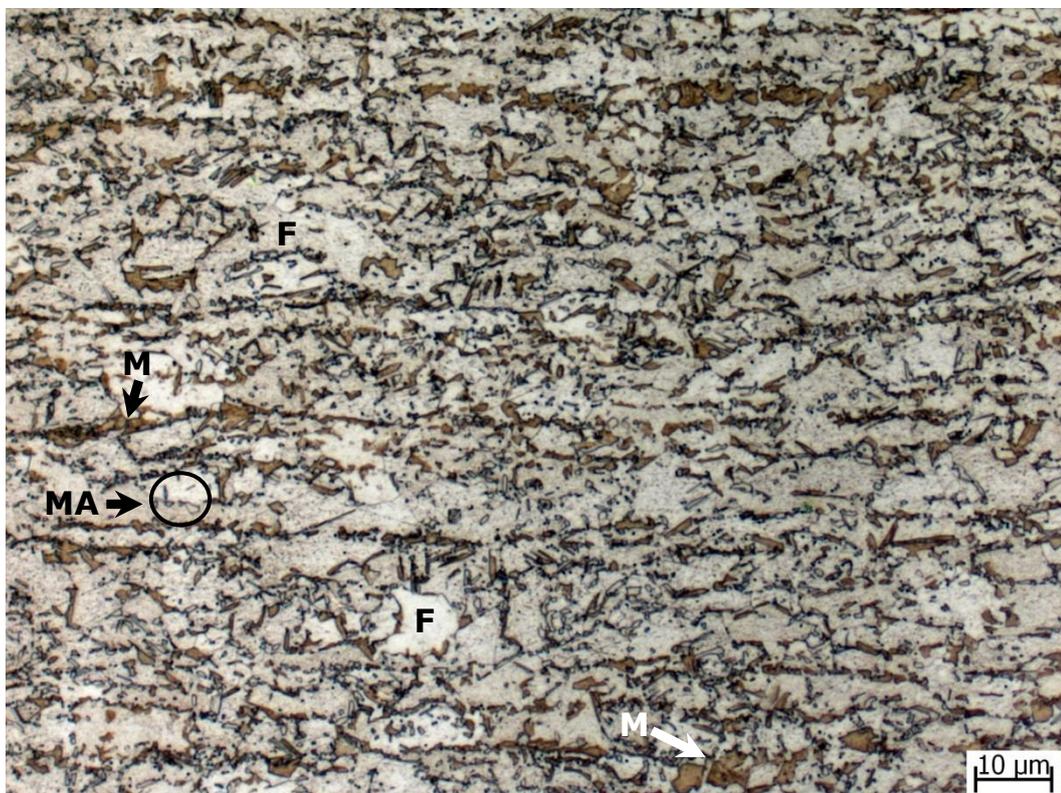


(b) MEV. Ataque com nital 2%.

Figura 5.86 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 675°C.  
F-ferrita, B-bainita, M-martensita, MA-martensita/austenita.

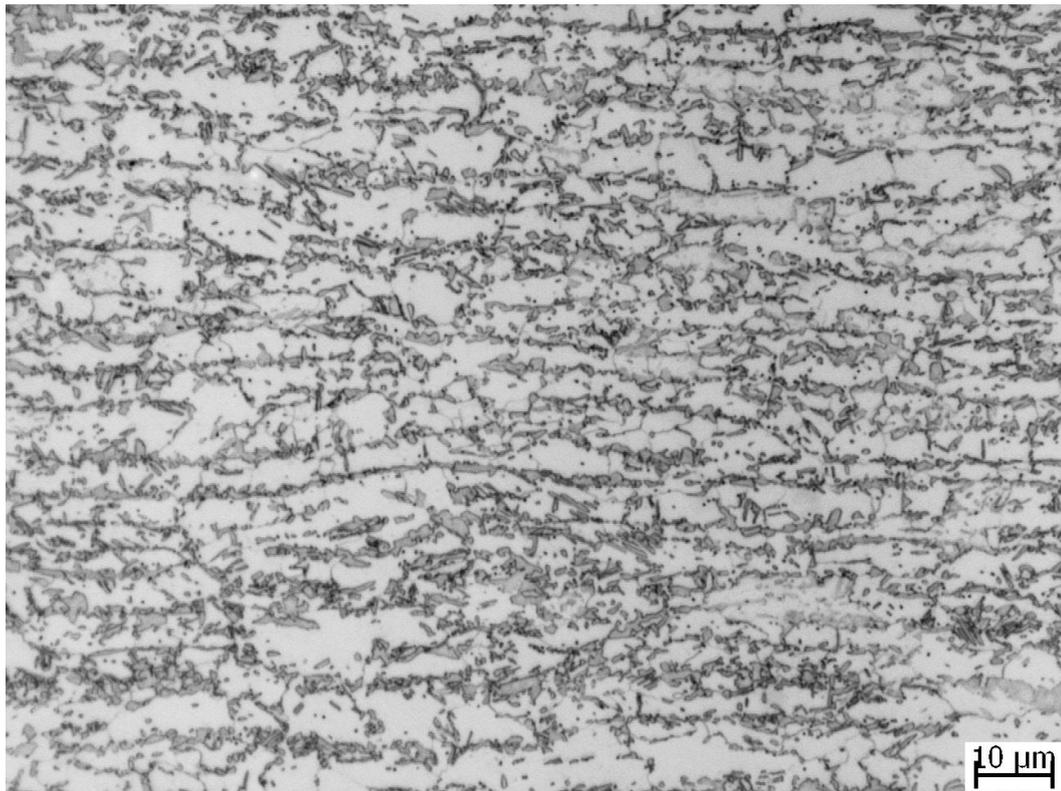


(a) Microscopia óptica. LePera.

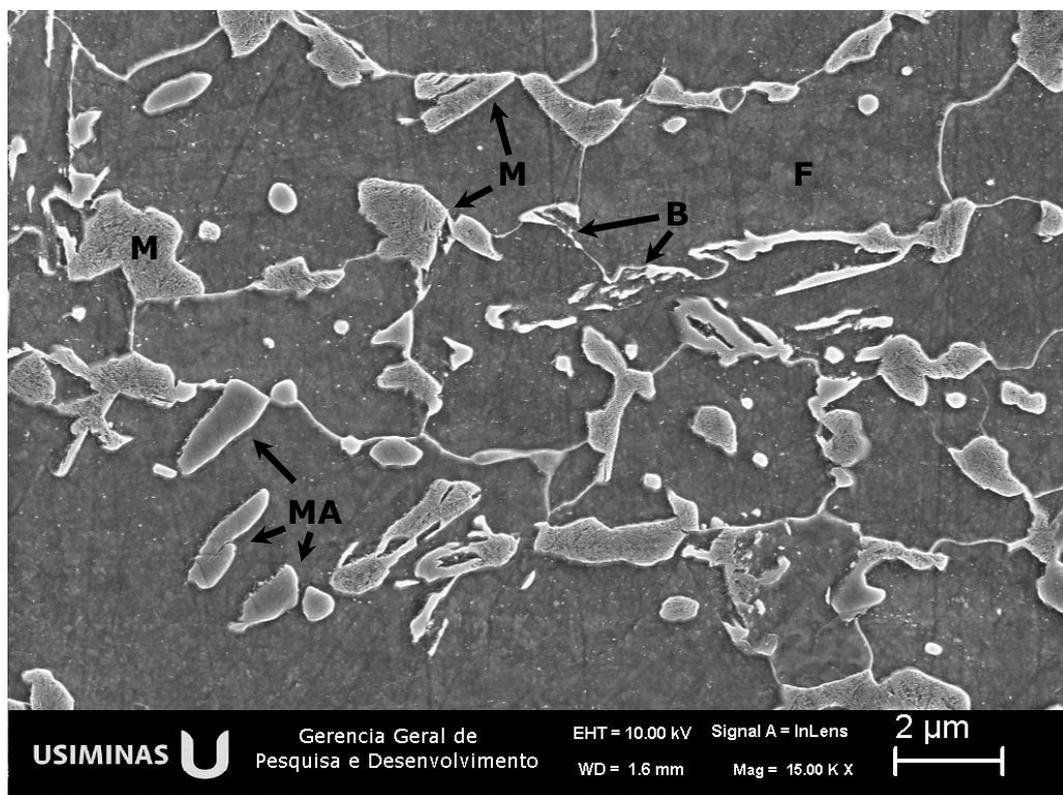


(b) Microscopia óptica. Ataque colorido (DE *et al.*, 2003).

Figura 5.87 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 675°C.  
F-ferrita, M-martensita, MA-martensita/austenita.



(a) Microscopia óptica. Ataque com nital 2%.

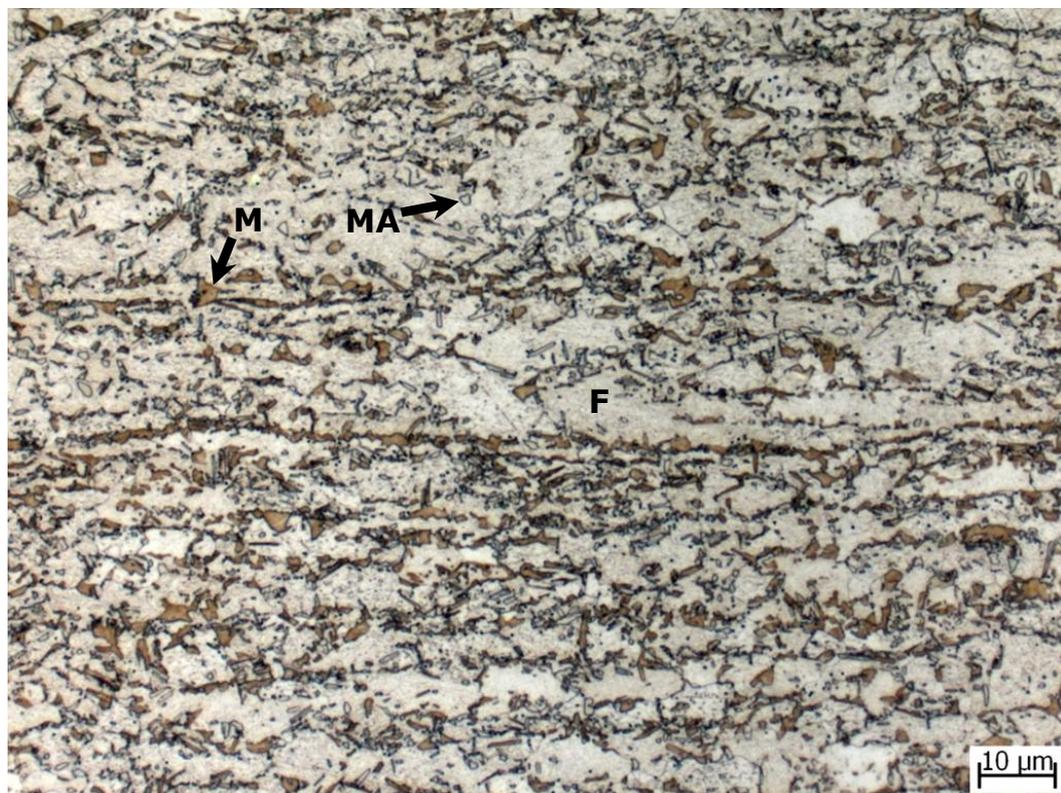


(b) MEV. Ataque com nital 2%.

Figura 5.88 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 650°C.  
F-ferrita, B-bainita, M-martensita, MA-martensita/austenita.

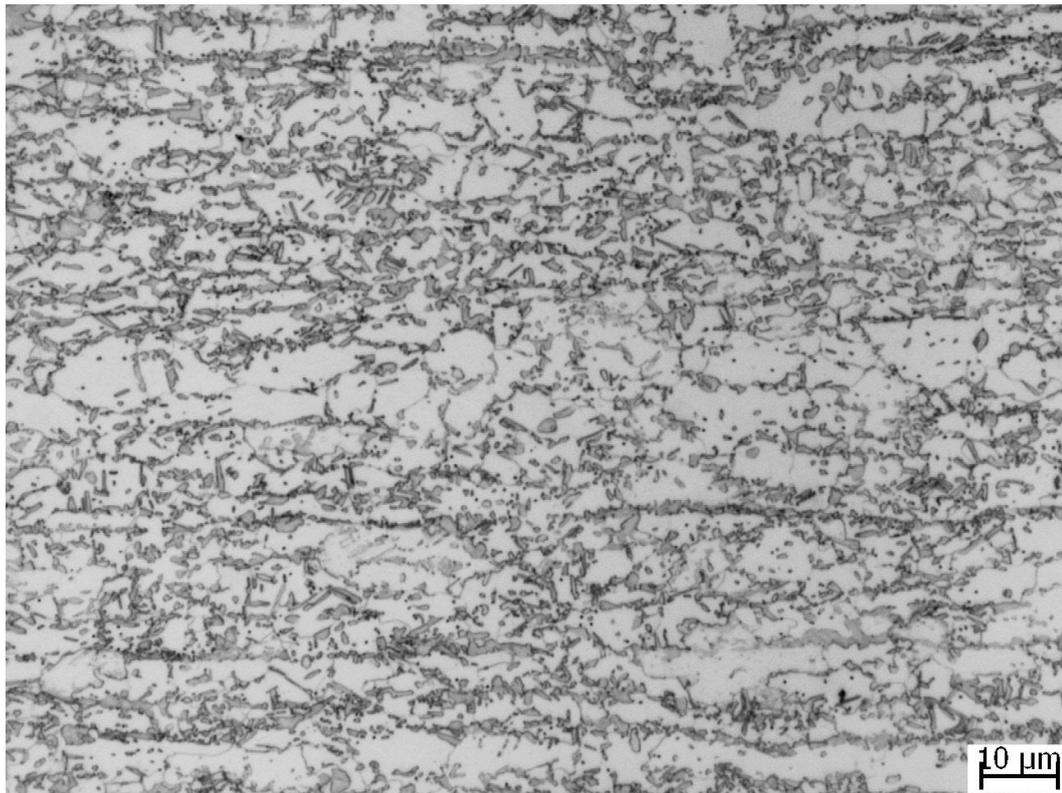


(a) Microscopia óptica. LePera.

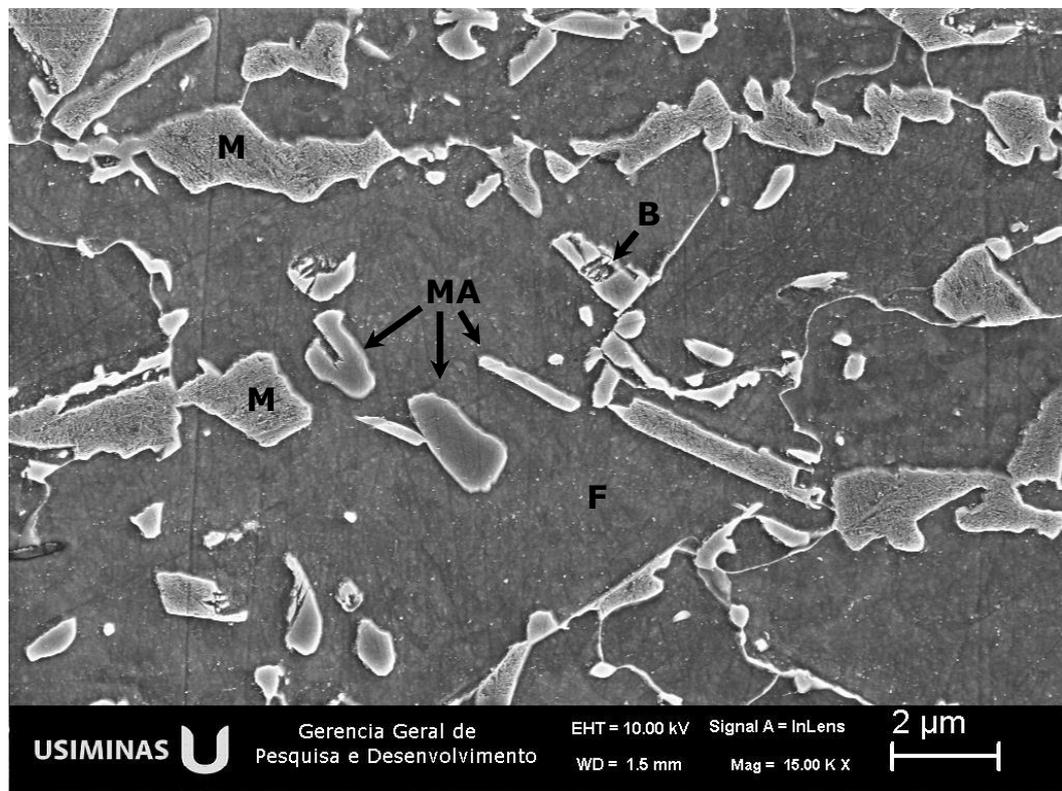


(b) Microscopia óptica. Ataque colorido (DE *et al.*, 2003).

Figura 5.89 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 650°C.  
F-ferrita, M-martensita, MA-martensita/austenita.



(a) Microscopia óptica. Ataque com nital 2%.

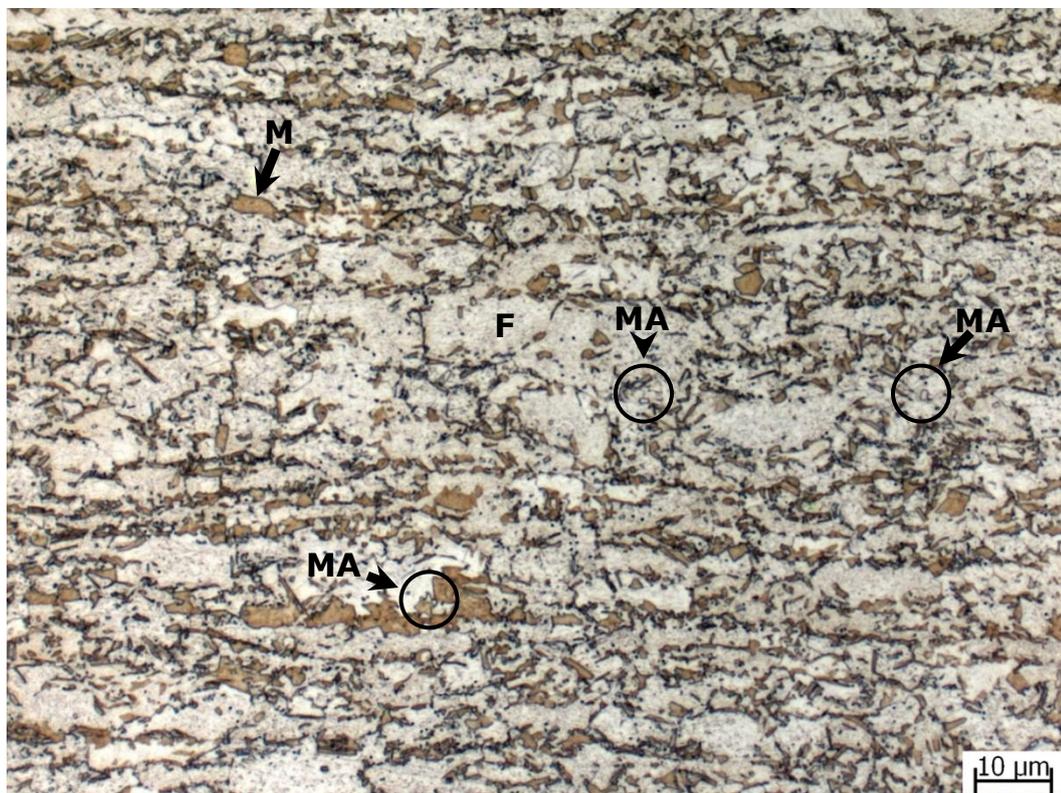


(b) MEV. Ataque com nital 2%.

Figura 5.90 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 625°C.  
F-ferrita, B-bainita, M-martensita, MA-martensita/austenita.

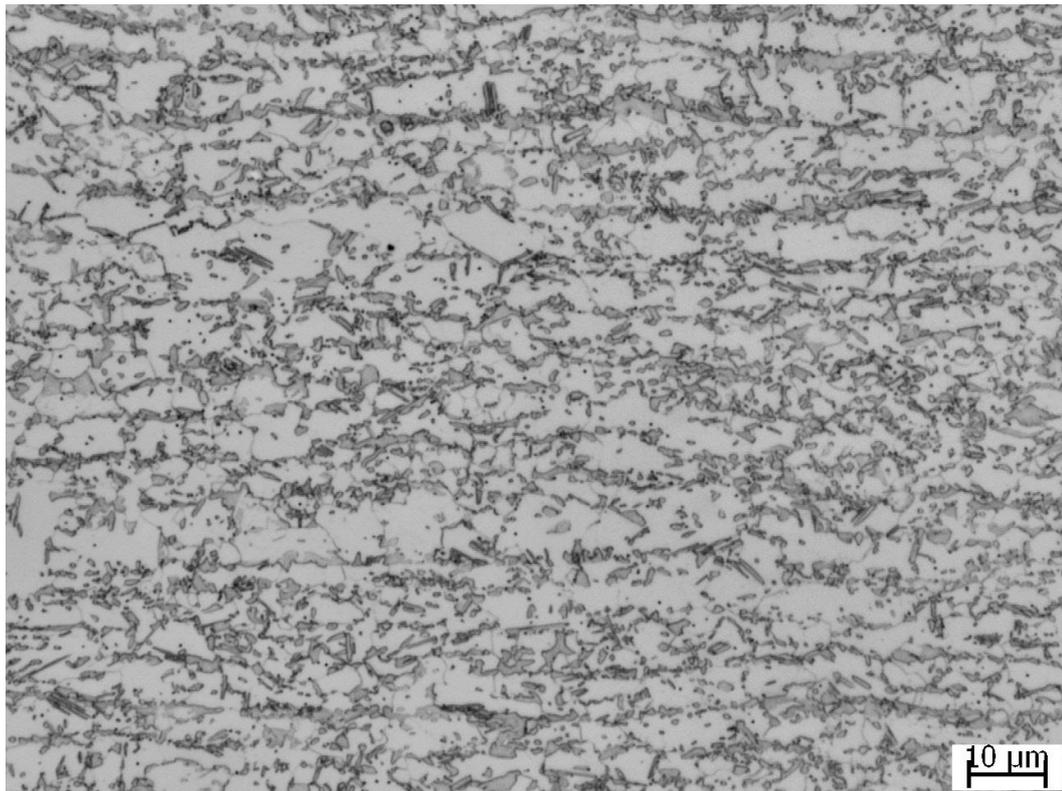


(a) Microscopia óptica. LePera.

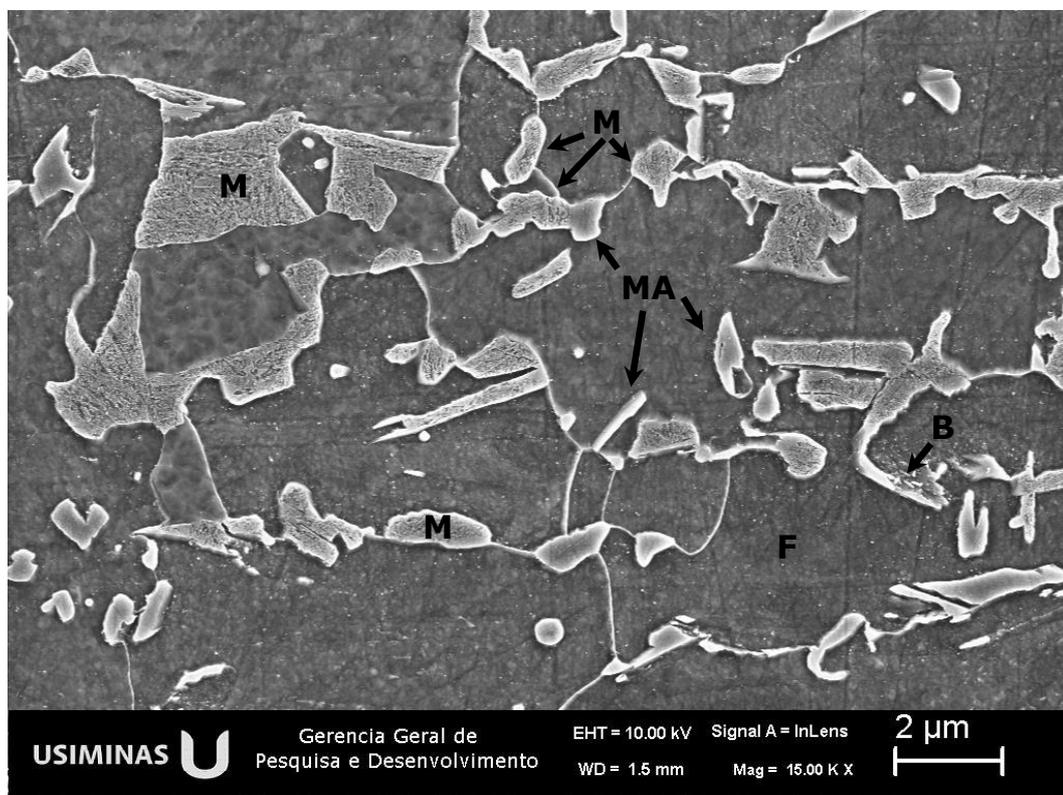


(b) Microscopia óptica. Ataque colorido (DE *et al.*, 2003).

Figura 5.91 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 625°C.  
F-ferrita, M-martensita, MA-martensita/austenita.



(a) Microscopia óptica. Ataque com nital 2%.



(b) MEV. Ataque com nital 2%.

Figura 5.92 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 600°C.  
F-ferrita, B-bainita, M-martensita, MA-martensita/austenita.



(a) Microscopia óptica. LePera.



(b) Microscopia óptica. Ataque colorido (DE *et al.*, 2003).

Figura 5.93 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 600°C.  
F-ferrita, M-martensita, MA-martensita/austenita.

As análises metalográficas revelaram que a microestrutura do material no final do resfriamento a 300°C é constituída de ferrita e uma segunda fase que apresenta frações variáveis de martensita e do constituinte MA (martensita/austenita) e, ainda, quantidades muito baixas de bainita. Além disso, verificou-se que o aspecto geral da estrutura ferrítica praticamente não sofreu influência da temperatura de início de resfriamento rápido.

O ataque colorido, proposto por De e colaboradores (DE *et al.*, 2003), permitiu a discriminação da ferrita, que apareceu na cor bege claro, da martensita (fase na cor marrom) e ainda da austenita, que ficou destacada na forma de pequenas partículas brancas dispersas na matriz. A quantidade de austenita foi dosada por difração de raios-X. A figura 5.94 mostra o difratograma obtido para amostra processada com 780°C de temperatura de encharque e 650°C de início de resfriamento rápido.

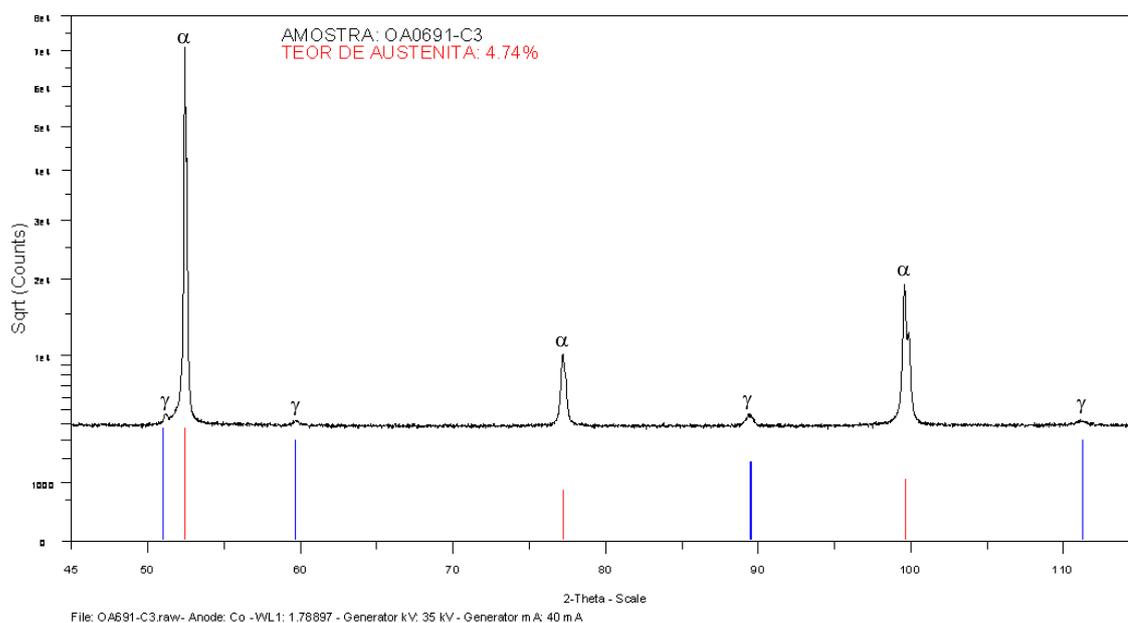


Figura 5.94 – Difratograma levantado para a amostra processada com TE de 780°C e TIR de 650°C (código interno: OA0691-C3). Os picos de ferrita e de austenita estão identificados com os respectivos símbolos.

A fração percentual dos constituintes microestruturais nestas amostras está mostrada na tabela V.9. A fração de ferrita foi medida por análise de imagens, a fração de austenita foi medida por difração de raios-X e a fração referente à soma de martensita e bainita foi determinada por diferença.

Tabela V.9 – Fração percentual média de ferrita e de austenita no final do encharque a 780°C e dos constituintes microestruturais nas amostras processadas com temperatura de encharque de 780°C e diferentes valores de temperatura de início de resfriamento rápido. A fração percentual de nova ferrita foi determinada por diferença entre seu valor após cada condição de resfriamento rápido e no final do encharque. F-ferrita; A-austenita; M-martensita; NF-nova ferrita.

Condição da amostra		F (%)	A (%)	M + B (%)	NF (%)
Final do encharque a 780°C		37,2	62,8	---	---
Temperatura de início resf. Rápido (°C)	700	67,5	6,1	26,4	30,3
	675	65,8	5,6	28,6	28,6
	650	69,1	4,7	26,2	31,9
	625	70,2	5,3	24,5	33,0
	600	69,0	5,9	25,1	31,8

De acordo com os resultados mostrados nas figuras 5.84 a 5.93 e na tabela V.9, a temperatura de início de resfriamento rápido não exerceu influência relevante sobre o aspecto geral da microestrutura e as frações percentuais dos constituintes microestruturais. Isto pode ser explicado considerando que a aplicação da taxa de resfriamento de 20°C/s, desde o início do resfriamento rápido até 300°C, não foi capaz de inibir a continuação da formação da nova ferrita, que é a transformação de fase que controla a evolução da microestrutura durante o resfriamento. De acordo com a figura 5.66, a formação da nova ferrita teve início por volta de 750°C, para amostras processadas com 780°C de temperatura de encharque. Além disso, conforme mostra a figura 5.74, a formação de nova ferrita ocorreu mesmo quando foi aplicada uma taxa de resfriamento de 50°C/s. Dessa forma, para o aço investigado no presente estudo, acima de 600°C, existe uma considerável flexibilidade do ponto de vista da escolha da temperatura de início de resfriamento rápido. Valores inferiores a 600°C, no entanto, podem propiciar a formação de alguma fração de perlita, como está mostrado na figura 5.74, o que não é desejável em se tratando de aços do tipo *dual phase*.

Foram realizadas ainda microanálises por EDS, em caráter quantitativo, de algumas partículas dispersas na matriz, identificadas como constituinte MA e martensita, e na própria matriz ferrítica, da amostra processada com 780°C de temperatura de encharque

e 650°C de início de resfriamento rápido. A fotomicrografia indicando as regiões analisadas está mostrada na figura 5.95. Na tabela V.10 estão mostrados os valores de teor de manganês encontrados.

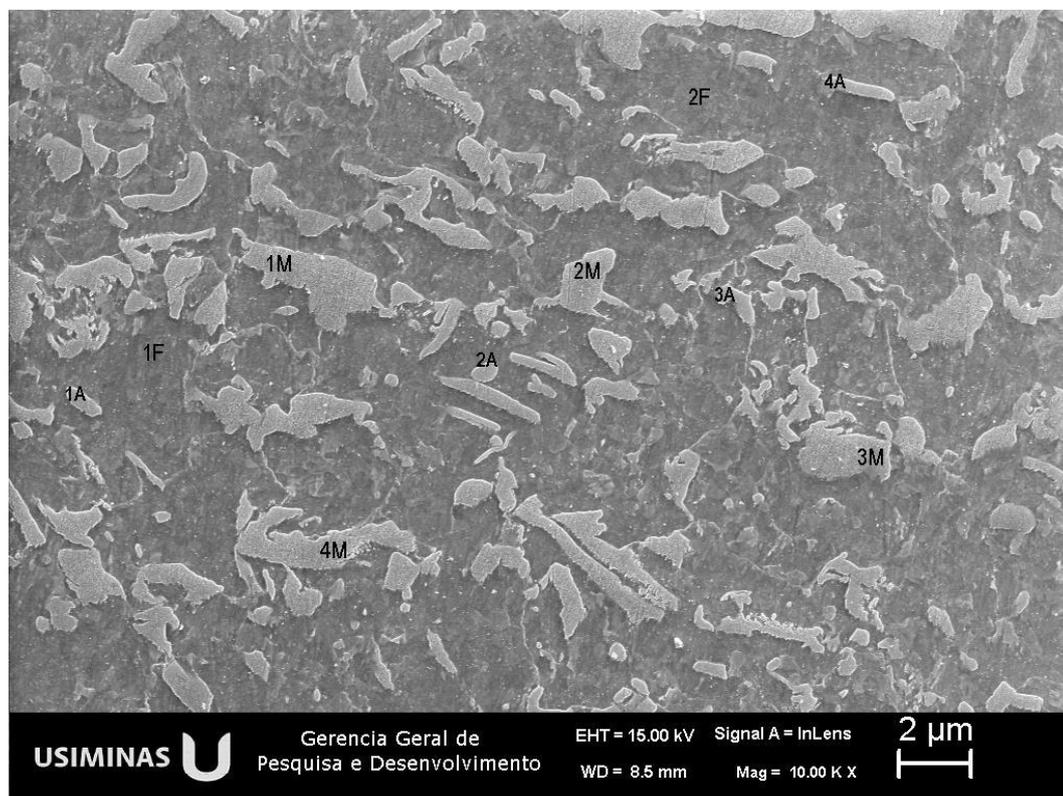


Figura 5.95 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 780°C e TIR de 650°C. 1A a 4A (MA-martensita/austenita); 1M a 4M (martensita); 1F e 2F (matriz ferrítica).

Tabela V.10 – Teor de manganês em algumas partículas e na matriz da amostra processada com TE de 780°C e TIR de 650°C. Análises foram feitas por MEV/EDS com tensão de 15kV.

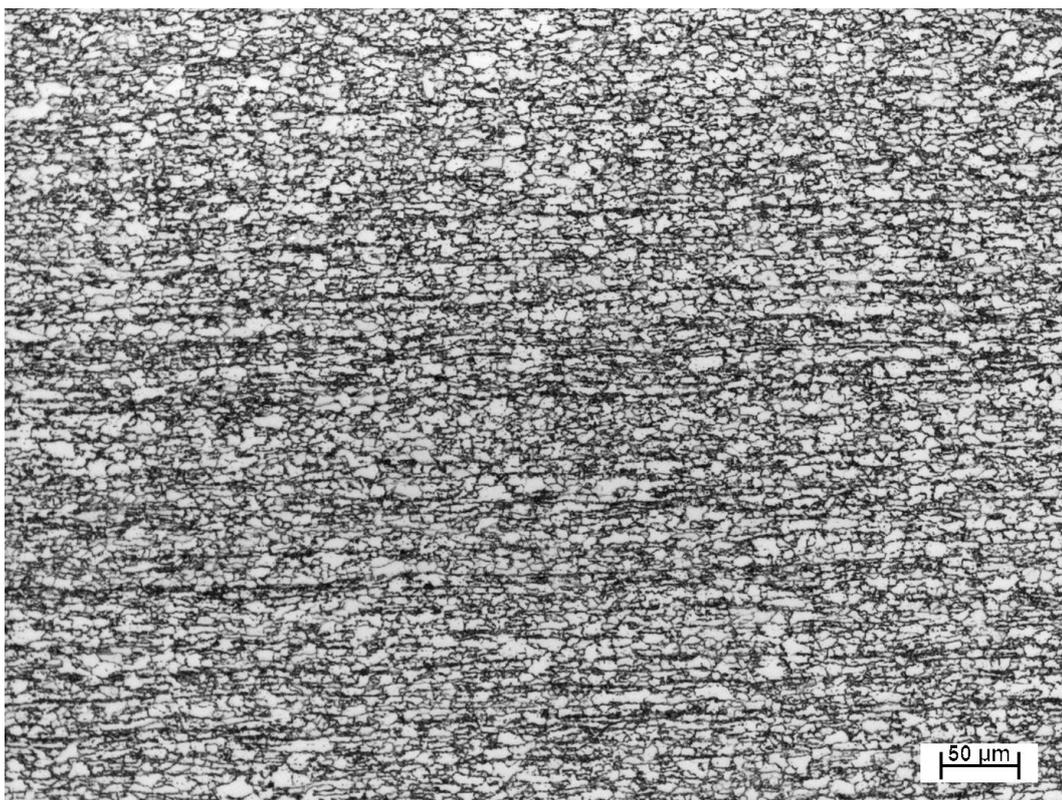
Posição	MA				Martensita				Matriz	
	1A	2A	3A	4A	1M	2M	3M	4M	1F	2F
%Mn	2,83	2,49	2,19	2,30	2,20	2,43	2,21	2,08	2,13	2,02

Os resultados mostrados na tabela V.10 indicam que as partículas identificadas como constituinte MA apresentaram concentração de manganês relativamente mais elevada em comparação com as partículas de martensita. É provável que seu teor de carbono também seja mais elevado, mas a dosagem deste elemento geralmente é precária em se

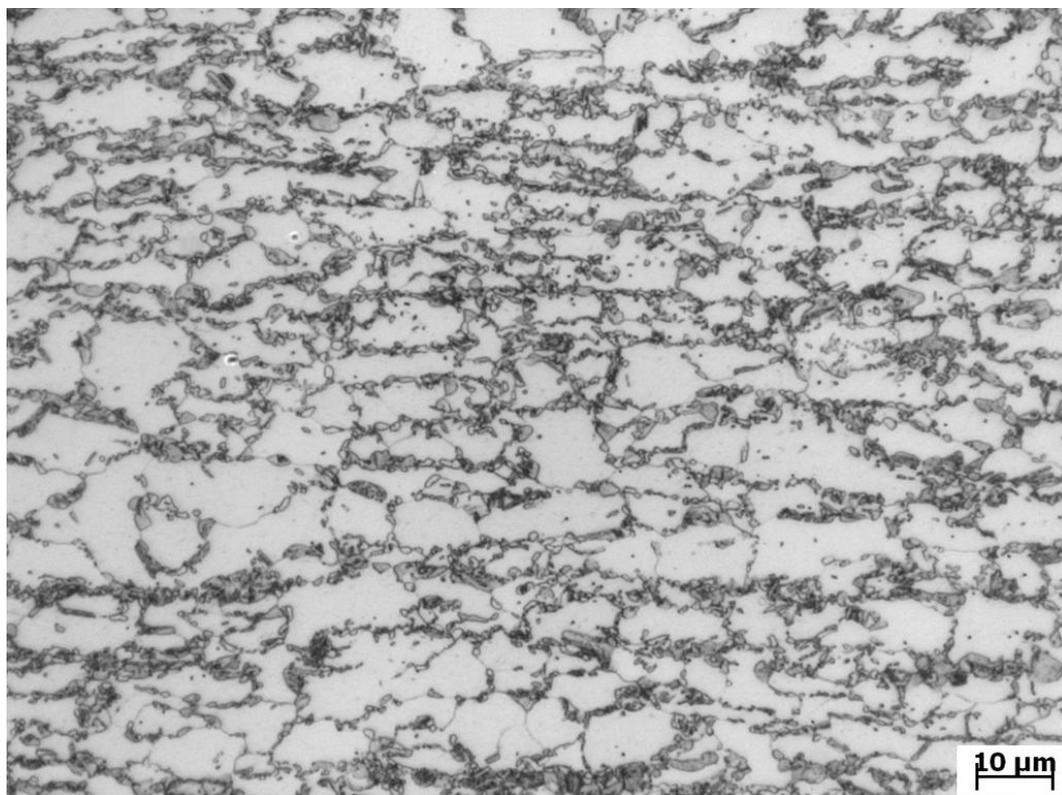
tratando de microanálise. Os resultados de *linescan* quantitativo por EDS para o material no final do encharque a 780°C, mostrados na figura 5.24, haviam indicado heterogeneidades na concentração de manganês no interior da austenita na região intercrítica. De acordo com Yang e colaboradores (YANG *et al.*, 1985), as partículas do constituinte MA podem ter se originado a partir de carbonetos formados durante a esferoidização da cementita. Seu alto teor de manganês contribuiria para elevar a estabilidade da austenita, dando origem a ilhas de austenita retida durante o resfriamento.

Foram também realizados ensaios nos quais a temperatura de encharque foi variada e a temperatura de início de resfriamento rápido foi mantida constante. O esquema destes ensaios está mostrado na figura 4.12.

O aspecto da microestrutura das amostras processadas variando a temperatura de encharque (TE) e fixando a temperatura de início de resfriamento rápido (TIR) em 650°C, está ilustrado nas figuras 5.96 a 5.103, conforme foi observado nas análises metalográficas.

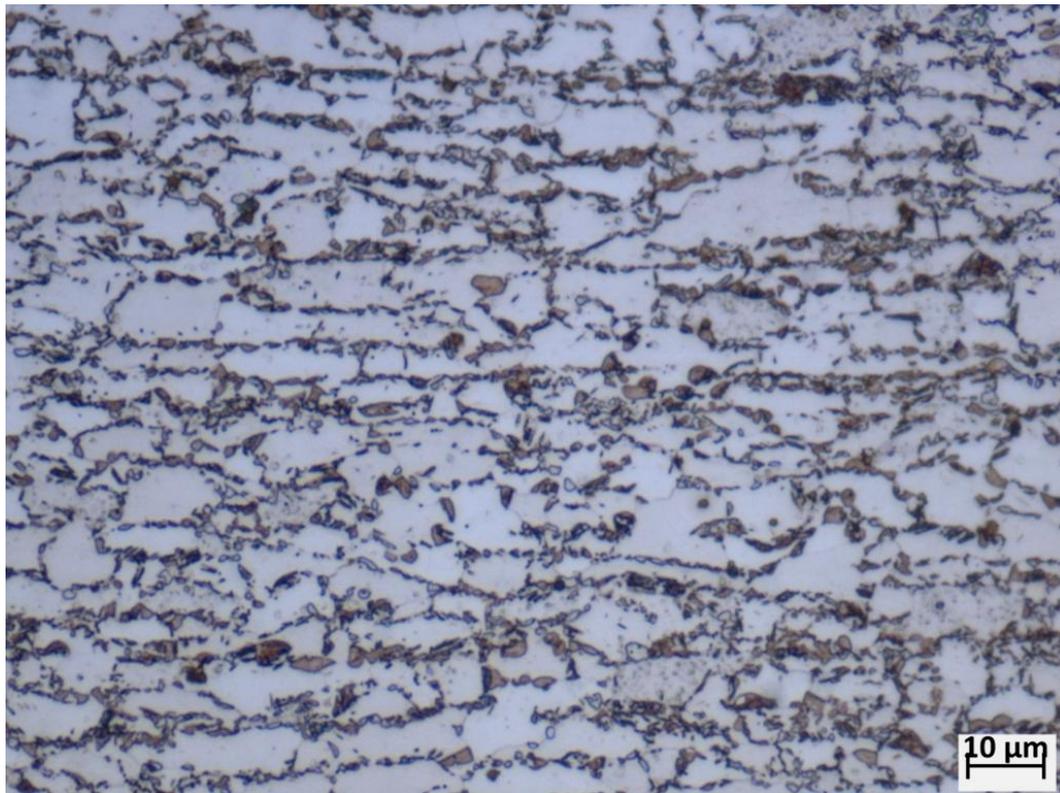


(a)

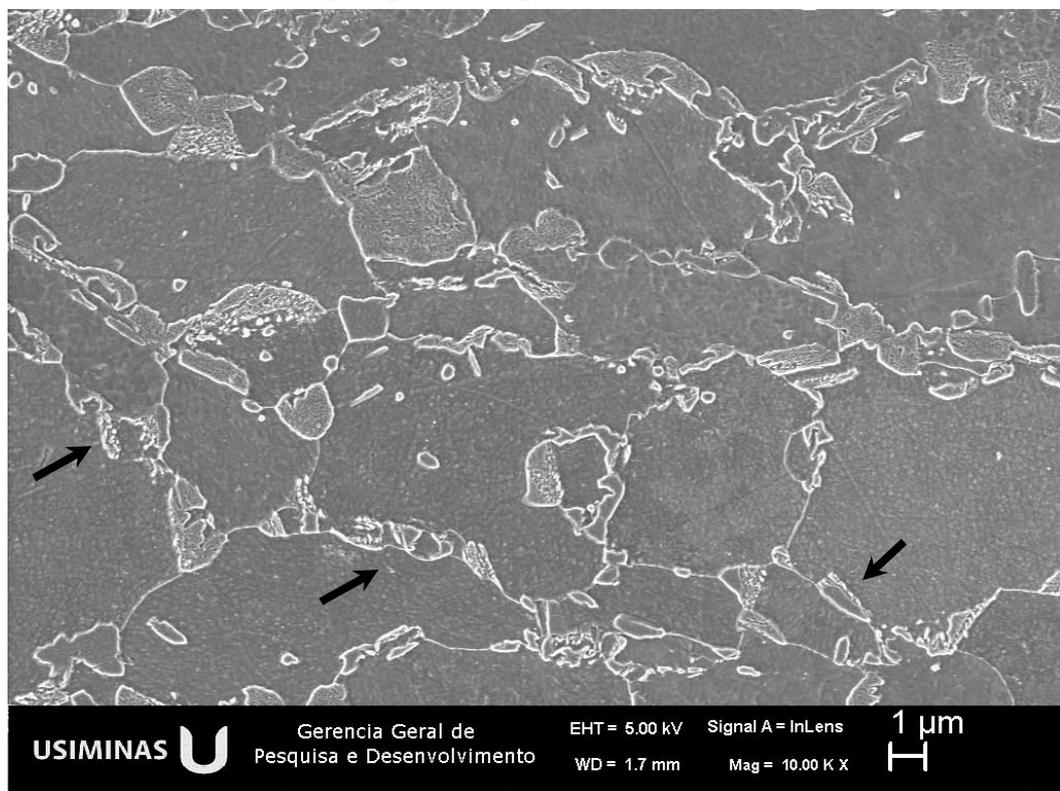


(b)

Figura 5.96 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 740°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica. Nital 4%.

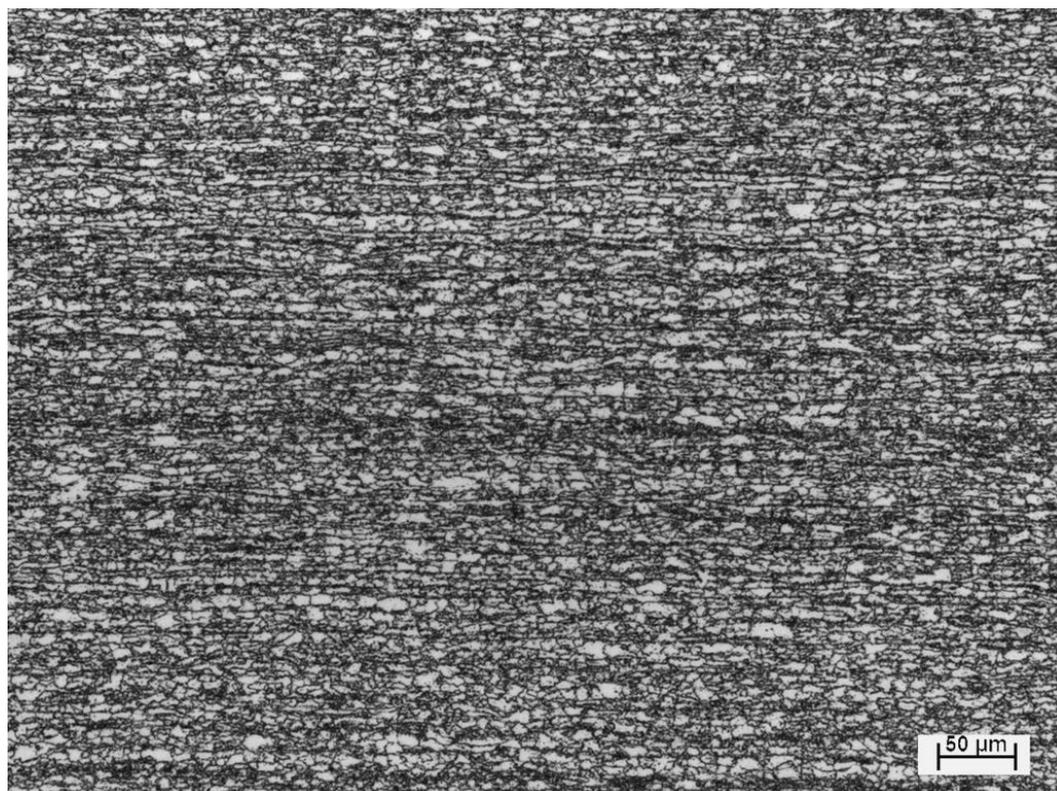


(a) Microscopia óptica. Ataque colorido (DE *et al.*, 2003).

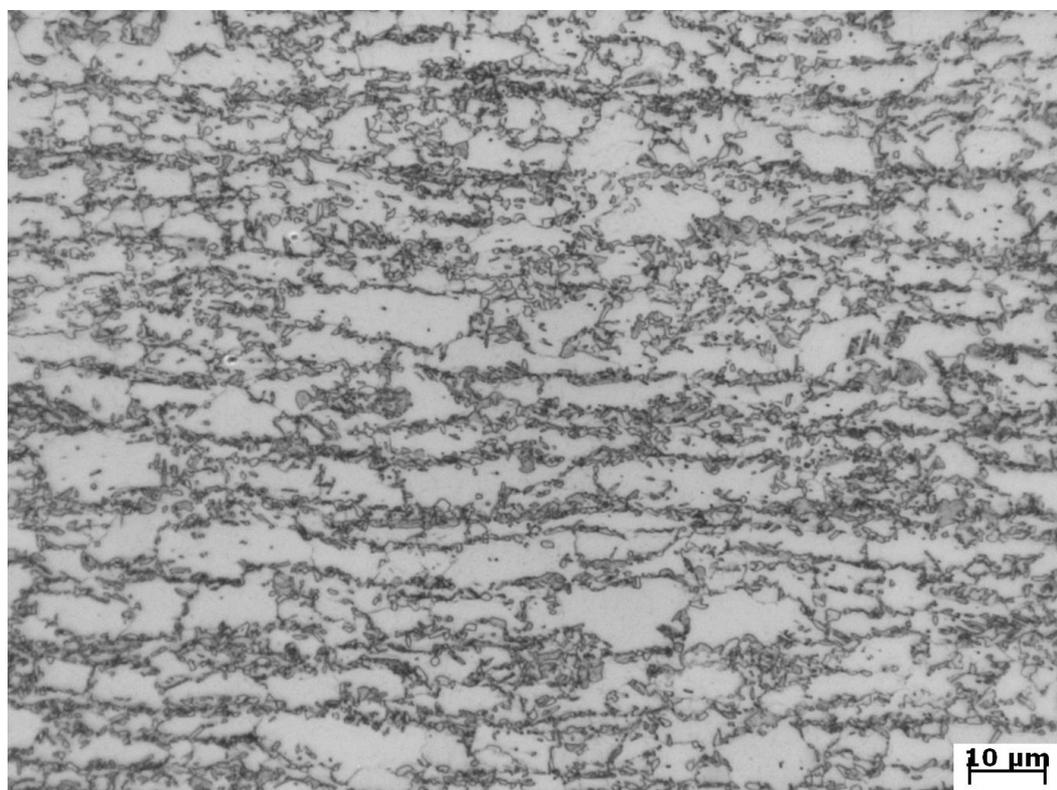


(b) MEV.

Figura 5.97 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 740°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica (a) e MEV (b). As setas indicam a distribuição do 2º constituinte nos contornos de grão da ferrita.

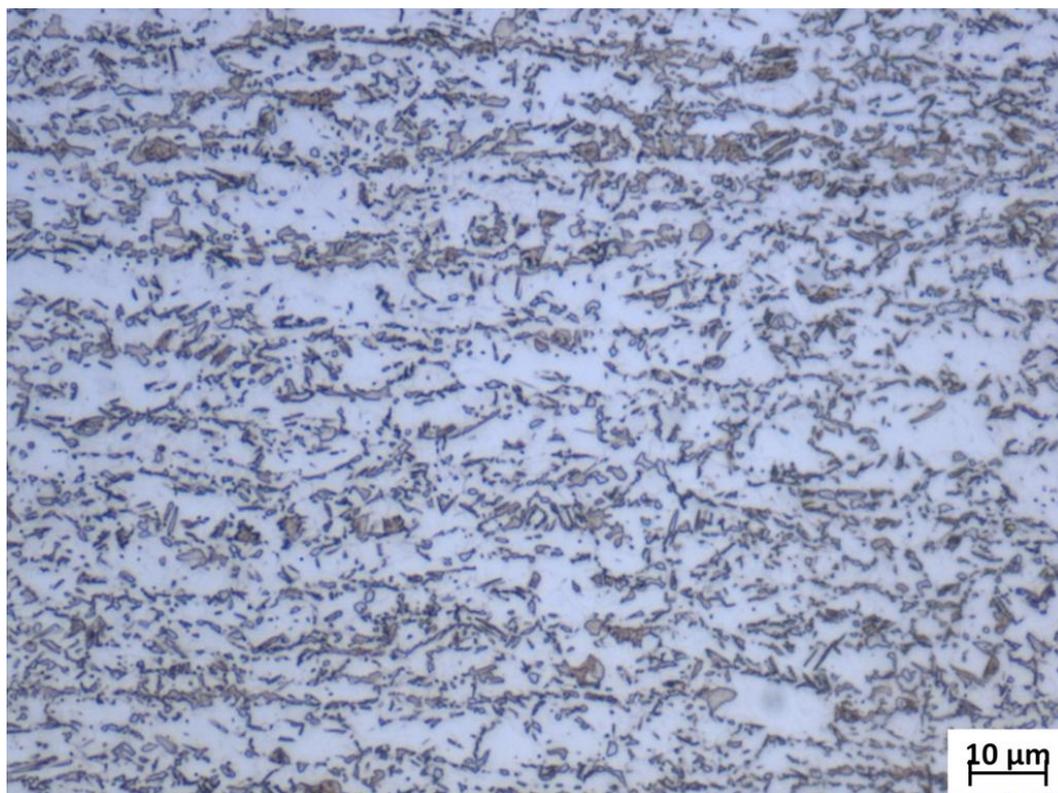


(a)

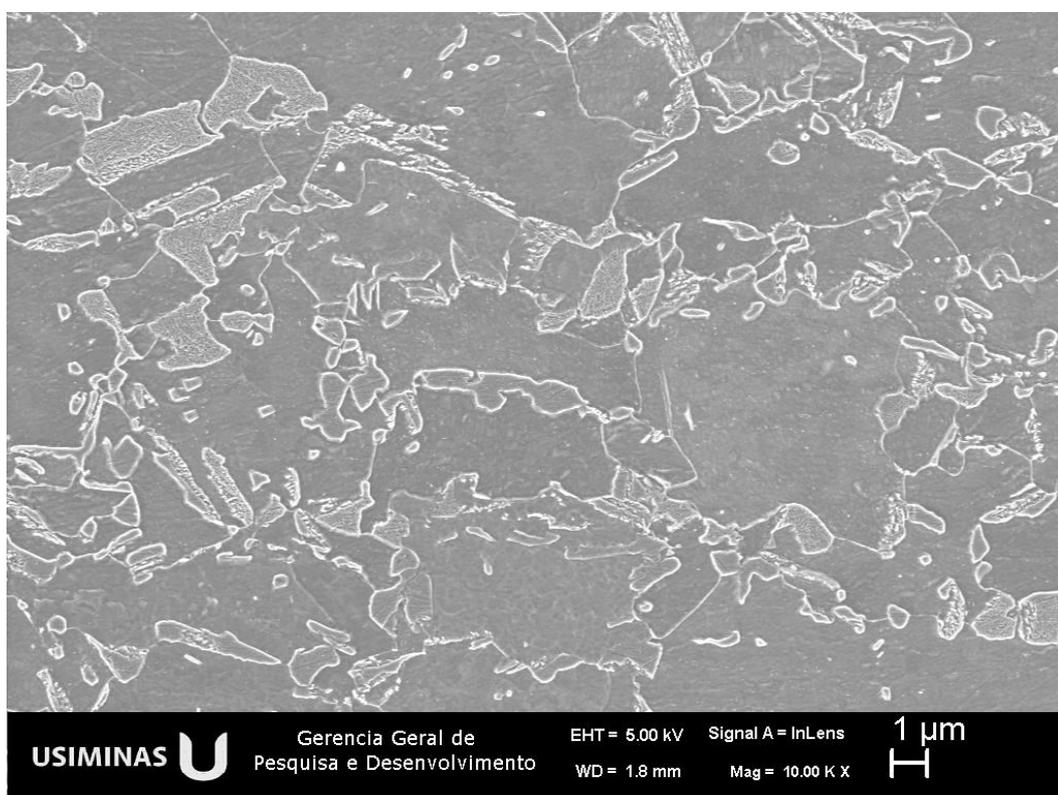


(b)

Figura 5.98 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 760°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica. Nital 4%.

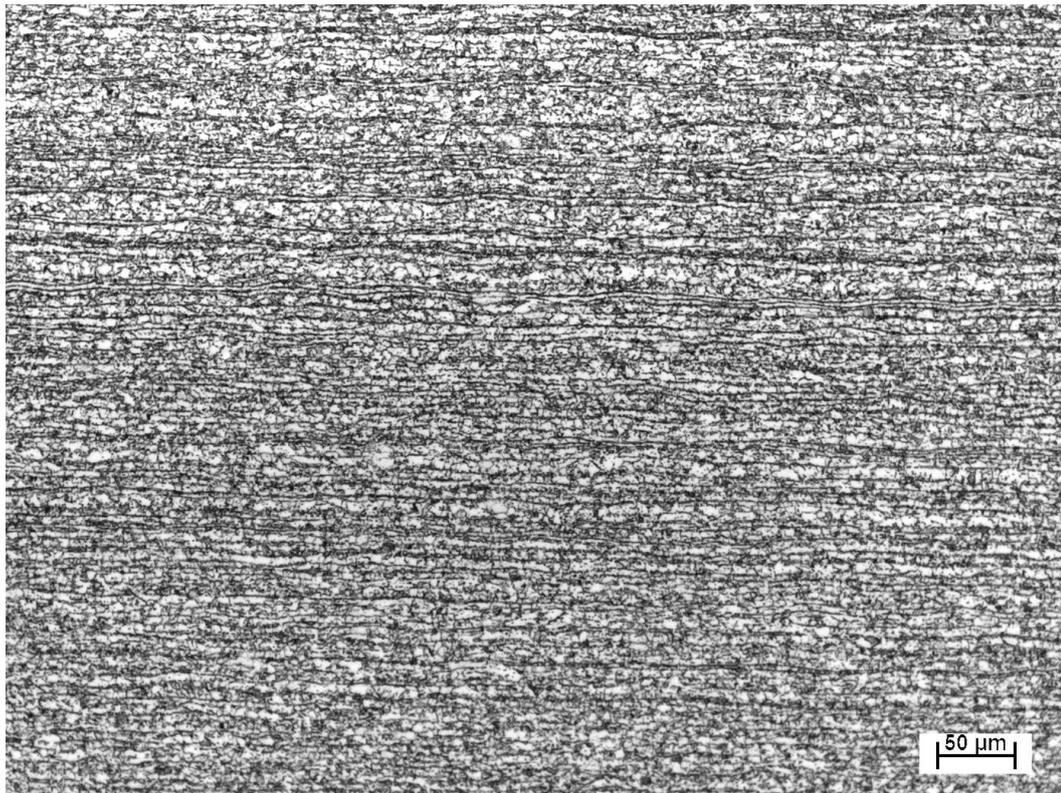


(a) Microscopia óptica. Ataque colorido (DE *et al.*, 2003).

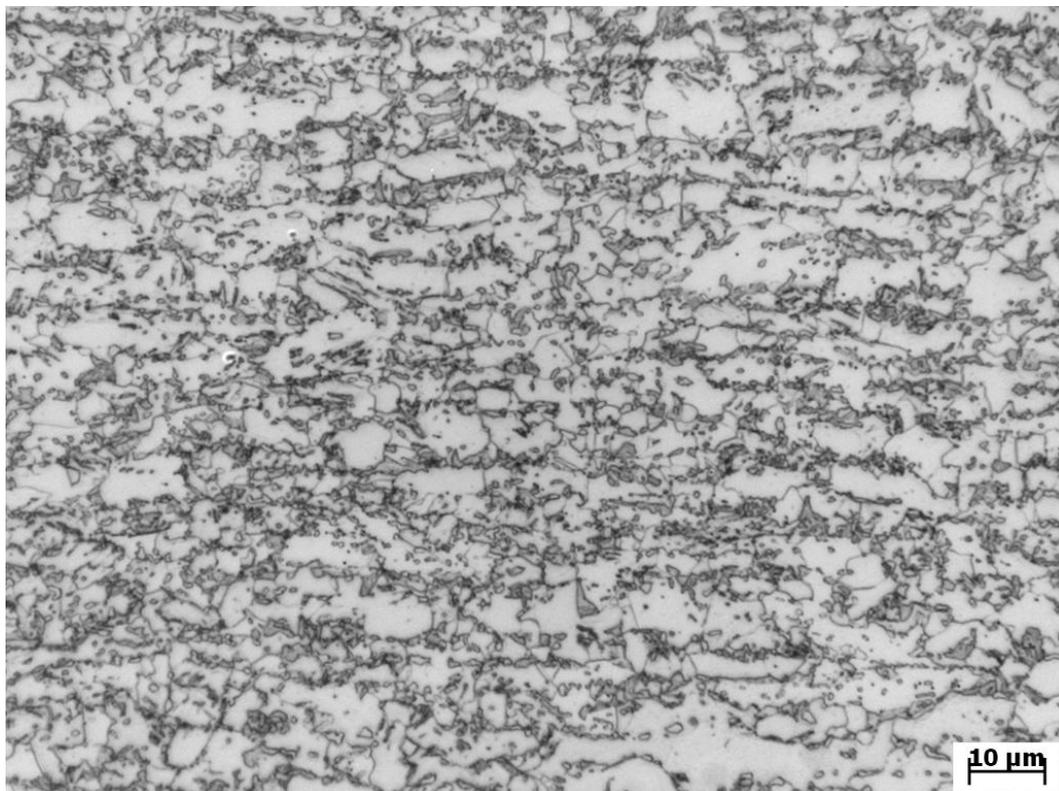


(b) MEV.

Figura 5.99 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 760°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica (a) e MEV (b).

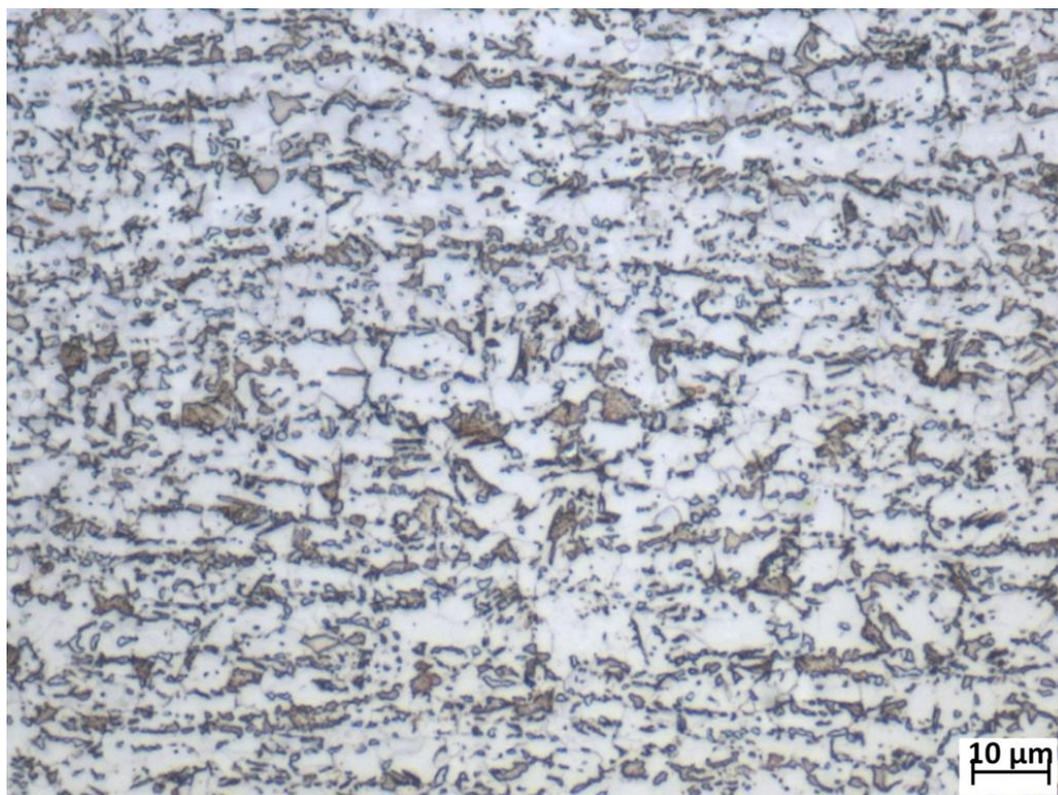


(a)

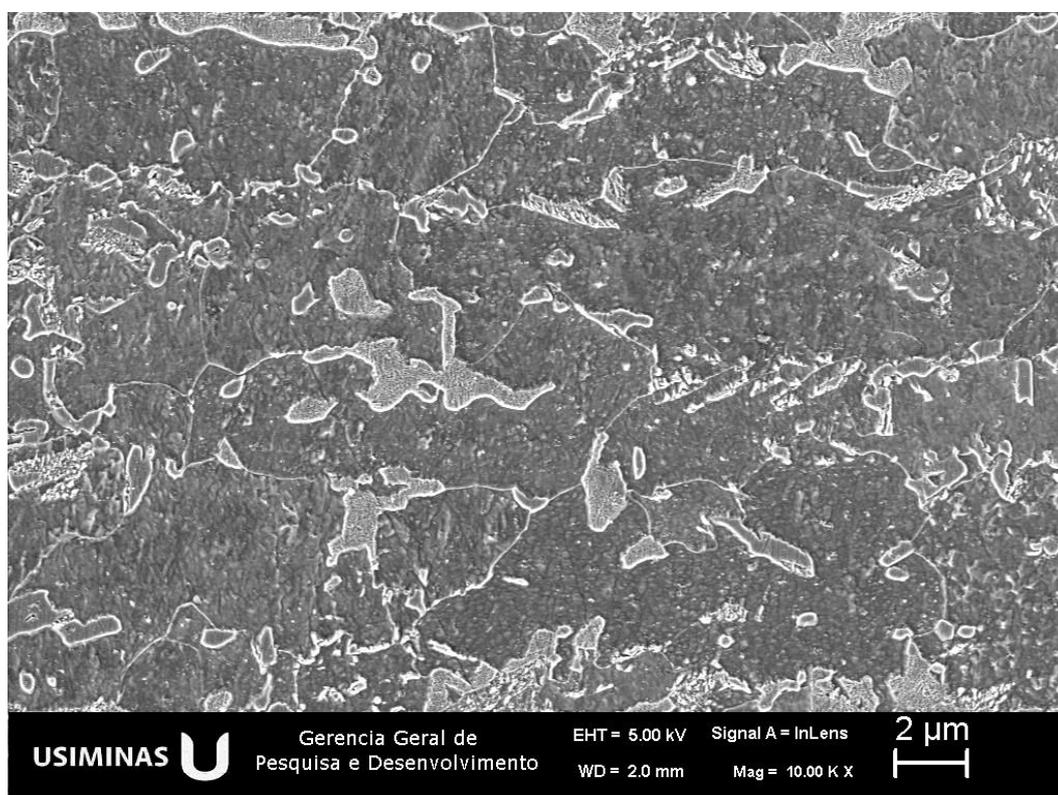


(b)

Figura 5.100 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 800°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica. Nital 4%.

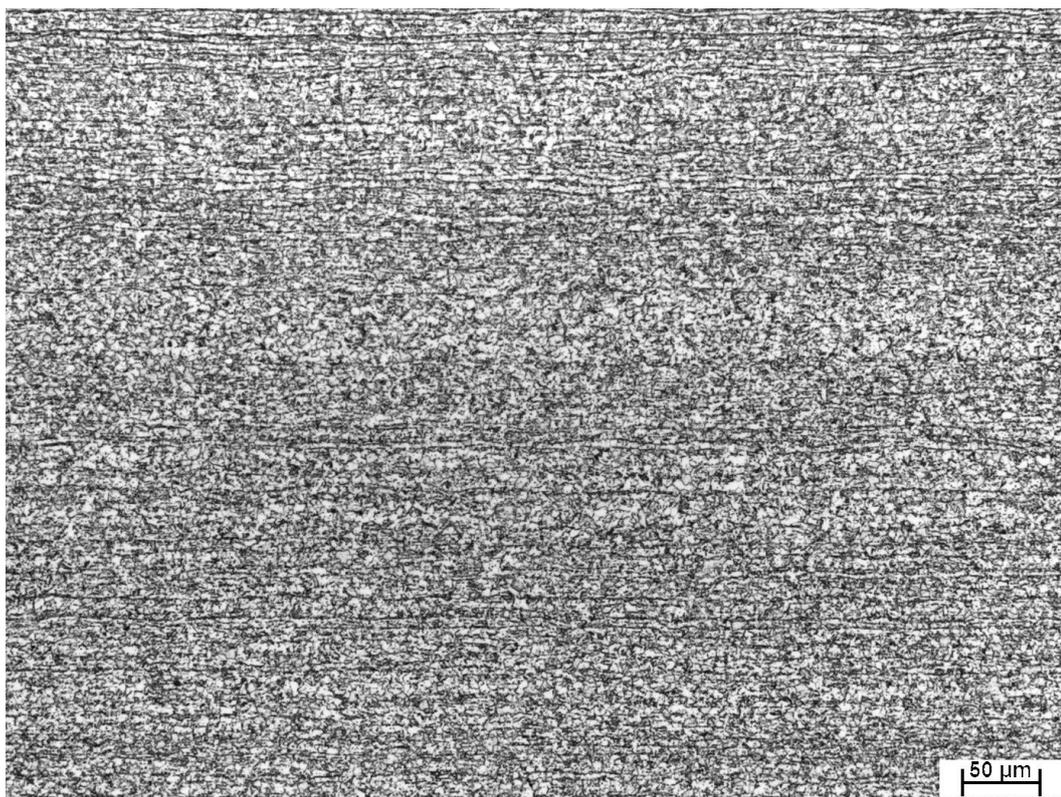


(a) Microscopia óptica. Ataque colorido (DE *et al.*, 2003).

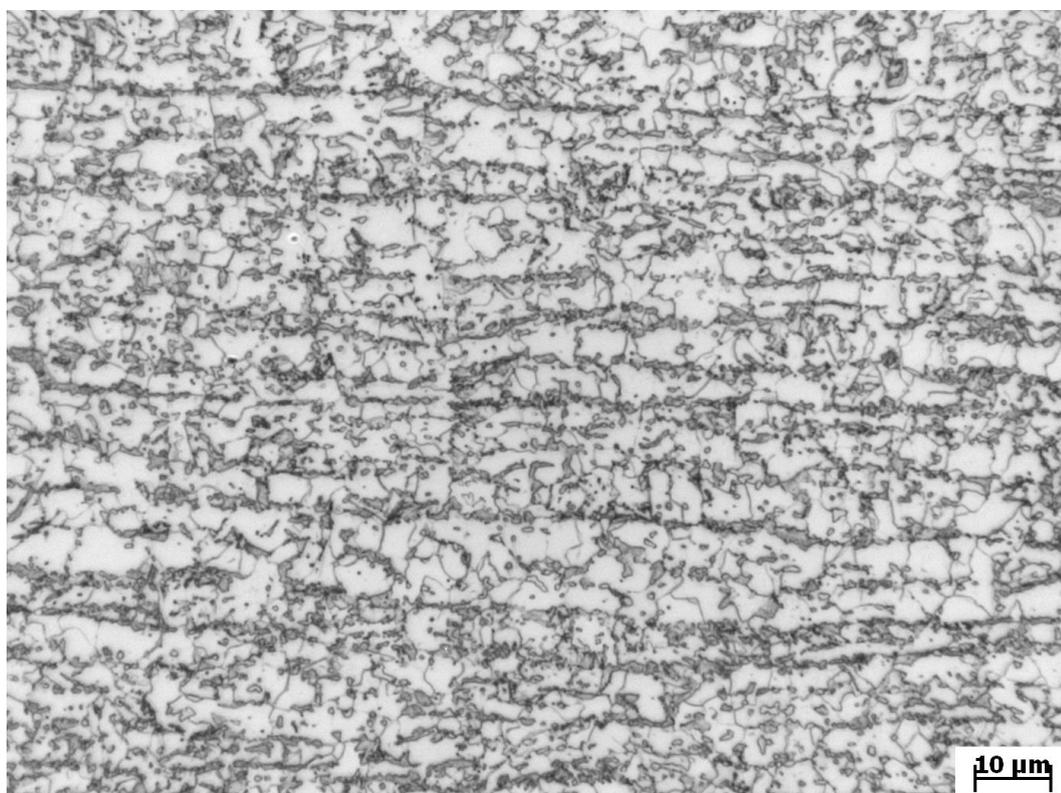


(b) MEV.

Figura 5.101 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 800°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica (a) e MEV (b).



(a)

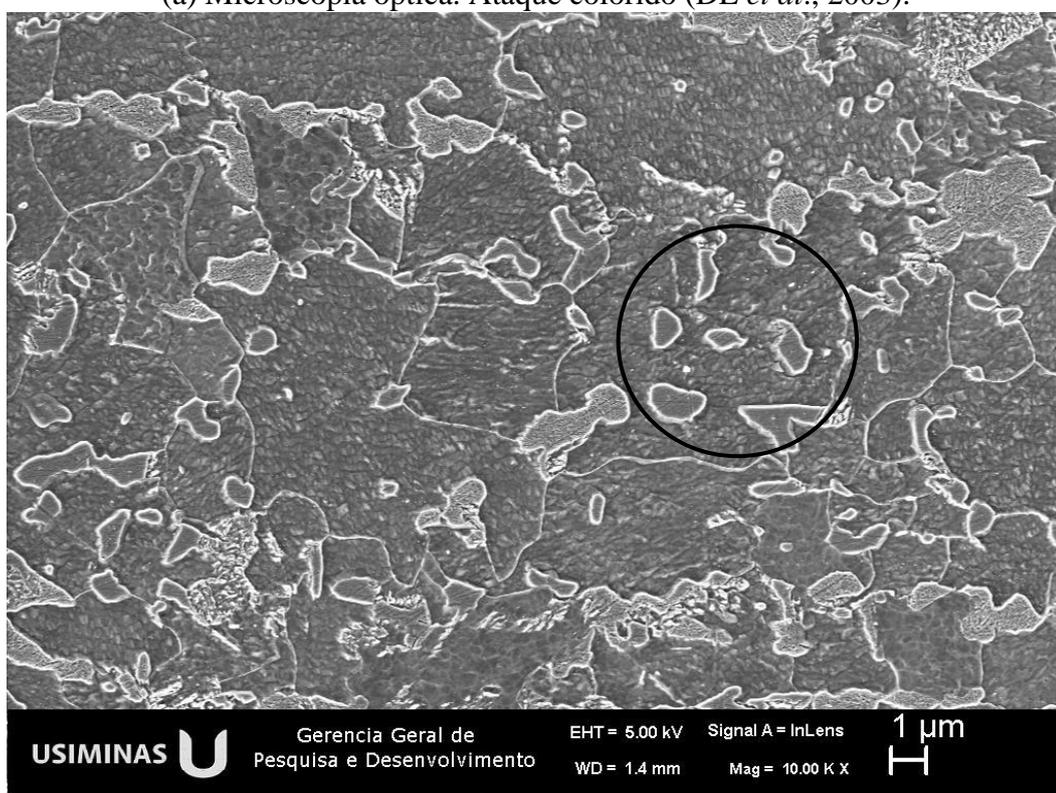


(b)

Figura 5.102 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 820°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica. Nital 4%.



(a) Microscopia óptica. Ataque colorido (DE *et al.*, 2003).



(b) MEV.

Figura 5.103 – Aspecto da microestrutura processada com TE de 820°C e TIR de 650°C, conforme observado por microscopia óptica (a) e MEV (b). O círculo indica partículas do 2º constituinte no interior de grão da ferrita.

Conforme está ilustrado nas figuras 5.96 a 5.103, o aumento da temperatura de encharque afetou algumas características microestruturais. Uma delas foi o perfil de distribuição dos constituintes de 2ª fase. Conforme está indicado por meio de setas na figura 5.97, com 740°C de temperatura de encharque verificou-se uma tendência de distribuição das partículas de 2ª fase ao longo dos contornos de grão da ferrita. O aumento da temperatura de encharque favoreceu uma crescente distribuição destes constituintes no interior dos grãos ferríticos, conforme está ilustrado na área circulada na figura 5.103. Além disso, uma inspeção na parte (a) das figuras 5.96, 5.98, 5.100 e 5.102, sugere que houve uma tendência de diminuição do tamanho de grãos ferrítico com o aumento da temperatura de encharque.

Na tabela V.11 estão mostrados valores da fração percentual de ferrita no final do encharque de cada uma das temperaturas e no final do resfriamento rápido, que foi iniciado a 650°C, incluindo os valores referentes à temperatura de encharque de 780°C. As medições foram feitas por análise de imagens. Também estão mostradas as frações de nova ferrita determinadas por diferença entre os resultados anteriores.

Tabela V.11 – Fração percentual média de ferrita no final do encharque em cada uma das temperaturas e de ferrita e de nova ferrita no final do resfriamento. As frações de ferrita foram medidas por análise de imagens e as de nova ferrita, por diferença.

Condição da amostra		Fração percentual (%)	
Final do encharque		Ferrita	
Temperatura de encharque (°C)	740	67,1	
	760	46,0	
	780	37,2	
	800	15,2	
	820	0,00	
Resfriamento: 3,6°C/s até 650°C e 20°C/s até 300°C		Ferrita	Nova Ferrita
Temperatura de encharque (°C)	740	69,8	2,7
	760	67,1	21,1
	780	69,1	31,9
	800	66,3	51,1
	820	64,5	64,5

Conforme está mostrado na tabela V.11, a fração final de ferrita não sofreu alterações importantes, tendo variado entre 65% e 70%. Ou seja, sua variação se encontra aproximadamente dentro dos limites de precisão da técnica empregada. A fração de nova ferrita, porém, cresceu sistematicamente com a temperatura de encharque. Quando o encharque foi realizado a 740°C, por exemplo, a fração formada foi inferior a 3,0%. Considerando que a fração de ferrita no material como laminado a frio era de 67,5%, conforme foi apresentado na seção 5.2, o efeito do ciclo de recozimento intercrítico nesta temperatura foi o de substituir a perlita presente na microestrutura inicial por martensita, bainita e austenita retida, mais uma pequena fração de nova ferrita formada durante o resfriamento. Ou seja, a ferrita pró-eutetóide, presente na microestrutura prévia, não foi afetada durante o tratamento além de sua recristalização e da eventual formação de um emaranhado de deslocações na interface de contato com a martensita, como ocorre tipicamente em aços *dual phase*. A visualização deste fenômeno, no entanto, requer a realização de análises por microscopia eletrônica de transmissão, o que não foi feito no presente estudo. No final do encharque a 820°C, por outro lado, a microestrutura já se encontrava praticamente toda austenitizada. Conforme está mostrado nas figuras 5.44 e 5.54, as análises metalográficas realizadas em amostras congeladas nesta condição revelaram apenas algumas pequenas partículas de ferrita ilhadas no interior da 2ª fase (austenita a 820°C). No final do resfriamento a 300°C, porém, foi registrada uma quantidade superior a 60% de ferrita.

Foram realizadas também medições do tamanho de grão ferrítico segundo a norma ASTM E112-10, empregando o método dos interceptos na versão de três círculos de Abrams, a partir de imagens produzidas por microscopia óptica com 1.000x de ampliação, atacadas com o reativo nital. Este método é indicado para microestruturas nas quais o aspecto dos grãos não é equiaxial, porém com razão axial média inferior a 3. As microestruturas avaliadas no presente estudo obedecem a este critério. O resultado obtido mediante o emprego deste método é a distância linear média entre interceptos, que é um parâmetro que está relacionado com o diâmetro médio dos grãos. Os resultados obtidos estão mostrados na tabela V.12 e nas figuras 5.104 e 5.105.

Tabela V.12 – Resultados da medição do tamanho de grãos ferrítico em função da temperatura de encharque e da temperatura de início de resfriamento rápido. Tamanho de grão ferrítico, representado pela distância linear média entre interceptos ( $l_{MED}$ ), o número total de interceptos medidos, o desvio padrão (s) e a acurácia percentual relativa (%RA).

Condição da amostra		Tamanho de grão ferrítico			
$T_{encharque}$ (°C)	$T_{resf. rápido}$ (°C)	$l_{MED}$ (μm)	N° de interceptos	s	%RA
780	700	7,80	592	0,20	1,57
	675	7,82	566	0,18	1,48
	650	7,98	563	0,29	2,38
	625	7,78	578	0,25	2,03
	600	7,46	594	0,19	1,57
740	650	8,40	546	0,14	1,21
760		8,78	498	0,19	1,56
800		6,56	683	0,20	1,56
820		6,24	728	0,23	1,80

%RA – percent relative accuracy.

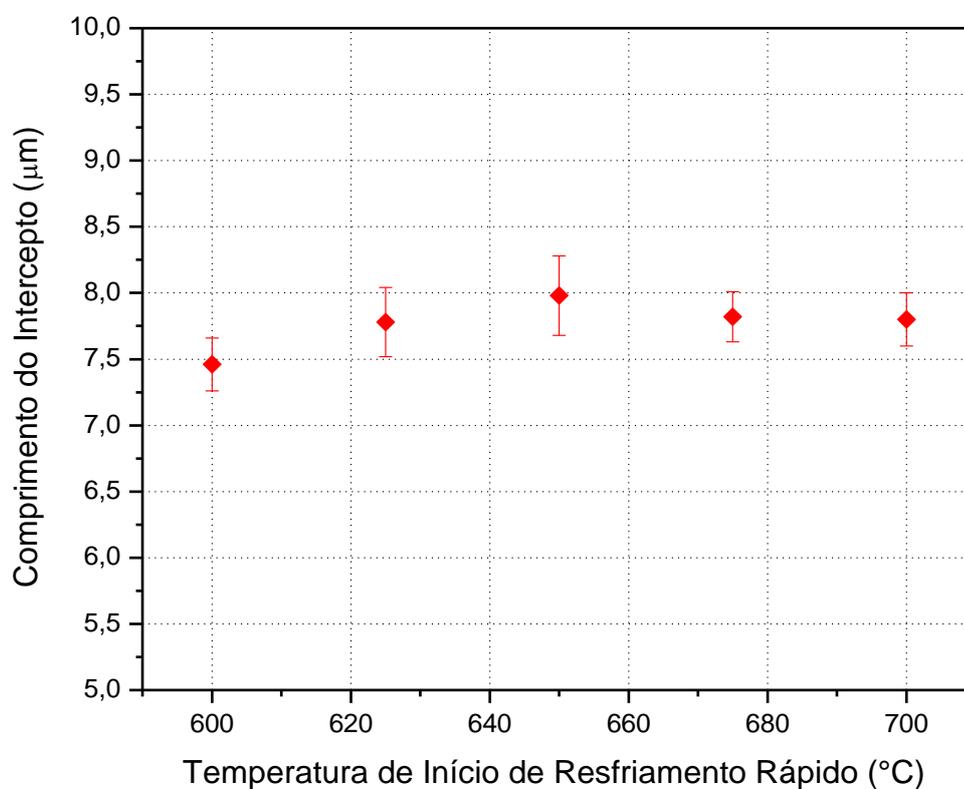


Figura 5.104 – Comprimento do intercepto em função da temperatura de início de resfriamento rápido, após encharque a 780°C. Medições do tamanho de grão da ferrita segundo a norma ASTM E112-10.

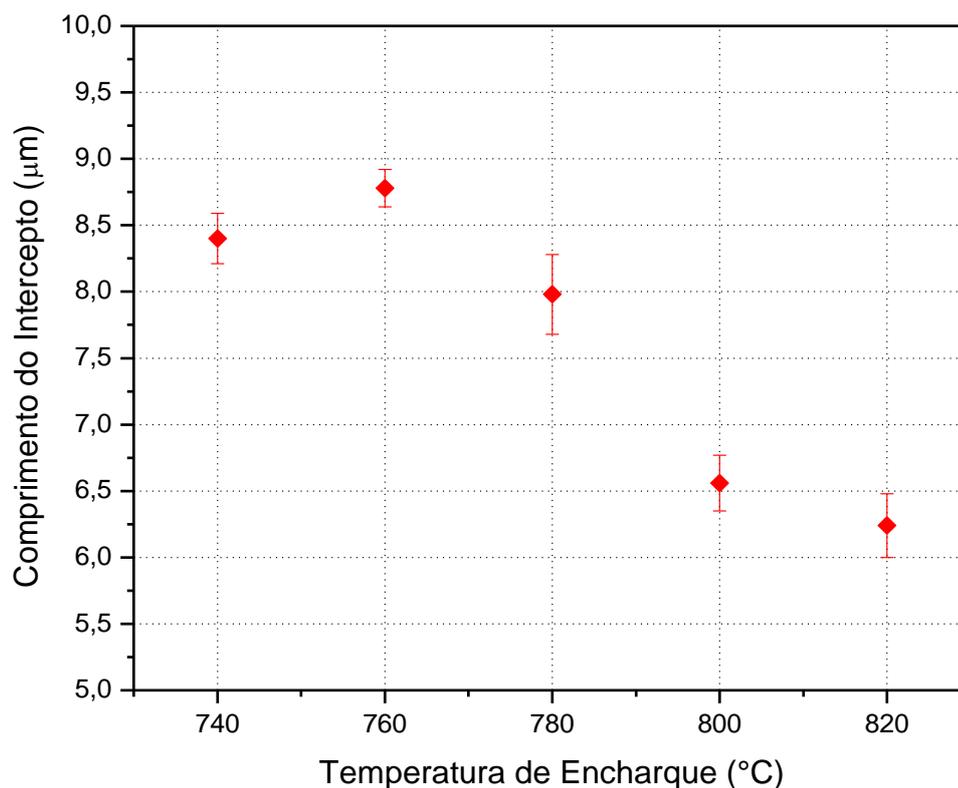


Figura 5.105 – Comprimento do intercepto em função da temperatura de encharque, com a temperatura de resfriamento rápido fixada em 650°C. Medições do tamanho de grão da ferrita segundo a norma ASTM E112-10.

Conforme está mostrado na tabela V.12 e nas figuras 5.104 e 5.105, o tamanho de grão ferrítico não foi afetado pela temperatura de início de resfriamento rápido. Por outro lado, o aumento da temperatura de encharque fez com que as amostras se subdividissem em dois grupos, no tocante ao efeito deste parâmetro sobre o tamanho de grão ferrítico. As amostras nas quais o encharque foi realizado nas temperaturas de 740, 760 e 780°C, apresentaram um comportamento aproximadamente semelhante entre si, com a distância média entre interceptos variando aproximadamente entre 8 e 9μm. Por outro lado, nas temperaturas de encharque de 800°C e 820°C, este parâmetro diminuiu para valores próximos a 6,5μm.

Este efeito, isto é, a redução do tamanho de grão ferrítico quando a temperatura de encharque se aproxima do campo austenítico, já foi registrado por outros autores (GIRINA *et al.*,2003; MURARI *et al.*,2008; COSTA *et al.*,2007). Um aspecto comum a estes três trabalhos é o fato deles lidarem com aços *dual phase* da classe de 600MPa de

limite de resistência (DP600), com composição química à base de C-Mn. No trabalho de Girina e colaboradores, por exemplo, foi investigado o comportamento de ligas com teores variáveis de carbono (0,04-0,10%) e de manganês (1,50-2,00%). Ou seja, dentro da faixa de composição química na qual se enquadra a liga avaliada no presente estudo. É possível que este fenômeno seja mais evidente nos aços DP600 C-Mn, uma vez que não foram encontrados registros na literatura para composições mais carregadas, correspondentes a aços de resistência mecânica mais elevada e nem para aços processados em linhas de galvanização contínua, cujas composições químicas apresentam adições de outros elementos, tais como: molibdênio, cromo e silício.

Não foram encontrados na literatura técnica disponível sobre aços multiconstituídos discussões abordando os efeitos do aumento da temperatura de encharque sobre a evolução da microestrutura de aços *dual phase*, observados no presente estudo. São eles: (1) A diminuição do tamanho de grão ferrítico; (2) O padrão de distribuição do 2º constituinte na microestrutura.

As informações levantadas no presente estudo fazem supor que os mecanismos prevalentes no tocante a estes efeitos atribuídos ao aumento da temperatura de encharque sobre a evolução da microestrutura durante o resfriamento sejam decorrentes da quantidade de nova ferrita formada.

Como já foi mencionado, em mais de uma oportunidade neste relatório, no final do encharque a 820°C a microestrutura do material já se encontrava na iminência da completa austenitização. Sendo assim, a movimentação das esparsas interfaces ferrita/austenita, referentes às partículas de ferrita não-transformada, dispersas ao longo da microestrutura e desconectadas entre si, provavelmente não poderia responder pela formação de mais de 60% de ferrita durante o resfriamento. Mesmo que esta movimentação tenha ocorrido, e não parece haver motivos contrários a isso, é difícil imaginar que tão poucas interfaces pudessem dar origem à grande quantidade de contornos presentes na microestrutura final. Além disso, a temperatura de início de formação da nova ferrita, para esta temperatura de encharque, é inferior às registradas para 780°C e 800°C, conforme está mostrado na figura 5.66, o que sugere a ocorrência

de super-resfriamento da microestrutura necessário para a nucleação de novos grãos. Assim sendo a única opção possível é considerar que, nesta condição específica, tenha havido transformação de austenita em nova ferrita pelo mecanismo clássico de nucleação e crescimento, sendo este o principal mecanismo de sua formação. Esta hipótese também é reforçada pelas informações levantadas a partir das curvas dilatométricas, mostradas nas figuras 5.64 e 5.65, onde se verifica um comportamento muito semelhante entre as curvas de resfriamento para material após completa austenitização ( $855^{\circ}\text{C} \times 72\text{s}$ ) e após o encharque a  $820^{\circ}\text{C}$ . Além disso, apesar de uma maior força motriz para a formação da nova ferrita, a temperatura de início desta transformação após o encharque a  $820^{\circ}\text{C}$ , foi inferior à encontrada para as amostras processadas com  $780^{\circ}\text{C}$  e  $800^{\circ}\text{C}$ , conforme mostra a figura 5.66.

Uma situação mais complexa é a referente à temperatura de encharque de  $800^{\circ}\text{C}$ . Neste caso houve também uma intensa formação de nova ferrita, com a fração de ferrita passando de aproximadamente 15% no final do encharque para um valor próximo de 65% no final do resfriamento. Ou seja, aproximadamente 75% da fração deste constituinte presente na microestrutura final é de nova ferrita formada durante o resfriamento. A partir dos dados das curvas dilatométricas referentes ao resfriamento a partir desta temperatura, mostrados nas figuras 5.63 e 5.66, pode-se inferir que o início da formação da nova ferrita ocorreu por meio da movimentação das interfaces ferrita/austenita, tendo em vista o valor relativamente elevado da temperatura de início de transformação, conforme mostra a figura 5.66. As curvas dilatométricas indicam também que, embora a formação tenha se iniciado por volta de  $760^{\circ}\text{C}$ , logo na sequência do ensaio a transformação de fase ficou praticamente paralisada até aproximadamente  $720^{\circ}\text{C}$ , quando, finalmente, a reação explode. Pode-se inferir, então, que seja relativamente pequena a fração de nova ferrita formada entre  $760^{\circ}\text{C}$  e  $720^{\circ}\text{C}$ .

O mecanismo proposto no presente estudo, para a condição de  $800^{\circ}\text{C}$  de temperatura de encharque, que seja capaz de explicar o refinamento de grão, tendo em vista o expressivo volume de nova ferrita formada no presente estudo e as características da evolução da transformação de fase, conforme observadas nos ensaios no dilatômetro, é que por volta de  $760^{\circ}\text{C}$  as interfaces ferrita/austenita foram acionadas, se

movimentando para promover a formação da nova ferrita. Todavia o volume formado por este mecanismo não foi suficiente, propiciando uma condição de super-resfriamento da microestrutura. Dessa forma, por volta de 720°C, a reação “explodiu”, muito provavelmente, em virtude de uma intensa nucleação de novos grãos que, crescendo, foram capazes de fornecer a grande quantidade de novos contornos associada à redução no tamanho de grão.

Por outro lado, não são encontrados registros da redução do tamanho de grão ferrítico com o aumento da temperatura de encharque no caso de aços *dual phase* de resistência mecânica mais elevada processados via CAPL (DP800 e DP1000) ou mesmo de aços processados em linha de galvanização contínua (CGL). É possível que isto tenha relação com a composição química destes produtos. Nestes aços, é necessário empregar teores mais elevados de carbono e de manganês, ou mesmo de adicionar outros elementos, como o molibdênio e o cromo, por exemplo. Ocorre que o emprego de composições químicas mais carregadas aumenta a temperabilidade da austenita. A consequência é a transformação de quantidades relativamente muito menores de austenita em nova ferrita durante o resfriamento, em comparação com aços DP600 C-Mn, de modo que o tamanho de grão ferrítico não é alterado.

A alteração do perfil de distribuição do 2º constituinte não necessariamente depende da formação de novos grãos. Desde que existam interfaces em movimentação para a formação de nova ferrita, as regiões mais ricas em manganês vão sendo segregadas, já a concentração deste elemento não é uniforme na austenita. O carbono, cuja difusividade controla esta transformação de fase (GOMEZ *et al.*,2010; SANTOFIMIA *et al.*,2010), migra para austenita remanescente. Dessa forma, durante a transformação da austenita em nova ferrita vão sendo formadas algumas ilhas de austenita, com teores variáveis de carbono e de manganês, que, posteriormente, darão origem ao 2º constituinte na microestrutura do produto final, notadamente martensita, bainita e austenita retida, cuja distribuição pode ocorrer não só em contornos de grão, mas, também, no seu interior.

## CAPÍTULO 6: CONCLUSÕES

Os resultados obtidos no presente estudo conduzem às seguintes conclusões:

### 1. Recristalização da ferrita:

- A recristalização da ferrita ocorreu aproximadamente entre as temperaturas de 660°C e 760°C, durante o aquecimento contínuo com taxa de 3,8°C/s. Sua nucleação ocorreu principalmente em regiões severamente deformadas por laminação a frio. Análises por MEV e EBSD indicaram que estas regiões estavam predominantemente orientadas segundo a fibra  $\gamma$  (plano {111} orientado paralelamente ao plano de laminação).
- Ensaio de dureza Vickers na ferrita com carga de 10gf, realizadas em amostras submetidas a aquecimento contínuo com taxa de 3,8°C/s, desde a temperatura ambiente até 760°C, permitiram observar três principais estágios pelos quais passa a ferrita em seu processo de amaciamento: (1) desde a temperatura ambiente até cerca de 500°C, intervalo no qual sua dureza se mantém praticamente constante; (2) entre 550°C e 640°C, a dureza da ferrita aumentou sistematicamente com a temperatura. Este efeito foi interpretado como sendo causado pelo aumento do teor de carbono em solução sólida, advindo do início da dissolução das colônias adjacentes de perlita; (3) a partir de 660°C a dureza da ferrita diminuiu rapidamente com a temperatura, em virtude da recristalização.
- Ensaio isotérmico realizados nas temperaturas de 600, 650, 680 e 710°C possibilitaram levantar o valor da energia de ativação associada ao processo de recristalização em  $310 \pm 22$  kJ/mol. A cinética da recristalização foi ajustada matematicamente ao modelo de JAMK.
- Ocorreu sobreposição entre o final do processo de recristalização da ferrita e o início da formação da austenita. Todavia não foram observadas interferências entre

estes dois fenômenos, seja nos ensaios isotérmicos ou em aquecimento contínuo com taxa de  $3,8^{\circ}\text{C/s}$ .

## 2. Formação da austenita:

- As temperaturas  $Ac_1$  (início de formação da austenita) e  $Ac_0$  (fim de transformação da perlita em austenita) não foram significativamente influenciadas pelas taxas de aquecimento empregadas.  $Ac_1$  passou de  $700^{\circ}\text{C}$ , com taxa de  $3,8^{\circ}\text{C/s}$ , para  $711^{\circ}\text{C}$  com  $100^{\circ}\text{C/s}$ . Para  $Ac_0$ , por outro lado, a principal variação notada, foi que nas taxas de 3,8 e  $10^{\circ}\text{C/s}$  seu valor foi bem definido, em cerca de  $745^{\circ}\text{C}$ . Por outro lado, quando o aquecimento foi feito com taxa de  $100^{\circ}\text{C/s}$  o fim da transformação da perlita em austenita ocorreu em um intervalo de temperaturas ( $745$  a  $750^{\circ}\text{C}$ ).
- A temperatura  $Ac_3$  (fim de formação da austenita), por sua vez, aumentou sistematicamente com a taxa de aquecimento.
- Nos ensaios com taxa de aquecimento de  $3,8^{\circ}\text{C/s}$ , os sítios preferenciais para a nucleação da austenita foram: as interfaces ferrita/perlita, os contornos de grão da ferrita, partículas de cementita dispersas pela matriz e o interior da perlita em dissolução.
- O aumento da taxa de aquecimento fez com que a formação da austenita tenha ocorrido prioritariamente sobre a perlita em dissolução. Provocou também uma elevada sobreposição entre seu processo de formação e a recristalização da ferrita, mas que não evitou completamente a formação de algumas partículas de austenita em contornos de grão da ferrita, independente de seu estágio de recristalização.
- Do ponto de vista da morfologia da microestrutura, o aumento da taxa de aquecimento causou um progressivo aumento no grau de bandeamento, causado pela predominância dos mecanismos de crescimento sobre os de nucleação. Embora tendo nucleado na perlita e em contornos de grão da ferrita, o aumento da taxa de aquecimento fez com que a austenita crescesse priorizando mecanismos de rápida

redistribuição do carbono. Isto é, cresceu consumindo as bandas achatadas de perlita, em detrimento dos grãos nucleados nos contornos de grão da ferrita.

- Ensaios de dureza Vickers realizados com carga de 10gf no 2º constituinte (austenita na região intercrítica), revelaram que a 740°C sua dureza permaneceu constante durante todo o tempo de encharque nesta temperatura. Por outro lado, a 780°C e 820°C, foram registradas quedas de dureza com o tempo de encharque.
- Foram encontradas discrepâncias relevantes para a fração de austenita transformada durante o aquecimento e encharque, entre valores levantados com o uso da regra da alavanca e previsões do *Thermo-Calc*, em cálculos feitos sob a condição de *ortho-equilibrium*. Em algumas condições a regra da alavanca forneceu valores significativamente mais elevados. Estes resultados apontam para necessidade do desenvolvimento de modelos de correção dos dados obtidos com o uso da regra da alavanca, quando se trata de aços bifásicos laminados a frio, assim como enfatizam a importância da condição de equilíbrio considerada nos resultados levantados com o uso do *Thermo-Calc*.

### 3. Partição de manganês:

- Microanálises quantitativas feitas mediante o uso de MEV/EDS e WDS revelaram que o perfil da partição de manganês no final do encharque a 780°C, não se alterou de modo significativo quando comparado ao do material como laminado a frio.

### 4. Formação da nova ferrita:

- O aumento da temperatura de encharque ( $T_{ENCH}$ ), de 740°C para 800°C, passando por 760° e 780°C, resultou em aumentos sistemáticos na temperatura de início de formação da nova ferrita ( $T_{NF}$ ). Em ensaios com  $T_{ENCH}$  de 820°C, por outro lado, registrou-se uma redução em  $T_{NF}$  de aproximadamente 20°C. A temperatura de fim de formação da nova ferrita, por sua vez, não foi influenciada significativamente pela temperatura de encharque.

- Em ensaios realizados resfriando o material desde o final do encharque a 780°C até a temperatura ambiente, verificou-se que a fração da nova ferrita diminuiu sistematicamente com o aumento da taxa de resfriamento.
- Com a temperatura de encharque fixada em 780°C, variações na temperatura de início de resfriamento rápido, entre 600°C e 700°C, não influenciaram a fração da nova ferrita e nem as demais características da microestrutura.
- Variações na temperatura de encharque entre 740°C e 820°C, com a temperatura de início de resfriamento fixada em 650°C, não afetaram a fração de ferrita, mas provocaram alterações no perfil de distribuição do 2º constituinte. Com 740°C, por exemplo, o 2º constituinte distribuiu-se majoritariamente nos contornos de grão da ferrita. O aumento da temperatura de encharque fez com que este perfil se alterasse, com o 2º constituinte passando a se distribuir também no interior dos grãos ferríticos.
- O tamanho de grão da ferrita diminuiu quando o encharque foi realizado nas temperaturas de 800°C e de 820°C, que são próximas do campo austenítico. O surgimento dos novos contornos necessários para haver refino de grão, foi justificado considerando que além da movimentação das interfaces ferrita/austenita, ocorreu também formação de nova ferrita por nucleação e crescimento durante resfriamento após o encharque nestas temperaturas. Esta hipótese se fundamentou na expressiva formação de nova ferrita durante o resfriamento e no aspecto das curvas dilatométricas de resfriamento, principalmente a 800°C, que sugerem a ocorrência de dois estágios de formação da nova ferrita.

## CAPÍTULO 7: CONTRIBUIÇÕES AO CONHECIMENTO

No presente estudo foi investigada a formação da microestrutura durante o recozimento intercrítico de um aço bifásico com 0,09%C-2,06%Mn da classe de 600MPa de limite de resistência. Durante a etapa de resfriamento foi observada a influência da temperatura de encharque sobre a disposição das partículas de 2º constituinte ao longo da microestrutura. Com 740°C de temperatura de encharque, elas se distribuíram basicamente ao longo dos contornos de grão da ferrita. Com o aumento da temperatura, todavia, ocorreu um progressivo incremento desta distribuição também no interior dos grãos da ferrita. Foi observada também uma queda no tamanho de grão da ferrita quando o encharque foi realizado a 800°C e 820°C, que são temperaturas próximas ao campo austenítico.

Estes dois efeitos foram explicados à luz do expressivo volume formado de nova ferrita durante o resfriamento, de mais de 50% para estas duas temperaturas de encharque. Assim sendo, alteração do perfil de distribuição do 2º constituinte foi justificada considerando que durante a movimentação das várias interfaces  $\alpha/\gamma$  responsáveis pela formação de nova ferrita, as regiões mais ricas em manganês foram sendo segregadas. O carbono, cuja difusividade controla esta transformação de fase, migra para austenita remanescente. Dessa forma, durante a transformação da austenita em nova ferrita vão sendo formadas algumas ilhas de austenita, com teores variáveis de carbono e de manganês, que, posteriormente, darão origem ao 2º constituinte na microestrutura do produto final, notadamente martensita, bainita e austenita retida, cuja distribuição pode ocorrer não só em contornos de grão, mas também no interior dos mesmos.

O efeito sobre o tamanho de grão foi justificado considerando que a formação da nova ferrita ocorreu também mediante a formação de novos grãos por nucleação e crescimento e não somente pelo mecanismo epitaxial de formação, a partir da movimentação das interfaces  $\alpha/\gamma$ , como supõe a teoria corrente. Após o encharque a 820°C, a microestrutura do material já se encontrava quase completamente austenitizada. Considerou-se improvável que o mecanismo de formação epitaxial

pudesse responder pelo volume de nova ferrita formado durante o resfriamento, de aproximadamente 65%, e ainda acarretasse redução no tamanho de grão.

O mecanismo proposto no presente estudo, para a condição de 800°C de temperatura de encharque, se fundamentou na quantidade relativamente grande de nova ferrita formada durante o resfriamento (cerca 50% da microestrutura final) e no fato de que as curvas dilatométricas de resfriamento sugerem a operação de dois mecanismos distintos referentes à transformação da austenita em nova ferrita. A suposição é que por volta de 760°C as interfaces ferrita/austenita foram acionadas, se movimentando para promover a formação da nova ferrita. Todavia o volume formado por este mecanismo não foi suficiente, propiciando uma condição de super-resfriamento da microestrutura. Dessa forma, por volta de 720°C, a reação “explodiu” em virtude de uma intensa nucleação de novos grãos que, crescendo, foram capazes de fornecer a grande quantidade de novos contornos associada à redução no tamanho de grão da ferrita.

Apesar do notável volume de publicações sobre este tema para aços semelhantes ao investigado neste trabalho, nos últimos 30 anos, não foram encontradas discussões sobre efeitos exercidos pela temperatura de encharque intercrítica sobre a microestrutura do material, semelhantes aos relatados no presente estudo. Acredita-se, então, que os resultados alcançados neste estudo possam ajudar a lançar luz sobre alguns aspectos ainda não suficientemente esclarecidos e ainda suscitar discussões e estimular a contribuição de outros autores, contribuindo, assim, para o avanço nesta área específica do conhecimento.

## CAPÍTULO 8: RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS

A principal vantagem dos aços *dual phase* quando comparados aos do tipo HSLA, reside na combinação superior de resistência mecânica e ductilidade. Além disso, os aços *dual phase* apresentam razão elástica relativamente mais baixa, ausência de patamar de escoamento e elevada capacidade de encruamento, o que os torna altamente atrativos para setor automotivo.

Todavia, um dos aspectos que tem limitado a expansão do mercado de aplicação destes aços, ainda mais rapidamente, é o seu custo de produção, principalmente associado à variabilidade de suas propriedades mecânicas em linhas industriais de produção. São duas as estratégias-padrão para lidar com esse problema. Uma delas é praticar um controle de processo mais rigoroso, o que, por outro lado impacta a produtividade das linhas de produção. A outra via é investir no aprimoramento do conhecimento de detalhes relacionados aos efeitos da composição química e da influência dos parâmetros de processo sobre a evolução da microestrutura, em conexão com as propriedades mecânicas dos produtos, buscando estabelecer quais parâmetros podem ser flexibilizados, e em qual gama de variação, e quais aqueles para os quais é necessário um efetivo e rigoroso controle de processo. É nesta segunda via que este trabalho se insere.

Assim sendo, os resultados obtidos no presente estudo mostraram que a temperatura de início de resfriamento rápido não exerceu influência mensurável sobre a evolução da microestrutura do material, quando seu valor variou entre 600°C e 700°C. A temperatura de encharque, por sua vez, influenciou o padrão de distribuição do 2º constituinte e o tamanho de grão ferrítico, mas não afetou significativamente a fração volumétrica de ferrita no produto final.

## CAPÍTULO 9: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Durante a realização deste estudo foram observadas algumas lacunas de conhecimento que podem dar ensejo a futuros desenvolvimentos. São elas:

- Desenvolver modelo para correção do cálculo da regra da alavanca para a fração de austenita transformada durante o aquecimento e encharque de aços *dual phase* laminados a frio.
- Realizar investigação mais minuciosa sobre as curvas dilatométricas de resfriamento partindo de temperaturas intercríticas. Foi observado que, dependendo da taxa de resfriamento e da temperatura de encharque, a curva pode apresentar inflexões que carecem de maiores esclarecimentos no tocante aos mecanismos metalúrgicos eventualmente atuantes.
- Investigar a influência da temperatura de encharque sobre a textura cristalográfica da ferrita no produto final.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ÅGREN, J.; – Deviation from Local-Equilibrium during Austenite to Ferrite Transformation. A Symposium on the Thermodynamics, Kinetics, Characterization and Modeling of Austenite Formation and Decomposition. Chicago, Illinois, USA, p. 167-176, 2003.
- AHMAD, E.; SARWAR, M.; MANZOOR, T.; HUSSAIN, N. – Effect of Rolling and Epitaxial Ferrite on the Tensile Properties of Low Alloy Steel. *Journal of Materials Science*, 41, p. 5417-5423, 2006.
- ANDRADE, S. L.; TAISS, E. J. M.; ROSA, L. K. – ULSAB-AVC: O Aço no Automóvel do Futuro. 57º Congresso Anual da ABM, São Paulo, julho 2002.
- AVRAMI, M. – Kinetics of Phase Change I. *Journal of Chemical Physics*, Vol. 07, p. 1103-1112, 1939.
- AZIZI-ALIMANI, H.; MILITZER, M.; POOLE, W. J. – Austenite Formation in Plain Low-Carbon Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 42A, p. 1544-1557, 2011.
- BANDYOPADHYAY, N. R.; DATTA, S. – Effect of Manganese Partitioning on Transformation Induced Plasticity Characteristics in Microalloyed Dual Phase Steels. *ISIJ International*, vol. 44, Nº 5, p. 927-934, 2004.
- BHADESHIA, H. K. D. H. – The Bainite Transformation: Unsolved Issues. *Materials Science and Engineering*, A273-275, p. 58-66, 1999.
- BOS, C.; MECOZZI, M.G.; HANLON, D.N.; AARNTS, M.P.; SIETSMA, J. – Application of a Three-Dimensional Microstructure Evolution Model to Identify Key Process Settings for the Production of Dual-Phase Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 42A, p. 3602-3610, 2011.
- CALCAGNOTTO, M.; PONGE, D.; DEMIR, E., RAABE, D. – Orientation Gradients and Geometrically Necessary Dislocations in Ultrafine Grained Dual-Phase Steels Studied by 2D and 3D EBSD. *Materials Science and Engineering A* 527 p. 2738-2746, 2010.
- CALCAGNOTTO, M.; PONGE, D.; RAABE, D. – On the Effect of Manganese on Grain Size Stability and Hardenability in Ultrafine-Grained Ferrite/Martensite Dual-Phase Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 43A, p. 37-46, 2012.
- CHOWDHURY, S. G.; PERELOMA, E. V.; SANTOS, D. B. – Evolution of Texture at the Initial Stages of Continuous Annealing of Cold Rolled Dual-Phase Steel: Effect of Heating Rate. *Materials Science and Engineering A* 480 p. 540-548, 2008.
- CHRISTIAN, J. W. – *The Theory of Transformations in Metals and Alloys*. Pergamon, Amsterdam. 2002.

- COLLA, V.; DESANCTIS, M.; DIMATTEO, A.; LOVICU, G.; VALENTINI, R. – Prediction of Continuous Cooling Transformation Diagrams for Dual-Phase Steels from the Intercritical Region. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 42A, p. 2781-2793, 2011.
- COSTA, F. S.; MURARI, F. D.; MELO, T. M. F. – Desenvolvimento de Aço Dual Phase da Classe 280/600 Processado via CAPL. Relatório Final de Estudo de P&D da Usiminas, PPVP5742, U-IGD, Dezembro de 2007.
- DE, A. K.; SPEER, J. G.; MATLOCK, D. K. – Color Tint-Etching for Multiphase Steels. *Advanced Material Processes*, February, p.27-30, 2003.
- De COCK, T.; CAPDEVILA, C.; CABALLERO, F.; De ANDRÉS, C. – Interpretation of a Dilatometric Anomaly Previous to the Ferrite-to-Austenite Transformation in a Low Carbon Steel. *Scripta Materialia*, 54, p. 949-954, 2006.
- DEMIR, B.; ERDOGAN, M. – The Hardenability of Austenite with Different Alloy Content and Dispersion in Dual-Phase Steels. *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 208, p. 75-84, 2008.
- De MOOR, E.; MATLOCK, D. K.; SPEER, J. G.; MERWIN, M. J. – Austenite Stabilization Through Manganese Enrichment. *Scripta Materialia* 64, p. 185-188, 2011.
- ERDOGAN, M. – The Effect of New Ferrite Content on the Tensile Fracture Behaviour of Dual Phase Steels. *Journal of Materials Science*, 37, p. 3623–3630, 2002.
- ESTAY, S.; CHENGJI, Li.; PURDY, G. R. – Carbide Dissolution and Austenite Growth in the Intercritical Annealing of Fe-C-Mn Dual Phase Steels. *Canadian Metallurgical Quarterly*, vol. 23, N° 1, p. 121 – 130, 1984.
- FONSHTEIN, N. M.; EFIMOVA, T. M. - Study of the Effect of “New” Ferrite on the Properties of Dual Phase Steels. *Metallurgist*, Vol. 50, N°s 9 e 10, p.481-489, 2006.
- GIRINA, O. A.; FONSTEIN, N. M.; BHATTACHARYA, D. – Effect of Annealing Parameters on Austenite Decomposition in a Continuously Annealed Dual-Phase Steel. *45th MWSP Conference Proceedings*, vol. XLI, p. 403-414, 2003.
- GOMEZ, M.; GARCIA, C. I.; De ARDO, A. D. – The Role of New Ferrite on Retained Austenite Stabilization in Al-TRIP Steels. *ISIJ International*, Vol. 50, N° 1, p. 139-146, 2010.
- GUO, Z.; SHA, W.; LI, D. – Quantification of Phase Transformation Kinetics of 18 wt.% Ni C250 Maraging Steel. *Materials Science and Engineering A*. 373A, p. 10-20, 2004.
- HAN, H. N.; LEE, C. G.; OH, C.-S.; LEE, T.-H.; KIM, S.-J. – A Model for Deformation Behavior and Mechanically Induced Martensitic Transformation of Metastable Austenitic Steel. *Acta Materialia* 52, p.5203–5214, 2004.
- HICKSON, M. R.; HURLEY, P. J.; GIBBS, R. K.; KELLY, G. L.; HODGSON, P. D. – The Production of Ultrafine Ferrite in Low-Carbon Steel by Strain-induced Transformation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 33A, N° 04, p. 1019-1026, 2002.

- HILLERT, M.; ÅGREN, J.; – On the Definitions of Paraequilibrium and Orthoequilibrium. *Scripta Materialia*, 50, p. 697-699, 2004.
- HUANG, J.; POOLE, W. J.; MILITZER, M. – Austenite Formation During Intercritical Annealing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35A, p. 3363-3375, 2004.
- HULTGREN, A. – Isothermal Transformation of Austenite. *Transactions ASM*, 39, p. 915-1005, 1947.
- HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. – Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Second Edition. Elsevier, 2004.
- JOHNSON, W. A.; MEHL, R. F. – Reaction Kinetics in Process of Nucleation and Growth. *Transactions AIME*, vol. 135, p. 416-442, 1939.
- JEONG, W. C.; KIM, C. H. – Ferrite Growth on Cooling after Intercritical Annealing in a Dual-Phase Steel. *Scripta Metallurgica*, vol. 19, p. 37-42, 1985.
- JEONG, W. C.; KIM, C. H. – Deformation Characteristics of Retained Ferrite and Transformed Ferrite in a Dual-Phase Steel. *Metallurgical Transactions A*, 18A, p. 629-635, 1987.
- JEONG, W. C.; KIM, C. H. – Effects of Transformed Ferrite Growth on the Tensile Fracture Characteristics of a Dual-Phase Steel. *Metallurgical Transactions A*, 19A, p. 309-317, 1988.
- KOLMOGOROV, A.N. – On the Statistical Theory of Crystallization of Metals. *Izvestiia Akademii Nauk USSR, Ser. Mathematics*, N°3, p. 355-360, 1937.
- KOP, T. A.; SIETSMA, J.; ZWAAG, V. D. S. – Anisotropic Dilatation Behaviour during Transformation of Hot Rolled Steels Showing Banded Structure. *Materials Science and Technology*, Vol. 17, p. 1569-1574, 2001.
- KORZEKWA, D. A.; MATLOCK, D. K.; KRAUSS, G. – Aging Susceptibility of Retained and Epitaxial Ferrite in Dual-Phase Steels. *Metallurgical Transactions A*, Vol. 13A, p. 2061-2064, 1982.
- KOYAMA, S., citado por AKBEN, M. G.; WEISS, I.; JONAS, J. J. em: Dynamic Precipitation and Solute Hardening in V Microalloyed Steel and two Nb Steels Containing High Level of Mn. *Acta Metallurgical*, Vol. 29, p. 111-121, 1981.
- LAW, N. C.; EDMONDS, D. – The Formation of Austenite in a Low Alloy Steel. *Metallurgical Transactions A*, Vol. 11A, p. 33-46, 1980.
- LEE, S. J.; CLARKE, K. D.; VAN TYNE, C. J. – An On-Heating Dilation Conversional Model for Austenite Formation in Hypoeutectoid Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41A, p. 2224-2235, 2010.
- LEE, S.-J.; MATLOCK, D. K.; VAN TYNE, C. J. – An Empirical Model for Carbon Diffusion in Austenite Incorporating Alloying Element Effects. *ISIJ International*, Vol. 51, N° 11, p. 1903-1911, 2011.
- LIS, J.; LIS, A.; KOLAN, C. – Manganese Partitioning in Low Carbon Manganese Steel During Annealing. *Materials Characterization* 59, p. 1021-1028, 2008.

- LIU, D.; FAZELI, F.; MILITZER, M. – Modeling of Microstructure Evolution during Hot Strip Rolling of Dual Phase Steels. *ISIJ International*, Vol. 47, N° 12, p. 1789-1798, 2007.
- LLEWELLYN, D. T.; HILLIS, D. J. - Dual Phase Steels - Review. *Ironmaking and Steelmaking*, Vol. 23, N° 6, p. 471-478, 1996.
- MAITLAND, T.; SITZMAN, S. - Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples. *Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications*. Editors: Weilei Zhou and Zhong Lin Wang. Springer, 2006.
- MATLOCK, D. K.; KRAUSS, G.; RAMOS, L. F.; HUPPI, G. - A Correlation of Processing Variables with Deformation Behavior of Dual-Phase Steels. *Structure and Properties of Dual-phase Steels*. R. A. Kat and J. W. Moms, eds. TMS-AIME, New York, NY, p. 62-90, 1979.
- MARUYAMA, N.; OGAWA, T.; TAKAHASHI, M. – Recrystallization at Intercritical Annealing in Low Carbon Steels. *Materials Science Forum*, Vols. 558-559 p. 247-252, 2007.
- MASIMOV, M.; KLEIN, H. – Formation of Substructure and Texture in Dual-Phase Steels due Thermal Treatment. *Solid State Phenomena*, Vol. 160 p. 147-152, 2010.
- MELO, T. M. F.; COSTA, F. S.; MURARI, F. D; CASTRO, I. - Estudo da Partição de Elementos de Liga Durante as Etapas de Encharque e Resfriamento Lento do Recozimento Contínuo do Aço DP800. Relatório Final de Estudo de P&D da Usiminas, PPPP6211, U-IGD, Dezembro de 2007.
- MELO, T. M. F.; COSTA, F. S.; CASTRO, I. - Microstructure Formation at the Initial Steps of the Continuous Annealing of a Dual Phase Steel. *International Conference on New Developments in Advanced High-Strength Sheet Steels*, pp. 115-124, 2008.
- MILITZER, M. – Computer Simulation of Microstructure Evolution in Low Carbon Sheet Steels. *ISIJ International*, Vol. 47, N° 1, p. 1-15, 2007.
- MILITZER, M. - Microstructure Evolution in Dual-Phase Steels. *Trans. Indian Inst. Met.*, Vol. 59, N° 5, p. 711-724, 2006.
- MINOTE, T.; TORIZUKA, S.; OGAWA, A.; NIIKURA, M. – Modeling of Transformation and Compositional Partitioning in TRIP Steel Behavior - *ISIJ International*, 36, p. 201-207, 1996.
- MOHANTY, R. R.; GIRINA, O. A.; FONSTEIN, N. M. – Effect of Heating Rate on the Austenite Formation in Low-Carbon High-Strength Steels Annealed in the Intercritical Region. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42A, p. 3680-3690, 2011.
- MUKHERJEE, K. – Grain Refinement in Dual Phase Steels. PhD Thesis. The University of British Columbia, Vancouver, Canada, 2009.
- MUKUNTHAN, K.; HAWBOLT, E. B. – Modeling Recovery and Recrystallization Kinetics in Cold-Rolled Ti-Nb Stabilized Interstitial Free Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27 A, p. 3410-3423, 1996.

- MURARI, F. D.; COSTA e SILVA, A. L. V.; AVILEZ, R. R. – Estudo da Formação da Austenita em Aços Miltifásicos. Contribuição Técnica ao 65º Congresso Anual da ABM – Rio de Janeiro, RJ, 26 a 30 de julho de 2010.
- MURARI, F. D.; MEYER, L. C. O.; ROCHA, R. O. – Estudo para Unificação de Siglas de aços DP590 nas espessuras de 1,20 e 2,00mm Processadas via CAPL. Relatório Final de Estudo de P&D. PPPC6322. Maio de 2008.
- MURUGAIYAN, A.; SAHA PODDER, A. S.; PANDIT, A.; CHANDRA, S.; RAY, R. K., BHATTACHARJEE, D. – Phase Transformations in Two C–Mn–Si–Cr Dual Phase Steels. ISIJ International, Vol. 46, Nº 10, p. 1489-1494, 2006.
- NOVIKOV, I. – Theory of Heat Treatments of Metals. Mir Publishers. 1978.
- ORIANI, R. A. - Ostwald Ripening of Precipitates in Solid Matrices. Acta Metallurgica, Vol. 12, p. 1399-1409, 1964.
- OGAWA, T.; MARUYAMA, N.; SUGIURA, N.; YOSHINAGA, N. – Incomplete Recrystallization and Subsequent Microstructural Evolution during Intercritical Annealing in Cold-rolled Low Carbon Steel. ISIJ International, vol. 50, Nº 3, p. 469-475, 2010.
- PETROV, R.; KESTENS, L.; HOUBAERT, Y. – Recrystallization of a Cold Rolled TRIP-Assisted Steel During Reheating for Intercritical Annealing. ISIJ International, 41, p. 883-890, 2001.
- PICHLER, A.; HRIBERNIG, G.; TRAGL, E.; ANGERER, R.; RADLMAYR, K.; SZINYUR, J.; TRAJNT, S.; WERNER, E.; STIASZNY, P. – 41<sup>st</sup> Mechanical Working Steel Processing Conf. Proc., Vol. XXXVII, ISS, Warrendale, PA p. 37, 1999.
- PICHLER, A.; TRAJNT, S.; ARNOLDER, G.; STIASZNY, P.; BLAIMSCHEIN, M.; WERNER, E. – High Strength Hot-Dip Galvanized Steel Grades: A Critical Comparison of Alloy Design, Line Configuration and Properties. 44th Mechanical Working Steel Processing Conference. Orlando, FLA p. 21-31, 2002.
- PUSSEGODA, N.; TYSON, W. R.; WYCLIFFE, P.; PURDY, G. R. – Segregation of Manganese During Intercritical Annealing of Dual Phase Steels. Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 15 A, p. 1499-1502, 1984.
- RICKS, R. A. – Redistribution of Substitutional Alloying Elements during Formation of Pearlite. Quantitative Microanalysis with High Spatial Resolution. The Metals Society. London. p. 85-89, 1981.
- SAN MARTÍN, D.; DE COCK, T.; GARCÍA-JUNCEDA, A.; CABALLERO, F. G.; CAPDEVILA, C.; GARCÍA de ANDRÉS, C. - Effect of Heating Rate on Re-austenitisation of Low Carbon Niobium Microalloyed Steel. Materials Science and Technology, vol. 24, p. 266-272, 2008.
- SANTOFIMIA, M. J.; KWAKERNAAK, C.; SLOOF, W. G.; ZHAO, L.; SIETSMA, J. Experimental Study of the Distribution of Alloying Elements after the Formation of Epitaxial Ferrite upon Cooling in a Low-Carbon Steel. Materials Characterization 61, p. 937-942, 2010.

- SANTOFIMIA, M. J.; ZHAO, L.; SIETSMA, J.- Microstructural Evolution of a Low-Carbon Steel during Application of Quenching and Partitioning Heat Treatments after Partial Austenitization. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 40 A, p. 46-57, 2009.
- SANTOS, A. A.; BARBOSA, R.; - Modelling the Kinetics of Austenite Decomposition in Nb-Ti-V Microalloyed Steel after Hot Strip Rolling. *Steel Research International* 80, N° 9, p. 632-638, 2009.
- SARWAR, M.; AHMAD, E.; PRIESTNER, R. – Effect of Thermomechanical Processing in the Intercritical Region on Hardenability of Austenite of a Dual-Phase Steel. *Journal of Materials Engineering and Material Performance* 10, p. 662-669, 2001.
- SARWAR, M.; AHMAD, E.; QURESHI, K. A.; MANZOOR, T. – Influence of Epitaxial Ferrite on Tensile Properties of Dual Phase Steels. *Materials and Design*, 28, p. 335-340, 2007.
- SAVRAN, V. I.; OFFERMAN, S. E.; SIETSMA, J. – Austenite Nucleation and Growth Observed on the Level of Individual Grains by Three-Dimensional X-Ray Diffraction Microscopy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 41 A, p. 583-591, 2010.
- SAVRAN, V. I.; VAN LEEUWEN, Y.; HANLON, D. N.; KWAKERNAAK, C.; SLOOF, W.G. - Microstructural Features of Austenite Formation in C35 and C45 Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 38 A, p. 946-955, 2007.
- SHI, M. F.; THOMAS, G. H.; CHEN, X. M.; FAKETE, J. - Formability Performance Comparison Between Dual Phase and HSLA Steels. *43rd MWSP CONF. PROC., ISS, Vol. XXXIX*, p. 165-174, 2001.
- SIMIELLI, E. A.; YUE, S.; JONAS, J. J.; - Recrystallization Kinetics of Microalloyed Steels Deformed in the Intercritical Region. *Metallurgical Transactions A*, vol. 23 A, p. 597-608, 1992.
- SON, Y. I.; LEE, Y. K.; PARK, K. T.; LEE, C. S.; SHIN, D. H. - Ultrafine Grained Ferrite–Martensite Dual Phase Steels Fabricated via Equal Channel Angular Pressing: Microstructure and tensile properties. *Acta Materialia*, Vol. 53, p. 3125-3134, 2005.
- SPEICH, G. R.; DEMAREST, V. A.; MILLER, R. L. – Formation of Austenite During Intercritical Annealing of Dual-Phase Steels. *Metallurgical Transactions A*, vol. 12 A, p. 1419-1428, 1981.
- SUH, D.-W.; OH, C.-S.; HAN, H. N.; KIM, S.-J. – Dilatometric Analysis of Phase Fraction during Austenite Decomposition into Banded Microstructure in Low-Carbon Steel. *Metallurgical Transactions A*, vol. 38 A, p. 2963-2972, 2007.
- SUH, D.-W.; OH, C.-S.; KIM, S.-J. – Dilatometric Analysis of Austenite Formation during Intercritical Annealing. *Metals and Materials International*, Vol. 14, No. 3, p. 275-282, 2008.

- SUNDMAN, B. – Computer Prediction of Para-Equilibrium Transformations. A Symposium on the Thermodynamics, Kinetics, Characterization and Modeling of Austenite Formation and Decomposition. Chicago, Illinois, USA, p. 113-119, 2003.
- THOMSER, C.; UTHAISANGSUK, V.; BLECK, W. – Influence of Martensite Distribution on the Mechanical Properties of Dual Phase Steels: Experiments and Simulation. *Steel Research Int.* N° 8, p. 582-587, 2009.
- TOBIYAMA, Y.; OSAWA, K.; HIRATA, M. - Development of 590 MPa Grade Galvannealed Sheet Steels with Dual Phase Structure, Kawasaki Technical Report N° 42, p. 19-23, 2000.
- TOJI, Y.; YAMASHITA, T.; NAKAJIMA, K.; OKUDA, K.; MATSUDA, H.; HASEGAWA, K.; SETO, K. – Effect of Mn Partitioning during Intercritical Annealing on Following  $\alpha/\gamma$  Transformation and Resultant Mechanical Properties of Cold-Rolled Dual Phase Steels. *ISIJ International*, Vol. 51, N° 5 p. 818-825, 2011.
- TRAIANT, S.; PICHLER, A.; SPIRADEK-HAHN, K.; HULKA, K.; WERNER, E. – The Influence of Nb on the Phase Transformation and Mechanical Properties in Al and Si Alloyed TRIP-Steels. A Symposium on the Thermodynamics, Kinetics, Characterization and Modeling of Austenite Formation and Decomposition. Chicago, Illinois, USA, p. 577-594, 2003.
- VITEK, J. M.; BABU, S. S.; KOZESCHNIK, E. – A Study of the Transition Kinetics from Para-equilibrium to Ortho-equilibrium. A Symposium on the Thermodynamics, Kinetics, Characterization and Modeling of Austenite Formation and Decomposition. Chicago, Illinois, USA, p. 139-148, 2003.
- YABUKOVSKY, O.; KASPUTIN, M. – Effect of New Ferrite on Strength-Ductility Balance of a High-Strength Water Quenched Dual Phase Sheet Steel. *Materials Science and Technology Steel related Papers*, p. 267-275, 2006.
- YANG, D. Z.; BROWN, E. L.; MATLOCK, D. K.; KRAUSS, G. - Ferrite Recrystallization and Austenite Formation in Cold-Rolled Intercritically Annealed Steel. *Metallurgical Transactions A*, vol. 16 A, p. 1385-1392, 1985.
- YANG, H. S.; SUH, D. W.; BHADESHIA, H. K. D. H – More Complete Theory for the Calculation of the Martensite-Start Temperature in Steels. *ISIJ International*, Vol. 52, N° 1 p. 164-166, 2012.
- YI, J. J.; KIM, I. S. – Ferrite Growth during Slow Cooling from the Intercritical Annealing of a Dual-Phase Steel. *Scripta Metallurgica*, vol. 17, p. 299-302, 1983.
- YI, J. J.; KIM, I. S.; CHOI, H. S. – Austenitization during Intercritical Annealing of an Fe-C-Si-Mn Dual-Phase Steel. *Metallurgical Transactions A*, vol. 16 A, p. 1237-1245, 1985.
- ZAEFFERER, S.; OHLERT, J.; BLECK, W. – A Study of Microstructure, Transformation Mechanisms and Correlation Between Microstructure and Mechanical Properties of a Low Alloyed TRIP Steel. *Acta Materialia*, 52, p. 2765-2778, 2004.

- ZAEFFERER, S.; ROMANO, P.; FRIEDEL, F. – EBSD as a Tool to Identify and Quantify Bainite and Ferrite in Low-Alloyed Al-TRIP Steels. *Journal of Microscopy*, vol. 230, p. 499-508, 2008.
- ZWAAG, V. D. S; SIETSMA, J.; OFFERMAN, E.; DIJK, N. V. – Austenite Decomposition Modelling and Measuring at the Level of Individual Grains. A Symposium on the Thermodynamics, Kinetics, Characterization and Modeling of Austenite Formation and Decomposition. Chicago, Illinois, USA, p. 267-277, 2003.
- WYCLIFFE, P.; PURDY, G. R.; EMBURY, J. D. – Growth of Austenite in the Intercritical Annealing of Fe-C-Mn Dual Phase Steels. *Canadian Metallurgical Quarterly*, vol. 20, p. 339-350, 1981.